الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية République Algérienne Démocratique et Populaire وزارة التعليم العالي و البحث العلمي Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

Université Mohamed Khieder – Biskra

Faculté des Sciences et de la technologie



جامعة محمد خيضر بسكرة كلية العلوم و التكنولوجية قسم: الهندسة الميكانيكية 2019/ المرجع:

Département : Génie Mécanique

Réf :

Thèse présentée en vue de l'obtention Du diplôme de **Doctorat en sciences** Spécialité : Génie Mécanique

CARACTERISATION DES JOINTS SOUDES DES PIPELINES EN ACIER INOX 304L

Présentée par : M^{me} : HAMZA-Soumia

Soutenue publiquement le

Devant le jury composé de :

A. CHALLA	Professeur	Président	Univ. Biskra
Z. BOUMERZOUG	Professeur	Directeur de thèse	Univ. Biskra
N. BOUAOUADJA	Professeur	Examinateur	Univ. Sétif
K. LOUCIF	Professeur	Examinateur	Univ. Sétif

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier mon directeur de thèse, Monsieur Zakaria BOUMERZOUG, Professeur au Département de Génie Mécanique à l'Université Mohamed Khider, Biskra, d'avoir bien accepté d'assurer la direction de cette thèse, de l'avoir encadrée, pour sa disponibilité et pour ses orientations scientifiques.

Je tiens à témoigner mes sincères reconnaissances à : Monsieur Abdelouahed CHALA Professeur à l'Université Mohammed Khider, Biskra qui m'a fait l'honneur d'avoir examiné et présidé le jury de thèse.

Je tiens à remercier aussi Monsieur Noureddine BOUAOUADJA Professeur à l'Université de Sétif et Monsieur Kamel LOUCIF Professeur à l'Université de Sétif, qui ont accepté d'examiner ce travail et de faire partie du jury.

Je tiens à remercier Monsieur J.VINCENT et Monsieur T. BAUDIN Professeurs à l'Université de Paris sud ou j'ai effectué deux séjours scientifiques, pour leurs contributions dans les analyses expérimentales réalisées en France.

Je remercie Monsieur Omar ALLAOUI, Professeur à l'Université de Laghouat, et aussi à tout le personnel du CRTI Annaba.

Je remercie également le directeur du laboratoire LPCMA (Prof. A. Chala) et le responsable du MEB au sein du même laboratoire (Mr. Brahim).

Mes remerciements s'adressent à tout le personnel du Laboratoire de Génie Mécanique, de Métallurgie, et du Laboratoire des Rayons X au sein de la Faculté des Sciences et de Technologie à l'université Mohammed Khider, Biskra.

Finalement, je remercie tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Sommaire

Introduction Générale
Etude Bibliographique
Chapitre I / Soudage des métaux
Introduction
I.1 Définition de l'opération de soudage
I.2 Classification des procédés de soudage
I.2.1 Soudage par pression
I.2.2 Soudage par fusion
I.3 Le soudage TIG (Tungsten Inert Gas) : application aux aciers inoxydables 5
I.3.1 Principe
I.3.2 Paramètres technologiques
I.3.2.1 Nature du courant de soudage
I.3.2.2 Intensité et vitesse de soudage
I.3.2.3 Nature de l'électrode
I.3.2.4 Gaz de protection
I.3.3 Effet des paramètres de soudage
I.3.4 Applications de la soudure TIG
I.3.5 Avantages de soudage TIG
I.3.6 Inconvénients de soudage TIG
I.4 Zones métallurgiques d'une soudure
I.4.1 Zone Fondue (ZF) 10
I.4.2 Zone Affectée Thermiquement (ZAT) 10
I.4.3 Zone de Liaison (ZL) 10
I.4.4 Métal de Base (MB) 10
I.5 Aspects métallurgiques du soudage 10
I.5.1 Structure globale de solidification
I.5.2 Sous structure de solidification
I.5.2.1 Mécanisme de formation 11
I.5.2.2 Effet de la vitesse de refroidissement
I.6 Principaux défauts des soudures 14
I.6.1 Les remèdes de la fissuration
I.7 Méthodes et critères de validation des paramètres d'assemblages 16
I.7.1 Contrôle surfacique 16
I.7.1.1 Contrôles visuels
I.7.1.2 Ressuage fluorescent 16
I.7.2 Contrôle en volume 17
I.7.2.1 Radiographie X 17

Chapitre II / Les aciers inoxydables

II.1 Caractéristiques mécaniques et chimiques	18
in curactoristiques inceaniques et eniniques	
II.2 Les diagrammes de phases	19
II.2.1 Phases de référence	19
II.2.2 Diagramme Fe-Cr	20
II.2.3 Le système Fe-Cr-Ni	22
II.2.3.1 Diagramme Fe-Ni	22
II.2.3.2 Diagramme Fe-Cr-Ni	22
II.2.3.3 Section isotherme du diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni 2	23

II.2.4 Le système Fe-C-Cr	23
II.3 Classification des aciers inoxydables	24
II.3.1 Les aciers inoxydables ferritiques	24
II.3.2 Les aciers inoxydables martensitiques	25
II.3.3 Les aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex)	25
II.3.4 Les aciers inoxydables austénitiques	26
II.3.4.1 Généralités	26
II.3.4.2 Soudure des aciers inoxydables austénitiques	27
II.3.4.3 Traitements thermiques des aciers inoxydables	28
II.3.4.4 Composition chimique des éléments de fixation des aciers inoxydables	29
II.3.4.5 Nuances des aciers inoxydables	30
II.4 Travaux de recherche sur le soudage des aciers inoxydable austénitiques	30

Chapitre III /Texture cristallographique

Introduction	31
III.1 Orientation des grains	31
III.2 Représentation des textures (Les indices de Miller, les figures de pôles directes	
et inverses)	33
III.2.1 Les indices de Miller	33
III.2.2 Les figures de pôles directes et inverses	34
III.2.3 Fonction de Distribution des Orientations Cristallines (FDOC)	39
III.3 Types de Textures	40
III.3.1 Textures de déformation	40
III.3.1.1 Textures des métaux et alliages CFC	40
III.3.1.2 Textures des métaux et alliages CC	41
III.3.2 Textures de recuit	41
III.3.2.1 Textures de recuit des métaux et alliages CFC	41
III.3.2.2 Textures de recuit des métaux et alliages CC	42
III.4 Détermination des textures	42
III.5 Exemples de textures dans les joints soudés	43

Chapitre IV/ Matériaux et techniques de caractérisation

Introduction	45
IV. 1 Matériaux utilisés	45
IV. 1. 1 Présentation du métal de base	45
IV. 1. 1. 1 Composition chimique	46
IV. 1. 1. 2 Caractéristiques mécaniques	46
IV. 1. 2 Présentation du métal d'apport	46
IV. 1. 2. 1 Composition chimique	47
IV. 1.2.2 Caractéristiques électriques et techniques	47
IV. 1.2.3 Caractéristiques mécaniques	48
IV.2 Techniques expérimentales	48
IV.2.1 Préparation des échantillons	49
IV.2.2 Microscope optique	50
IV.2.3 Diffraction des rayons X	51
IV.2.4 Microscope électronique à balayage (MEB)	52
IV.2.5 Analyse EBSD (Electron Back Scattered Diffraction)	52
IV.2.6 Principe de formation des diagrammes de Kikuchi	55
IV.2.7 Caractérisation mécanique des soudures	56
IV.2.7.1 Microdureté Vickers (Hv)	56

IV.2.7.2	Essai de pliage	58
----------	-----------------	----

Chapitre V/Résultats et Interprétations

Introduction	60
V.1 Observations microstructurales par microscopie électronique à balayage (MEB)	60
V.1.1 État initial	60
V.1.1.1 Métal de base	60
V.1.1.2 La zone affectée thermiquement	61
V.1.1.3 La zone de liaison	63
V.1.1.4 La zone fondue	64
V.1.2 Traitement thermique de l'acier inox soudé	65
V.1.2.1 L'état d'homogénéisation à 200°C	66
V.1.2.1.1 Métal de base	66
V.1.2.1.2 La zone affectée thermiquement	66
V.1.2.1.3 La zone de liaison	68
V.1.2.1.4 La zone fondue	69
V.1.2.2 L'état d'homogénéisation à 300°C	70
V.1.2.2.1 Métal de base	70
V.1.2.2.2 La zone affectée thermiquement	71
V.1.2.2.3 La zone de liaison	73
V.1.2.2.4 La zone fondue	73
V.1.2.3 L'état d'homogénéisation à 400°C	75
IV.1.2.3.1 Métal de base	75
V.1.2.3.2 La zone affectée thermiquement	76
V.1.2.3.3 La zone de liaison	77
V.1.2.3.4 La zone fondue	78
V.1.2.4 L'état d'homogénéisation à 500°C	80
V.1.2.4.1 Métal de base	80
V.1.2.4.2 La zone affectée thermiquement	81
V.1.2.4.3 La zone fondue	81
V.1.2.5 L'état d'homogénéisation à 1000°C	82
V.1.2.5.1 Métal de base	82
V.1.2.5.2 La zone affectée thermiquement	83
V.2 Résultats de l'étude par l'EBSD	84
V.2.1 Texture dans le joint soudé	84
V.2.1.1 La texture du métal de base	85
V.2.1.2 Texture de la zone affectée thermiquement	87
V.2.1.3 La texture de la zone fondue	88
V.2.2 Effet de traitement thermique sur le joint soudé	93
V.3 Etude par diffraction des rayons X	93
V.3.1 État initial : Joint soudé non traité	93
V.3.2 L'état d'homogénéisation à 200°C	95
V.3.3 L'état d'homogénéisation à 300°C	95
V.3.4 L'état d'homogénéisation à 400°C	96
V.3.5 L'état d'homogénéisation à 500°C	96
V.3.6 L'état d'homogénéisation à 1000°C	97
V.4 Caractérisation mécanique des soudures	97
V.4.1 Mesure de la microdureté	97
V.4.2 Tests de pliage	102

Conclusion générale	107
Références bibliographiques	109

Liste des figures

Chapitre I / Soudage des métaux

Figure I.1 : Principaux types d'assemblage	3
Figure I.2 : Classification des procédés de soudage	4
Figure I.3 : Principe du procédé de soudage TIG simple flux	6
Figure I.4 :Caractéristiques des modes de fonctionnement possibles pour le soudage TIG	7
Figure I.5 :Cordons de soudure	10
Figure I.6 : Effet du gradient de température sur le mode de solidification des soudures pour une	
vitesse constante	12
Figure I.7 : Schéma du gradient de température en fonction de la vitesse de croissance montrant	
les modes de solidification possibles	13
Figure I.8 : Fissuration du joint de liaison	14
Figure I.9 : Fissuration à froid	15

Chapitre II / Les aciers inoxydables Figure II.1 : Variétés allotropiques du fer pur

19

Figure II.2 : Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome, d'après Bain et	
Aborn	20
Figure II.3 : Système Fe Cr	21
Figure II.4: Diagramme d'équilibre fer-crhome à des températures inférieures à 850 °C,	
d'après Williams	21
Figure II.5: Diagramme Fe-Ni	22
Figure II.6: Coupes de diagramme de phases ternaire Fe-Cr-Ni	23
Figure II.7: Section à 1000°C du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni	23
Figure II.8: Coupes du diagramme ternaire Fe-C-Cr	24
Figure II.9 : Structure d'un acier inoxydable ferritiques	24
Figure II.10: Structure d'un acier inoxydable martensitique	25
Figure II.11: La Structure d'un acier inoxydable duplex	26
Figure II.12: Microstructure de différentes nuances d'aciers inoxydables	27
Figure II.13: Solidification type A	28

Chapitre III / Texture cristallographique

Figure III.1: Distribution d'orientations cristallographiques de grains dans unestructure : (a)	
isotrope, (b) texturée	31
Figure III.2 : Représentations d'une orientation cristallographique	32
Figure III.3: Définition des trois angles d'Euler dans le formalisme de Bunge	33
Figure III.4 : Construction d'une figure de pôles {100}	35
Figure III.5: Construction d'une figure de pôles {100} correspondant à une orientation cube	
(001)[100]	35
Figure III.6 : (a) Figure de pôles {001} correspondant à l'orientation {001}<100>. (b)	
Construction à l'aide du réseau de Wulf, de (c) la projection stéréographique standard {001}.	
Figures de pôles (d) {110} et (e) {111} correspondant à une orientation {001}<100>	36
Figure III.7 : (a) Projection standard {111}. Figures de pôles (b) {001}, (c) {110} et (d) {111}	
correspondant à l'orientation {111}<110>. Les pôles blancs ont été ajoutés pour décrire une	
texture orthotrope (symétrie des figures de pôles par rapport aux trois axes DL, DT et DN)	37
Figure III.8 : Description de la composante {111} <uvw> sur les projections (a) {111} et (b)</uvw>	
{001}. (c) Description de la fibre {111} <uvw> sur le triangle standard. (d) Code de couleurs</uvw>	

définit sur le triangle standard	38
Figure III.9 : Définition des angles d'Euler $\varphi \square \square \varphi \square \square \varphi \square \square \varphi$ (définition dite de Bunge)	40
Figure III.10 : Cartographie EBSD d'orientation de l'austénite dans la ZAT, leurs figures de	

44

Chapitre IV /Matériaux et techniques de caractérisation

pôles (111), (110) et (200) et les ODF

Figure IV. 1:Tube d'acier inoxydale 304 L
Figure IV.2: Machine de découpe d'échantillons
Figure IV. 3: Microscope optique de type (Olympus BX J1M)
Figure IV.4 : Diffractomètre de type Bruker D8 Advance.
Figure IV.5 : Microscope électronique à balayage
Figure IV.6 : Schéma de la diffraction des électrons rétrodiffusés par un plan {hkl} et de la formation des lignes de Kilcuchi lors d'une mesure par EBSD
Figure IV.7 :Appareillage EBSD utilisé
Figure IV.8 : Plan transversal et perpendiculaire à la direction de soudage
Figure IV.9: Illustration schématique d'un échantillon soudé
Figure IV.10 :a) Schéma présentant la méthode de formation des lignes de Kikuchi, b) Cliché réel de diagramme de Kikuchi
Figure IV.11: Illustration de la méthode de balayage en profil pour la mesure de la microdureté Vickers (Hy)
FigureIV.12 : Micro duromètre (Leco M-400-A Hardness)
Figure IV.13: Appareillage l'essai de pliage utilisé: (a) Vue globale et (b) Vue de la partie de fixation des éprouvettes et l'application de la charge

Chapitre V/ Résultats et Interprétations

Figure V.1: Microstructure obtenue par le MEB du métal de base non traité	61
Figure V.2: Microstructure obtenue par le MEB de la zone affectée thermiquement non traité	62
Figure V.3: Cartographie chimique de la zone affectée thermiquement	62
Figure V.4: Microstructure obtenue par le MEB de la zone de liaison non traité	63
Figure V.5: Microstructure obtenue par le MEB de la zone fondue non traité	64
Figure V.6: Spectre de l'analyse quantitative de la composition chimique du MEB de la zone fondue non traité	65
Figure V.7: Cartographie chimique de la zone fondue non traité	65
Figure V.8: Microstructure obtenue par le MEB du métal de base traité à 200°C.	66
Figure V.9: Microstructure obtenue par le MEB de la zone affectée thermiquement de base traité à 200°C	67
Figure V.10: Cartographie chimique de la zone affectée thermiquement de base traité à 200°C	68
Figure V.11: Microstructure obtenue par le MEB de la zone de liaison traité à 200°C	68
Figure V.12: Microstructure obtenue par le MEB de la zone fondue traité à 200°C	69
Figure V.13: Cartographie chimique de la zone fondue de base traité à 200°C	70
Figure V.14: Microstructure obtenue par le MEB du métal de base traité à 300°C	71
Figure V.15: Microstructure obtenue par le MEB de la zone affectée thermiquement traité à 300°C	72
Figure V.16: Cartographie chimique de la zone affectée thermiquement traité à 300°C	72
Figure V 17: Microstructure obtenue par le MEB de la zone de liaison traité à 300°C	73
Figure V.18: Microstructure obtenue par le MEB de la zone fondue traité à 300°C	74
Figure V.19: Cartographie chimique de la zone fondue traité à 300°C	75
Figure V.20: Microstructure obtenue par le MEB du métal de base traité à 400°C	76

Figure V.21: Microstructure obtenue par le MEB de la zone affectée thermiquement traité à	77
Figure V 22: Cartographie chimique de la zone affectée thermiquementtraité à 400°C	77
Figure V 23: Microstructure obtenue par le MFB de la zone de liaison traité à 400°C	78
Figure V 24: Microstructure obtenue par le MEB de la zone fondue traité à 400°C	70
Figure V 25: Cartographie chimique de la zone fondue traité à 400°C	70
Figure V.25. Cartographic chimique de la zone fondue traite à 400 C	73 80
Figure V.20. Microstructure obtenue par le MED de la zone effectée thermiquement traité à	00
500°C	81
Figure V.28: Microstructure obtenue par le MEB de la zone fondue traité à 500°C	82
Figure V.29: Microstructure obtenue par le MEB du métal de base traité à 1000°C	83
Figure V.30: Microstructure obtenue par le MEB de la zone affectée thermiquement traité à 1000°C	84
Figure V.31: cartographie de la moitié du joint soudé	85
Figure V.32: a)Cartographie EBSD. b) Figures de pôles et c)FDOC du métal de base.	86
Figure V.33: a) Figures de pôles et b) FDOC de la ZAT.	87
Figure V.34: a) Figure de pole da la ZF (sous zone 1)- b) FDOC de la ZF (sous zone 1)	88
Figure V.35:a) Figure de pole da la ZF (sous zone 2) - b) FDOC de la ZF (sous zone 2)	89
Figure V. 36: a) Figure de pole da la ZF (sous zone 3) - b) FDOC de la ZF (sous zone 3)	90
Figure V 37: a) Figure de pole da la ZF (sous zone 4) - b) FDOC de la ZF (sous zone 4)	91
Figure V 38: Schéma du mécanisme de solidification dans ZF	92
Figure V 39: Cartographie du joint soudé après traitement thermique à 400°C	93
Figure V.40: Diffractogrammes des rayons X du joint soudé à l'état initial	94
Figure V.41: Diffractogrammes des rayons X du joint soudé traité à 200°C	95
Figure V 42: Diffractogrammes des rayons X du joint soudé traité à 300°C	95
Figure V 43: Diffractogrammes des rayons X du joint soudé traité à 400°C	96
Figure V 44: Diffractogrammes des rayons X du joint soudé traité à 500°C	96
Figure V 45: Diffractogrammes des rayons X du joint soudé traité à 1000°C	97
Figure V 46:Profil de dureté du joint non traité	99
Figure V 47:Profil de dureté du joint traité à 200°C	99
Figure V 48:Profil de dureté du joint traité à 300°C	100
Figure V 49: Profil de dureté du joint traité à 400°C	100
Figure V 50: Profil de dureté du joint traité à 500°C	101
Figure V 51: Comparaison entre les microduretés des joints soudés d'acier inox 304L : le non	101
traité le traité à 200° 300°C 400°C 500°C et 1000°C	101
Figure V.52: Macrographie des éprouvettes avant le test de pliage	102
Figure V.53: Macrographie des éprouvettes après le test de pliage	103
Figure V.54: Fissures dans le coin des échantillons pliés	104
Figure V.55: Courbe de pliage de la tôle d'acier inox non traité	105
Figure V.56: Courbe de pliage de la tôle d'acier inox traité à 200°C	105
Figure V.57: Courbe de pliage de la tôle d'acier inox traité à 300°C	105
Figure V.58: Courbe de pliage de la tôle d'acier inox traité à 400°C	106
Figure V.59: Courbe de pliage de la tôle d'acier inox traité à 500°C	106
Figure V.60: Courbe de pliage de la tôle d'acier inox traité à 1000°C	106

Liste des tableaux

Chapitre II / Les aciers inoxydables

Tableau II.1: Caractéristiques des traitements thermiques des aciers inoxydables	29
Tableau II.2 : Nuances des aciers inoxydables austénitiques	30
Tableau II.3 : Désignation des aciers inoxydables A2 et A4	30

Chapitre III / Texture cristallographique

Tableau III.1 : Principales composantes des textures de laminage des métaux CFC	40
Tableau III.2 : Principales composantes des textures de laminage des métaux CC	41
Tableau III.3 : Textures de recristallisation des métaux CFC	41

Chapitre IV/ Matériaux et techniques de caractérisation

Tableau IV.1: Composition chimique du métal de base	46
Tableau IV.2: Les caractéristiques mécaniques des matériaux utilisés	46
Tableau IV.3: Composition chimique du métal d'apport	47
Tableau IV.4:Paramètres de soudage	47
Tableau IV. 5:Les caractéristiques mécaniques du métal d'apport	48

Chapitre V/ Résultats et Interprétations

Tableau V.1: La composition chimique de la zone fondue non traité analysé par la microanalyse	
(EDAX) du MEB.	65
Tableau V.2: Texture cristallographiques dans le joint soudé de l'acier 304 L	92
Tableau V.3: Résultats de la microdureté obtenus sur les échantillons (joint non traité, traité à	
200°C, 300°C, 400°C, 500°C et 1000°C)	98
Tableau V.4: Valeurs de la limite élastique et de la résistance maximale	104

Introduction Générale

Les aciers inoxydables sont largement utilisés dans les domaines où une protection contre la corrosion est importante. Ces aciers sont utilisés dans plusieurs secteurs : en orthopédie, en instrumentation, dans les installations agroalimentaires et dans la construction métallique. Ils résistent bien aux attaques des milieux agressifs en se protégeant d'un film passif qui leur donne la qualité d'inoxydable.

Les aciers inoxydables austénitiques en l'occurrence la nuance 304L sont largement utilisés dans l'industrie chimique, pétrochimique, pharmaceutique, dans l'industrie de l'énergie et dans la cryogénie. Leur bonne résistance à la corrosion et leurs bonnes propriétés mécaniques leur attribuent une place privilégiée dans ces secteurs industriels. Ils sont ductiles et possèdent une forte capacité d'écrouissage. Ils sont généralement considérés comme soudables, si des précautions appropriées sont suivies. Ils constituent des matériaux de structure particulièrement intéressants. Leur utilisation comme tels sur les installations industrielles requiert l'assemblage de composants de grande taille.

Les travaux antérieurs sur le soudage de l'acier inox 304L sont très limitès. Ces travaux avaient comme objectif l'étude de la microstructure et de la résistance à la corrosion du son cordon de soudure.

Le but de cette thèse est l'étude microstructurale et surtout la texture et aussi mécanique du joint soudé d'un acier austénitique inoxydable 304L. Dans plusieurs cas, des traitements thermiques sont nécessaires après l'opération de soudage afin de diminuer soit l'hétérogénéité ou les contraintes internes au niveau du joint soudé. C'est pourquoi l'effet des traitements thermiques sur le joint soudé a été aussi étudié. Des traitements de 200C° jusqu'à 1000C° ont été appliqués pour voir l'évolution microstructurale et mécanique du joint soudé.

Le travail expérimental a été effectué dans trois institutions universitaires : Université de Biskra, Universités de Paris-sud et l'Université de Laghouat et aussi au CRTI de Annaba.

Pour aboutir à nos objectifs, on a utilisé plusieurs techniques de caractérisation :

- ➤ La diffraction de rayons X,
- La microscopie optique,
- La microdureté Vickers,
- La microscopie électronique à balayage (MEB) équipé avec un système d'analyse chimique (EDS),
- ➢ Le test de pliage,
- ≻ L'EBSD.

La thèse est structurée de la manière suivante:

- Le premier chapitre est consacré au soudage par fusion, essentiellement le soudage à l'arc électrique TIG et les caractéristiques de la soudure. Les principaux défauts des soudures et les méthodes et critères de validation des paramètres d'assemblages sont aussi présentés.
- Le deuxième chapitre est consacré à un aperçu sur les aciers inoxydables, essentiellement les aciers inoxydables austénitiques, et leurs caractéristiques mécaniques et chimiques.
- Le troisième chapitre présente une étude sur la texture cristallographique. Des définitions de base pour la compréhension qualitative « figure de pôle » et quantitative « Fonction de Distribution des Orientations Cristallines, FDOC » sont présentées, et enfin une présentation des textures de déformation.
- Dans le quatrième chapitre, nous avons présenté notre matériau étudié, les différents traitements thermiques appliqués et la description des méthodes expérimentales utilisées.
- Les résultats expérimentaux obtenus par les différentes techniques expérimentales et leurs discussions font l'objet du cinquième chapitre.
- Enfin, nous terminons par une conclusion présentant les principaux résultats obtenus, ainsi que perspectives et une liste des références bibliographiques.

Chapitre I Soudage des métaux

Introduction

De nombreuses industries réalisent des assemblages d'éléments métalliques par soudage (chaudronnerie, menuiserie métallique, constructions navale, offshore, ferroviaire et automobile,...). Il existe aujourd'hui de nombreux procédés de soudage répondant à la très grande variété d'assemblage à réaliser et aux caractéristiques des métaux utilisés. Ce chapitre est consacré au soudage par fusion, essentiellement le soudage à l'arc électrique TIG, caractéristiques de la soudure, les zones principales, puis le processus détaillé de la solidification des soudures, les aspects métallurgique du soudage TIG, principaux défauts des soudures et enfin les méthodes et critères de validation des paramètres d'assemblages.

I.1 Définition du soudage

Le soudage est un procédé consistant à assembler deux éléments métalliques, par fusion et re-solidification. En d'autres termes, il s'agit d'assurer la continuité de matéire entre les parties à assembler avec ou sans l'aide d'un produit d'apport permettant un meilleur lien entre les pièces. Dans le cas de l'utilisation d'un métal d'apport, ce composé doit avoir des propriétés au moins égales et une température de fusion du même ordre de grandeur que celle des matériaux à assembler. Différents types d'assemblage peuvent être rencontrés en fonction des contraintes appliquées à la structure réalisée, de la nature et des dimensions de l'élément à assembler (Figure I.1).



Figure I.1 : Principaux types d'assemblage [1].

Durant la phase de soudage, le métal d'apport ainsi que le métal de base (c'est à dire les éléments à assembler) sont portés à la température de fusion permettant ainsi un mélange des éléments. L'utilisation du métal d'apport répond à deux besoins : tout d'abord, il est nécessaire d'apporter de la matière afin de combler une préparation de joint (chanfrein)

assurant une section efficace entre les deux parties à assembler et d'autre part, il est aussi nécessaire de changer la composition métallographique de la zone fondue afin de lui donner des caractéristiques mécaniques voulues [1].

I.2 Classification des procédés de soudage

Il existe de nombreux procédés de soudage dont les principes et la mise en œuvre sont très différents. Bien qu'ils soient nombreux, la classification des différents procédés de soudage peut s'effectuer selon le mode d'apport de l'énergie nécessaire pour réaliser la jonction entre les parties assemblées. Pour les uns, l'assemblage est obtenu par fusion locale des éléments à assembler sans action mécanique volontaire utilisant une source de chaleur telle que la flamme, l'arc électrique, plasma etc., pour d'autres, la continuité métallique est obtenue sans fusion mais par une action mécanique (frottement, pression). La classification des différents procédés de soudage est présentée dans la Figure I.2.



Figure I.2 : Classification des procédés de soudage.

I.2.1 Soudage par pression

Le soudage par pression regroupe tous les procédés de soudage dans lesquels on obtient une soudure en général sans métal d'apport, par l'application d'une pression ou d'une friction suivie d'une force suffisante provoquant une déformation plus ou moins plastique à froid ou à chaud assurant la continuité atomique entre les bords de la soudure [2].

I.2.2 Soudage par fusion

Il consiste à fondre partiellement les bords des pièces à assembler, sans application de pression volontaire, à l'aide d'une source d'énergie tel que la flamme oxyacétylénique, l'effet Joule, ou de l'arc électrique. Le métal fondu devient après solidification une soudure et ce- ci quel que soit le procédé de soudage par fusion [2].

I.3 Soudage TIG (Tungsten Inert Gas) : application aux aciers inoxydables

Des soudures de bonne qualité sont facilement obtenues si une protection sous gaz inertes pour des températures au-dessus de 420°C est utilisée et si la propreté des matériaux est assurée. Le préchauffage n'est pas requis et les fissurations qui peuvent se créer sont souvent en relation avec une contamination du cordon de soudure. En configuration de soudage bord à bord, le pointage avant soudure permet un accostage optimal des bords à souder en évitant un équipement trop élaboré [3].

I.3.1 Principe

A l'aide d'un courant électrique, on fait jaillir dans une veine d'argon un arc électrique entre une électrode infusible de tungstène et la pièce à souder de polarité opposée. Cet arc électrique engendre un champ magnétique auto-induit qui crée à son tour des forces de Lorentz qui vont entraîner le gaz en projection vers la surface de la pièce.

L'énergie calorifique provenant du plasma constitue des particules d'ionisation du gaz de protection, des électrons de l'arc électrique et d'éléments métalliques vaporisés, permet de faire fondre localement la pièce, formant ainsi le joint soudé après refroidissement [3].

La chaleur générée par l'arc électrique H est donnée par :

$$\mathbf{H} = \mathbf{E}\mathbf{I} / \mathbf{V} (\mathbf{J} / \mathbf{m}\mathbf{m}) \tag{I.1}$$

E : tension de l'arc (V)

I : intensité du courant (A)

V : vitesse d'avance de la torche (mm/s)

H_n : énergie réelle déposée (J/mm)

Cependant, à cause des faibles pertes électriques de l'arc, toute la chaleur n'est pas transmise à la pièce à souder.

La chaleur réellement transmise est : $H_n=f1EI/V$ (I.2)

Où f_1 est le coefficient d'efficacité du transfert de chaleur qui est a peu près égal a 0,7 pour le procédé de soudage TIG [3].



Figure 1.3 : Principe du procédé de soudage TIG simple flux [3].

I.3.2 Paramètres technologiques

I.3.2.1 Nature du courant de soudage

Les procédés de soudage à l'arc peuvent être utilisés en courant continu (DC), avec l'électrode négative (EN) ou positive (EP), ou en courant alternatif (AC). Ces différentes configurations présentées sur la figure I.4 se traduisent par des différences de morphologies du bain de fusion.

En courant continu, lorsque l'électrode est connectée à la borne négative (DC-), les électrons sont émis de l'électrode de tungstène vers la pièce de travail de polarité positive.

Ces électrons hautement énergétiques rentrent en collision avec la pièce en abandonnant leur énergie cinétique et génèrent un échauffement considérable.

Il en résulte une pénétration importante, un cordon de soudure étroit mais aussi un apport de chaleur significatif pouvant induire des contraintes résiduelles et des déformations non désirables. Cependant ce mode est le plus employé pour des procédés comme le TIG où l'électrode est non consommable.



Figure I.4 : Caractéristiques des modes de fonctionnement possibles pour le soudage TIG [3].

Lorsque l'électrode est connectée à la borne positive (DC+) l'effet de l'apport de chaleur des électrons par leur énergie cinétique se concentre sur l'électrode plutôt que sur la pièce de travail. Ceci nécessite un refroidissement plus important des électrodes et cela engendre un cordon moins pénétrant, plus large, et un faible échauffement de la pièce de travail. De plus les ions positifs qui rentrent en collision avec la pièce de travail en provenance de l'électrode positive ont un effet nettoyant sur la surface oxydée. Ce mode de soudage est préconisé pour le soudage de faibles épaisseurs des métaux s'oxydant rapidement comme l'aluminium et le magnésium.

Le courant continu en mode pulsé engendre une succession de temps froids, avec maintien de l'arc, et de temps chauds (pics d'intensité) assurant la pénétration. Cette technique permet de mieux maitriser l'énergie apportée à la pièce.

Enfin le courant alternatif peut être utilisé pour alterner les avantages des deux modes cités précédemment durant la moitié des cycles ; la pénétration est assez bonne avec une action de nettoyage des surfaces [3,4].

I.3.2.2 Intensité et vitesse de soudage

L'intensité et la vitesse de soudage sont les paramètres les plus importants à contrôler parce qu'ils sont directement liés à la profondeur de pénétration, à la largeur du bain de fusion, et à la qualité du joint soudé. L'intensité affecte également la tension si la longueur de l'arc (distance entre la pointe de l'électrode et la pièce à souder) est fixée.

Il a été également montré que les structures de solidification à gros grains sont reliées à un rapport P/L de la zone de fusion important [**P** : Profondeur, **L** : Largeur].

Par conséquent, afin de réduire la taille des grains en zone de fusion tout en conservant une pénétration débouchant nécessaire pour la tenue mécanique de l'assemblage, un compromis vitesse/intensité de soudage doit être établi [5].

I.3.2.3 Nature de l'électrode

L'électrode est généralement en tungstène le tungstène assure une efficacité du courant produit ce qui donne une meilleure condition de soudabilité pour le procédé TIG.

I.3.2.4 Gaz de protection

Traditionnellement le soudage TIG dans le domaine pétrochimique et pétrolier est effectué sous atmosphère de gaz inerte, mais le soudage à l'air est très pratique avec l'utilisation de techniques de protections gazeuses adaptées.

Pour le soudage TIG des aciers inoxydables, l'électrode est protégée par un gaz inerte comme l'argon ou l'hélium. L'argon est le gaz le plus utilisé actuellement du à un moindre cout et à son faible potentiel d'ionisation qui favorise la formation d'un plasma au passage de l'arc électrique [6].

I.3.3 Effet des paramètres de soudage

Les paramètres de soudage contrôlent la forme, les dimensions et les structures des régions chauffées du cordon de soudure. L'énergie nécessaire a la fusion du métal, qui dépend des paramètres tel que la puissance et la vitesse de soudage, contrôle la vitesse de refroidissement. La vitesse de soudage régit directement la vitesse de croissance du front de solidification et donc également la forme du bain de fusion.

La structure et le mode de croissance des grains dépendent de l'apport calorifique linéaire. La croissance des grains devient très rapide et donne lieu à une structure grossière avec un apport calorifique croissant. Ces paramètres affectent également les contraintes thermiques induites qui s'appliquent sur la soudure et qui entrainent la formation de contraintes résiduelles et des distorsions géométriques [7].

I.3.4 Applications de la soudure TIG

La soudure TIG est appliquée dans :

- la réalisation d'ouvrages alimentaires.
- la chaudronnerie d'acier inoxydable.
- l'industrie aéronautique et spatiale.
- ➢ la carrosserie.

Plus généralement, les entreprises travaillant des matériaux à bases d'aciers inoxydables et d'alliages légers [8].

I.3.5 Avantages de soudage TIG

Les avantages du soudage TIG sont :

- Permettre de réaliser des soudures (cordons de soudure) de haute qualité, coté étanchéité,
- Assure une pleine pénétration,
- Sans projections et sans laitier,
- > Contrôle du bain de fusion et de la quantité du métal d'apport,
- Matériel portable et assurant la réparation in-situ,
- Employé pour souder la plupart des métaux et des épaisseurs de 0,3 a 6 mm [9].

I.3.6 Inconvénients de soudage TIG

Productivité inferieure au MIG/MAG et Puissance de soudage supérieure au MIG/MAG [9].

I.4 Zones métallurgiques d'une soudure

Un procédé de soudage peut être assimilé à une opération locale d'élaboration métallurgique et de traitement thermique donnant une structure cristalline dépendant à la fois de la composition chimique élaborée et du traitement thermique engendré par le soudage. Une fois réalisée, la soudure par fusion se décompose en plusieurs zones (Figure I.5).

I.4.1 Zone Fondue (ZF)

Zone où l'état liquide est prépondérant où la structure métallurgique obtenue après solidification dépend du cycle de refroidissement. On distingue des gradients de concentration de la partie la plus fondue vers la moins fondue. Il est donc possible d'examiner les variations de dureté [10].

I.4.2 Zone Affectée Thermiquement (ZAT)

Zone adjacente à la zone fondue sur une largeur plus ou moins étendue et qui a été soumise à l'élévation de température sans être portée à la fusion. Le chauffage, la composition chimique et la vitesse de refroidissement de cette zone génèrent des modifications plus ou moins importantes de la structure métallurgique.

I.4.3 Zone de Liaison (ZL)

Zone située entre la ZF et la ZAT, correspond à la surface sur laquelle la solidification du métal fondu a commencé.

I.4.4 Métal de Base (MB)

Au-delà de la ZAT, l'élévation de la température est insuffisante pour engendrer une quelconque transformation structurale.



Figure 1.5 : Cordons de soudure [10].

I.5 Aspects métallurgiques du soudage

I.5.1 Structure globale de solidification

Au cours du soudage par fusion la structure de solidification en zone de fusion se réalise à partir de la structure du métal solide des zones environnantes. La solidification s'établit à l'interface solide-liquide à partir des grains existant à cette interface. Ces grains

servent de substrats à partir desquels la croissance débute et se développe selon la direction du gradient maximum de température. Cette direction de croissance est celle de l'avancée du front de solidification afin de dissiper la chaleur latente de solidification vers le métal solide avoisinant.

La structure d'une soudure est fortement influencée par les cycles thermiques du soudage. La taille et la forme des anciens grains ainsi que les transformations de phase qui se produisent lors du refroidissement sont des caractéristiques essentielles qui définissent les propriétés mécaniques des assemblages. Selon la nature des métaux de base à assembler et les cycles thermiques appliqués, les microstructures des cordons de soudure des zones de fusion et des zones affectées thermiquement, vont présenter des différences de morphologie et des caractéristiques mécaniques.

I.5.2 Sous structure de solidification

I.5.2.1 Mécanisme de formation

Les conditions de solidification, hors équilibre, pendant le soudage par fusion impliquent la déstabilisation du front plan solide-liquide avec la formation d'une sous structure de solidification. Chaque grain colonnaire de la structure d'une soudure d'un alliage contient une sous structure de solidification sous forme cellulaire ou dendritique. Même si la composition globale de la soudure est homogène, les sous structures cellulaires ou dendritiques représentent des formes de micro-ségrégations. La micro-ségrégation est caractérisée par une différence de composition entre le cœur et la périphérie des cellules individuelles ou des dendrites cellulaires. Les cellules sont des protubérances de métal solide microscopiques en forme de crayon qui refroidissent en avant de l'interface solide-liquide. Les dendrites sont plus développées que les cellules et ont une forme d'arbre avec un bras de dendrite primaire et des branches orthogonales appelées bras de dendrite secondaires. Généralement, les paramètres importants contrôlant les sous structures cellulaires ou dendritiques dans les soudures sont :

le coefficient de partage à l'équilibre K qui indique le potentiel de ségrégation d'un alliage est :

$$\mathbf{K} = \frac{\mathbf{C}_{\mathrm{s}}^{*}}{\mathbf{C}_{\mathrm{L}}^{*}} \tag{I.3}$$

 C_s^* : Concentration du soluté à l'interface solide-liquide.

>

 C_L^* : Concentration du liquide à l'interface solide-liquide.

- la composition de l'alliage elle-même (Co).
- le gradient de température (G) dans le liquide à l'interface (en °C/mm).
- la vitesse de croissance ou vitesse d'avance du front de solidification à l'interface (R) (en mm/s).
- dT /t = G.R (en °C/s) (I.4)

Qu'elle soit planaire, cellulaire ou dendritique, la sous structure qui se produit au refroidissement est déterminée par G et R qui contrôlent la quantité de surfusion constitutionnelle. La zone de surfusion constitutionnelle est la région du liquide où la température réelle est inférieure à la température d'équilibre à cause des variations de compositions et des gradients thermiques. Si une soudure est réalisée à vitesse constante, la vitesse d'avance du front de solidification R est fixe (figure I.6).



Figure I.6 : *Effet du gradient de température sur le mode de solidification des soudures pour une vitesse constante [5].*

En induisant un gradient de température extrêmement élevé (pente importante) il n'y a pas de surfusion constitutionnelle et la structure de solidification est plane. Quand le gradient décroît légèrement, les protubérances du métal solide à l'interface croissent plus vite que l'interface plate restante car le solide croît dans une zone de liquide en surfusion. De ce fait les excroissances solides sont présentes à une température en dessous du liquidus de l'alliage. Il en résulte une sous structure cellulaire dans chaque grain à croissance épitaxique.

Si la valeur du gradient de température décroît encore, la zone de surfusion est si importante que des bras secondaires se forment et une croissance dendritique cellulaire ou dendritique colonnaire est observée. Dans une sous structure dendritique cellulaire chaque grain contient plusieurs dendrites cellulaires alors que dans une structure dendritique colonnaire, un grain est occupé par une seule dendrite.

Le plus haut degré de ségrégation se produit lors d'une solidification dendritique alors qu'aucune ségrégation mesurable ne se produit lors d'une croissance plane. Un haut pourcentage d'éléments d'alliages associé à des coefficients de partage à l'équilibre différents de l'unité favorisera donc une sous structure dendritique.

I.5.2.2 Effet de la vitesse de refroidissement

L'effet cumulé de G et de R gouverne le mode de croissance et donc la forme de la sous structure de solidification. Le produit (G x R) est équivalent à une vitesse de refroidissement exprimé en °C/s et par conséquent plus (G x R) sera important et plus les structures cellulaires, dendritiques colonnaires ou même dendritiques équiaxes seront fines. L'espacement entre les bras des dendrites est aussi influencé par la vitesse de refroidissement, une faible vitesse favorisant un espacement plus grand et donc un effet de grossissement de la sous structure. L'effet du gradient de température G et de la vitesse de solidification R sur la morphologie de la sous structure sont résumés dans le schéma suivant (figure I.7).



Solidification growth rate R

Figure I.7 : Schéma du gradient de température en fonction de la vitesse de croissance montrant les modes de solidification possibles [5].

En pratique, les sous structures cellulaires et dendritiques cellulaires sont les plus fréquemment observés dans les structures de soudage. De plus, il est très difficile de contrôler G et R indépendamment lors du processus de soudage car en règle générale une vitesse de soudage importante, et donc une vitesse d'avance de l'interface R grande, produira un gradient thermique élevé. De ce fait la sous-structure de solidification d'un alliage donné dépendra des concentrations en soluté, du degré de partage, à l'équilibre des éléments d'alliage et des paramètres de soudage [3].

I.6 Principaux défauts des soudures

Une définition possible de ce qu'on entend par défaut pourrait être «Accident géométrique autre que ceux inhérents aux cordons de soudure proprement dits ».

On rencontre donc, entrant dans cette définition, toutes les entailles inhabituelles présentées par le cordon de soudure et son voisinage immédiat. On citera, en se référant par exemple à la classification suivante :

- les fissures.
- les cavités.
- les inclusions solides.
- les manques de fusion et de pénétration.
- les défauts de forme.
- les autres défauts.

Donnons rapidement quelques précisions.

Les fissures sont des ruptures qui sont provoqués en générale au cours du refroidissement, par des contraintes exercées sur les structures au cours de solidification ou de refroidissement, éventuellement fragilisées, notamment par la présence d'hydrogène [11].



Figure I.8 : Fissuration du joint de liaison.



Figure I.9 : Fissuration à froid [11].

L'orientation de la localisation des fissures dépend de leur origine. Elles entrent toute fois, d'une manière systématique dans la famille des défauts plans c'est-à-dire des défauts dont l'une des dimensions est très petite devant les deux autres et dont le pourtour constitue, par conséquent, une entaille particulièrement aigue. Les cavités, appartiennent à la famille des défauts volumiques et peuvent résulter de mécanismes différents. On distinguera :

- Les retassures : suite à un retrait du métal lors de son refroidissement, l'espace vide formé apparaît visuellement à la surface du cordon, ainsi qu'à l'intérieur du cordon.
- Les soufflures formées par des gaz emprisonné lors de la solidification, qui se présentent sous la forme des bulles.
- Les inclusions solides constituées de particules de laitier ou d'oxydes.
- Les manques de fusion ou collages résultent d'une absence de liaison entre le métal fondu et le métal de base tandis que les manques de pénétration représentent l'absence de fusion des bords à souder lors de la première passe. Ces défauts sont également des défauts plans.

Les défauts de forme sont particulièrement nombreux et on citera, sans y insister :

- Les surépaisseurs excessives et les effondrements
- Les défauts d'alignement
- Les caniveaux.

Enfin, on rencontre d'autres défauts tels que les coups de meule, les morsures d'arc les coups de burin,...etc. dont l'acuité est variable [12, 13,14].

I.6.1 Remèdes de la fissuration

Plusieurs solutions peuvent être envisagées pour atténuer et dans beaucoup de cas pour supprimer la fissuration des soudures :

- > Energie de soudage assez élevée afin de ralentir le refroidissement.
- Le contrôle de la température entre passes toujours dans l'objectif de limiter le refroidissement dans le temps. Il est nécessaire de limiter les contraintes internes et externes en limitant des bridages abusifs et en choisissant judicieusement les séquences de soudage.
- Elimination de toutes les sources d'hydrogène : calamine, rouille, graisse, peinture, humidité sur les pièces et surtout présence d'humidité dans les enrobages (emploi des électrodes à basses teneur en hydrogène comme certaines électrodes basiques).

I.7 Méthodes et critères de validation des paramètres d'assemblages

I.7.1 Contrôle surfacique

I.7.1.1 Contrôles visuels

Les cordons de soudure issus du procédé TIG, présentent un aspect argenté brillant qui est synonyme d'une absence de contamination.

I.7.1.2 Ressuage fluorescent

Le contrôle par ressuage est la technique de contrôle non destructif (CND) la plus utilisée, pour détecter les défauts débouchant en surface tels que : les criques, les retassures, ...etc. Ces défauts sont les plus courants et les plus dangereux. Le principe du contrôle consiste à amplifier artificiellement le phénomène synonyme de la présence du défaut. La surface à contrôler est d'abord nettoyée et séchée puis recouverte d'un pénétrant liquide qui contient des traceurs fluorescents, ce dernier est étalé parfaitement sur la surface, et pénétrant dans les moindres discontinuités. L'excès de pénétrant est éliminé par l'application d'un émulsifiant, puis la surface est séchée dans une étuve. Un révélateur est appliqué par la suite sur la surface sous forme de nuage de poudre micronisée qui fait ressuer le pénétrant hors des discontinuités. L'examen des indications est effectué dans une chambre noire en utilisant un éclairage ultraviolet pour détecter l'émission fluorescente qui provient des défauts éventuels. Elles apparaissent en couleur jaune verte sous fond bleu.

I.7.2 Contrôle en volume

I.7.2.1 Radiographie X

Le contrôle par radiographie de rayons X permet de détecter des :

- hétérogénéités (forte ségrégation chimique ou les inclusions),
- défauts de continuité (défauts volumiques (soufflures, porosités, retassures, cavités, etc.),
- défauts bidimensionnels (manque de liaison dans le cas des soudures).

Le cordon de soudure est irradié par des rayons X produits par un tube à émission, les interactions rayonnement avec la matière provoquent des différences d'absorption du rayonnement selon les hétérogénéités présentes. Les zones sans hétérogénéités traversées par le rayonnement, sont visées en clair par contre les défauts présentent des zones sombres. Généralement les assemblages réalisés par TIG, ne contiennent pas de défauts volumiques, et les soudures présentent des anomalies au cours du contrôle, seront remplacées par des soudures conformes [15].

Chapitre II Les aciers inoxydables

Introduction

Les aciers inoxydables, couramment appelés inox, jouent un grand rôle dans d'innombrables domaines : vie quotidienne, industrie mécanique, agroalimentaire, chimie, transports, médecine, chirurgie, etc. Ce sont des aciers, alliages de fer et de carbone, auxquels on ajoute essentiellement du chrome qui, au-delà de 10,5 % en solution (selon la teneur en carbone) dans la matrice, provoque la formation d'une couche protectrice d'oxyde de chrome qui confère à ces aciers leur inoxydabilité.

D'autres éléments sont ajoutés, notamment le nickel qui améliore les propriétés mécaniques en général et la ductilité en particulier, le molybdène ou le titane améliorent la stabilité de l'alliage pour des températures autres que l'ambiante ainsi que des éléments à hauts points de fusion comme le vanadium et le tungstène accompagné en général d'une augmentation de la teneur en chrome, pour obtenir la résistance aux hautes températures au contact d'une flamme (aciers réfractaires).

II.1 Caractéristiques mécaniques et chimiques

Par rapport à leurs possibles substituts, les aciers inoxydables restent difficilement remplaçables au regard de leurs caractéristiques mécaniques élevées : résistance aux efforts, dureté et résistance aux chocs. Aucun des autres matériaux énumérés plus haut ne cumule toutes ces propriétés.

L'élément d'alliage auquel les aciers inoxydables doivent leur résistance à la corrosion est le chrome. Contrairement à ce que l'on croit généralement, ce métal est très réactif du point de vue chimique et il est en particulier très oxydable, mais son oxyde forme une véritable peau à la fois transparente et protectrice. Allié au fer et au nickel, il provoque la formation d'un composé oxydé capable de ralentir ou même d'arrêter totalement la corrosion.

Le chrome et le nickel s'oxydent ainsi :

$$4 \operatorname{Cr} + 3 \operatorname{O}_2 \rightarrow 2 \operatorname{Cr}_2 \operatorname{O}_3$$
$$2 \operatorname{Ni} + \operatorname{O}_2 \rightarrow 2 \operatorname{NiO}$$

Les propriétés de résistance de ces alliages ont été découvertes en 1913 lorsque l'on s'aperçut que des échantillons polis en vue d'examens de laboratoire ne subissaient pas d'oxydation. En fait :

- les aciers inoxydables ne peuvent être corrodés à froid qu'en présence d'humidité. C'est ainsi qu'ils résistent au chlore, gaz pourtant très corrosif.
- L'action des solutions aqueuses est telle que la corrosion électrochimique prend le pas sur la corrosion chimique directe ; la bonne tenue du matériau dépend des potentiels électrochimiques en surface et de leur répartition.
- Les aciers inoxydables se comportent de manière active lorsqu'ils viennent d'être usinés, décapés ou polis et de manière passive lorsque les attaques extérieures ont permis de former le film qui les protège.
- Une bonne utilisation des aciers inoxydables nécessite donc un métal d'une très grande homogénéité pour éviter des corrosions locales et un passage de l'état actif à l'état passif en tous les points de la surface exposée [16].

II.2 Diagrammes de phases

Les aciers sont composés de plusieurs éléments dont chacun joue un rôle sur leurs structures et leurs propriétés. Etant donné le nombre important d'éléments qui interviennent dans la composition des aciers, il n'est pas possible d'établir des diagrammes de phases. Toutefois, il est utile de connaître les diagrammes de phases binaires entre le fer et les autres éléments.

II.2.1 Phases de référence

Avant d'examiner les différents diagrammes d'équilibre, il est nécessaire de rappeler les variétés allotropiques du fer pur [17], schématisées sur la Figure II.1. Il possède trois variétés de structure cristalline entre 0° et la température de fusion. Entre l'ambiante et 910°C, le fer a une structure cubique centrée, c'est le fer α . A partir de 910 °C, il se transforme en fer γ dont la structure est cubique à faces centrées et une nouvelle transformation intervient à 1400 °C jusqu'à 1538°C pour donner le fer δ dont la structure est cubique centrée.



Figure II.1 : Variétés allotropiques du fer pur.

II.2.2 Diagramme Fe-Cr

Les éléments d'alliage, et leurs proportions, peuvent modifier le diagramme d'équilibre Fer-carbone. Certains éléments, comme le chrome, tendent à favoriser la cristallisation en phase α , ils sont dits « alphagènes ». Comme le montre le diagramme fer - chrome (figure II.2) sur lequel le domaine α est très étendu. Le domaine γ est donc réduit à une zone fermée appelée « boucle γ ».



Figure II.2 : Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome, d'après Bain et Aborn [17].

On peut délimiter deux régions de teneur en chrome :

- > %Cr <13 : ces alliages ont la possibilité d'être austénitisés totalement ou partiellement et peuvent donc subir la transformation γ→α par refroidissement lent ou rapide.
- %Cr >13 : ces alliages toujours ferritiques, ne peuvent pas subir de durcissement par trempe martensitique.

Pour des températures en dessous de 820°C, et pour des teneurs suffisantes en Cr, il y a possibilité d'apparition d'une phase intermédiaire dite phase σ fragilisante [22].

Une dernière transformation peut se produire entre 400 et 550 °C (figure II.3). Il s'agit d'une démixtion vers 475 °C de la phase α (une solution solide de substitution) en deux phases ferritiques dont l'une à teneur plus élevée en chrome est connue sous le terme de phase α qui se présente sous la forme de très fins précipités dans la matrice α .



Figure II.3: Système Fe Cr [18].

Ce mécanisme est analogue à un phénomène de durcissement structural mais il peut entraîner une fragilisation de l'alliage [17].



Figure II.4 : Diagramme d'équilibre fer-crhome à des températures inférieures à 850 °C, d'après Williams [17].

II.2.3 Système Fe-Cr-Ni

II.2.3.1 Diagramme Fe-Ni

Le diagramme Fe-Ni (figure II.5) montre que le domaine d'existence de la phase γ augmente avec la teneur en nickel. Le nickel est donc un élément gammagène de structure cubique à faces centrées, il favorise la phase austénitique pour des raisons d'isomorphisme.



Figure II.5: Diagramme Fe-Ni [20].

II.2.3.2 Diagramme Fe-Cr-Ni

L'addition du nickel conduit à augmenter la boucle γ des alliages fer-chrome. La phase γ du système Fe-Cr est présente avec une large extension en composition et en température et participe à des équilibres bi et triphasés.

La figure II.6 qui est une coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni montre clairement le déplacement de la boucle γ vers les teneurs élevées en chrome lorsqu'on augmente la teneuren nickel [17].



Figure II.6: Coupes du diagramme de phases ternaire Fe-Cr-Ni [17].

II.2.3.3 Section isotherme du diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni

La figure II.7 qui représente une section isotherme à 1000°C du diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni, montre que l'augmentation de la teneur en chrome (équivalent) d'un acier inoxydable austénitique (point a) fait apparaître une certaine proportion de la ferrite F (point b). L'augmentation de la teneur en nickel (équivalent) restitue ensuite la structure entièrement austénitique (point c).



Figure II.7: Section à 1000°C du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni.

II.2.4 Le système Fr-C-Cr

Le carbone agit par son caractère nettement gammagène, et rentre ainsi avec le chrome, élément pseudo-binaire des ternaires Fr-C-Cr (figure II.8). Il a également une action stabilisatrice sur l'austénite formée à haute température [19].



Figure II.8: Coupes du diagramme ternaire Fe-C-Cr [19].

II.3 Classification des aciers inoxydables

II.3.1 Les aciers inoxydables ferritiques

La proportion de chrome dans ces alliages varie de 11 à 17 % et peut atteindre jusqu'à 24 à 28 %. On parle alors d'acier ferritique (Fig. II.9) à haute teneur en chrome, ou encore d'aciers superferritiques. Ces derniers présentent une bonne résistance à la corrosion par piqûres et par crevasses en milieux riches en chlorures [21].



Figure II.9 : Structure d'un acier inoxydable ferritique [22].
II.3.2 Aciers inoxydables martensitiques

Les aciers inoxydables martensitiques sont connus depuis plus de 50 ans. Ils comprennent en général de 12 à 18% de Cr et des teneurs en carbone pouvant atteindre 1%. De nombreux éléments d'alliages (Ni, Mo, Si, Ti, Nb...) permettent une large gamme de propriétés et conduisent à des applications aussi variées que la construction mécanique, l'outillage, la coutellerie. Les aciers inoxydables martensitiques allient une bonne résistance à la corrosion (due au chrome) et des caractéristiques mécaniques élevées. Ceci s'explique par

La structure martensitique obtenue par refroidissement rapide de l'austénite (Fig II.10) [23].



Figure II.10: Structure d'un acier inoxydable martensitique [22].

II.3.3 Aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex)

Les propriétés des aciers austéno-ferritiques sont dues, pour la plupart, à la structure biphasée de l'alliage. Ils combinent favorablement les propriétés mécaniques et de corrosion des aciers austénitiques et ferritiques. Ils contiennent à la base du fer et du carbone avec des additions de Chrome et de Nickel dont les quantités sont déterminées pour obtenir un taux de ferrite situé aux environs de 50%. Les teneurs d'éléments d'addition sont : Cr (22 à 27%), Ni (4 à 8%). [24], Les alliages bi-phasés (50 alpha et 50 gamma), dits austénoferritiques (Fig II.10), ont une qualité essentielle: leur résistance à la corrosion intergranulaire [23].



Figure II.11: La Structure d'un acier inoxydable duplex [35].

II.3.4 Aciers inoxydables austénitiques

II.3.4.1 Généralités

Les aciers inoxydables austénitiques représentent le plus grand groupe d'aciers inoxydables, en termes de nombre de nuances. Ils ont une bonne résistance à la corrosion dans la plupart des environnements ainsi que de bonnes propriétés mécaniques à haute température.

Les aciers inoxydables austénitiques contiennent suffisamment de chrome pour leur conférer un caractère inoxydable, et suffisamment d'éléments gammagène, comme le nickel, pour leur conférer une structure cubique à faces centrées. Les aciers inoxydables de cette famille contiennent généralement entre 0,02 et 0,1 % de carbone, 17 à 20 % de chrome, 7 à 25 % de nickel et 2 à 5 % de molybdène.

Les aciers inoxydables austénitiques présentent généralement une bonne ductilité et une ténacité élevée ainsi qu'un allongement à la rupture significatif. Leur coût est plus élevé que celui des aciers inoxydables martensitique et ferritique, ceci en raison de la teneur élevée en éléments d'addition.

Parmi les nuances d'aciers inoxydables austénitiques, on trouve les aciers inoxydables super austénitiques. La différence avec les autres réside dans la teneur en chrome et nickel dont les pourcentages sont compris entre 20% et 30% pour le super austénitique. L'ajout de molybdène avec des teneurs de 2% améliore la résistance à la corrosion par piqûres et l'ajout d'azote permet de former des précipités de nitrure de chrome Cr_2N transgranulaire qui n'affectent pas la résistance à la corrosion intergranulaire. Plusieurs études se sont intéressées à la caractérisation microstructurale des aciers inoxydables austénitiques. Ces derniers ont une microstructure constituée de grains austénitiques avec la présence de joints de macles et un certain pourcentage de ferrite résiduelle dont la proportion dépend de la composition chimique de chaque acier.

Les aciers inoxydables austénitiques sont adaptés au soudage, ce qui permet de les utiliser fréquemment dans les constructions chaudronnées. Ces aciers gardent leurs structures métallurgique à toute température, d'où l'inutilité de préchauffage, de traitement thermique ou de précaution de refroidissement lors de l'opération de soudage.



Figure II.12: *Microstructure de différentes nuances d'aciers inoxydables ; a) R20-12, b) 304L, c)* SASS type 1.4563

II.3.4.2 Soudure des aciers inoxydables austénitiques

La microstructure, à température ambiante, du métal fondu dans les soudures des aciers inoxydables austénitiques dépend à la fois des paramètres de solidification et des transformations à l'état solide. Les aciers inoxydables austénitiques peuvent se solidifier sous forme de ferrite primaire ou austénite primaire, en fonction de la composition chimique du métal d'apport. Quatre types de solidification peuvent intervenir dans les soudures des aciers inoxydables austénitiques :

Type A: le bain fondu se solidifie en austénite primaire. Aucune transformation en ferrite n'apparait dans ce type de solidification. Un exemple de solidification de type A est présenté sur la Figure II.13 montrant une microstructure dendritique. Cette microstructure est spécifique de la solidification en austénite primaire en raison de la ségrégation des éléments d'addition et des impuretés connus par leur faible diffusivité

à température élevée. Ce type de solidification est fréquemment remarqué dans les soudures des aciers super austénitiques.

- Type AF: un pourcentage de ferrite apparait après la solidification en austénite primaire via la transformation eutectique
- Type FA: le bain fondu se solidifie en ferrite primaire puis une transformation de quelques grains austénitiques apparait à la fin de la solidification.



Figure II.13: Solidification type A.

Type F: le bain fondu se solidifie entièrement en ferrite. Aucune transformation en austénite n'apparait dans ce type de solidification. Ce type de solidification est le moins courant dans les aciers inoxydables austénitiques.

Les soudures des aciers inoxydables austénitiques possèdent donc, après refroidissement du bain fondu, une structure austénitique, dans laquelle on peut trouver une certaine teneur en ferrite. Cette teneur en ferrite dépend essentiellement de la composition chimique du métal d'apport, et surtout en élément alphagènes et gammagènes.

II.3.4.3 Traitements thermiques des aciers inoxydables

Tous les types de traitements sur les aciers inoxydables assurant une bonne résistance à la corrosion ont pour but de rendre la répartition en chrome du métal la plus homogène possible en évitant toute précipitation de phases riches en chrome. Nous présentons dans le tableau II.1 les principaux types de traitements thermiques pour les aciers inoxydables. D'autre part, il est possible par un traitement thermique adapté d'acquérir des caractéristiques mécaniques ou une dureté non négligeables. En général, les traitements thermiques pratiqués ont des conséquences sur les propriétés suivantes : la résistance à la corrosion, les propriétés mécaniques (résistance, ductilité, fragilité), l'état de surface (oxydation superficielle), et sur la stabilité dimensionnelle [25].

Traitement thermique	Objectifs	Processus métallurgiques mise
_		en œuvre
Homogénéisation	Diminuer l'ampleur des	Maintien à haute température
_	ségrégations.	(diffusion des éléments
	-Obtenir une phase homogène	ségrégés, dissolution de
		précipités ou de phases
		intermétalliques).
Durcissement	Augmenter les	-Austénitisation puis
	caractéristiques mécaniques.	transformation martensitique.
		-Durcissement secondaire par
		précipitation.
Adoucissement	-Augmenter la ductilité.	-Elimination des dislocations
	-Diminuer la fragilité.	par restauration ou
		recristallisation.
		Coalescence et globularisation
		des précipités.
		-Grossissement de grain.
		-transformations de phase.
Détente	Eliminer une partie des	-Par abaissement de la limite
	contraintes résiduelles	d'élasticité avec la température.
		-Par relaxation des contraintes
		(fluage).
Traitement superficiels	Augmenter la dureté en	Apport d'interstitiels.
	surface.	
Désensibilisation	Supprimer la sensibilité à la	Homogénéisation de la teneur
	corrosion intergranulaire due	en chrome autour de carbures
	aux carbures de chrome.	(diffusion).

II.3.4.4 Composition chimique des éléments de fixation des aciers inoxydables

Désignés de A1 à A5 les nuances pour les applications qui présentent un risque de corrosion inter granulaire, les aciers inoxydables stabilisés A3 et A5 ou les aciers inoxydables A2 et A4 avec une teneur en carbone n'excédant pas 0.03% sont utilisés. Tableaux II.2. Références des aciers inoxydables [26].

Nuance	Composition chimique % (m/m)								
Austénite	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Мо	Ni	Cu
A1	0.12	1	6.5	0.2	0.15 à 0.35	16 à 19	0.7	5 à 10	1.7 à 2.25
A2	0.1	1	2	0.05	0.03	15 à 20	(5)	8 à 19	4
A3	0.08	1	2	0.045	0.03	17 à 19	(5)	9 à 12	1
A4	0.08	1	2	0.045	0.03	16 à 18.5	2 à 3	10 à 15	1
A5	0.08	1	2	0.045	0.03	16 à 18.5	2 à 3	10.5 à 14	1

Tableau II.2 : Nuances des a	ciers inoxydables	austénitiques.
------------------------------	-------------------	----------------

II.3.4.5 Nuances des aciers inoxydables

Tableau II.3 Principales nuances utilisées pour la fabrication des éléments de fixation en aciers inoxydables austénitiques

Nuances	Française	Allemande	USA AISI
A2	Z7CN18.09	X5CrNi18-10	304
	Z2CNU18.10	X2CrNi19-11	304L
	Z4CN18.12	X2CrNi18-09	304L
A4	Z2CND17.12	X2CrNiMo 17-12-2	316L
	Z6CND17.11	X5CrNiMo17-12-2	316
	Z4CNUD17.11	X6CrNiMoTi17-12-2	316Ti
	Z7CND17.12.02	X2CrNiMo18-14-3	316L
	Z6CNDT17.12	X3CrNiMo17-13-3	316

Tableau II.3 : Désignation des aciers inoxydables A2 et A4.

II.4 Travaux de recherche sur le soudage des aciers inoxydable austénitiques

Les travaux antérieurs sur le soudage de l'acier inox 304L sont très limités [27-30]. Ils ont consacré leurs études sur la microstructure et la résistance à la corrosion du matériau soudé. Par conséquent, il n'y'avait pas une étude de texture du joint soudé.

Chapitre III Texture cristallographique

Introduction

Un matériau polycristallin présente une texture cristalline lorsque ses grains n'ont pas une orientation cristallographique parfaitement aléatoire. Les matériaux présentent une anisotropie cristallographique ou texture lorsque les grains possèdent une ou plusieurs orientations préférentielles (Fig III.1). Cette texture est obtenue après un traitement thermique ou une déformation mécanique, lors de processus thermomécaniques. La solidification, la déformation, la recristallisation et/ou les transformations de phases sont des processus orientés et sont à l'origine de la création et de l'évolution des textures.



Figure III.1 : Distribution d'orientations cristallographiques de grains dans une structure : (a) isotrope, (b) texture [31]

III.1 Orientation des grains

La caractérisation d'un grain dans un polycristal nécessite six paramètres : trois paramètres de position et trois paramètres d'orientation. Une répartition homogène des grains sur l'ensemble de l'échantillon et un nombre de grains suffisamment élevé (\geq 103 grains) permettent de considérer uniquement les trois paramètres d'orientation. De façon générale, ces deux hypothèses gouvernent l'utilisation des techniques de diffraction.

Pour déterminer l'orientation d'un grain, on définit :

- un référentiel lié à l'échantillon, généralement décrit par la direction de laminage (DL), la direction transverse (DT) et la direction normale au plan de laminage (DN),

- un référentiel lié au cristal, caractérisé à partir des vecteurs de base du réseau cristallin.

Les trois paramètres d'orientation permettent de caractériser le référentiel lié à l'échantillon et celui lié au cristal, l'un par rapport à l'autre.

Dans l'étude des textures, l'orientation g d'un grain est définie par rapport à l'échantillon, elle correspond au passage du référentiel cristal au référentiel échantillon. Il existe différentes manières pour représenter une orientation [32] :

- une direction cristallographique et les trois angles que fait cette direction avec le référentiel échantillon (Fig III.2a).
- le doublet (hkl)[uvw], respectivement la normale au plan de laminage et la direction de laminage, utilisé pour la caractérisation descriptive classique des textures (Fig III. 2b).
- les trois angles d'Euler (figure III.3) :
 - φ_1 : l'angle de rotation autour de l'axe oz.
 - ϕ : l'angle de rotation autour de l'axe ox'.
 - φ_2 : l'angles de rotation autour de l'axe oz'.

La dernière méthode est la plus utilisée pour définir une orientation $g = (\phi_1, \phi, \phi_2)$ dans l'étude quantitative des textures. C'est la triple rotation définie dans l'espace d'Euler, dans le formalisme de Bunge [33]



Figure III.2 : Représentations d'une orientation cristallographique [32].



Figure III.3: Définition des trois angles d'Euler dans le formalisme de Bunge [34].

III.2 Représentation des textures (Indices de Miller, Figures de pôles directes et inverses)

III.2.1 Indices de Miller

Les métallurgistes ont introduit la notion d'orientation cristalline, afin de décrire l'orientation d'un grain dans une tôle polycristalline laminée. C'est pourquoi le repère échantillon (DL, DT, DN) (Direction de Laminage, Direction Transverse, Direction Normale au plan de laminage (DL, DT)) est couramment utilisé. Cependant, tout autre repère échantillon peut être employé à condition d'être parfaitement défini, par exemple, en géologie, on parlera de direction de linéation et de plan de foliation.

Ainsi, en métallurgie, une orientation {hkl}<uvw> est repérée dans la tôle par le plan cristallographique {hkl} parallèle au plan du laminage et la direction cristallographique

<uvw> parallèle à la direction de laminage. Dans le cas de barres ou de fils, on parle de texture de fibre <hkl>, où <hkl> est la direction parallèle à l'axe d'extrusion ou de tréfilage.

La matrice de rotation g, qui permet de passer du repère cristal au repère échantillon, est définie de la manière suivante, où il est important de noter que la direction <uvw> et le plan {hkl} apparaissent respectivement dans la première et la troisième colonne de la matrice g :

$$g = \begin{pmatrix} \frac{u}{n} & \frac{kw - lv}{mn} & \frac{h}{m} \\ \frac{v}{n} & \frac{lu - hw}{mn} & \frac{k}{m} \\ \frac{w}{n} & \frac{hv - ku}{mn} & \frac{l}{m} \end{pmatrix} \quad \text{avec} \quad m = \sqrt{\left(h^2 + k^2 + l^2\right)} \quad \text{et} \quad n = \sqrt{\left(u^2 + v^2 + w^2\right)} \quad \text{(III.1)}$$

Notons que dans le cas d'une structure hexagonale, la notation à 4 indices ({hkil}<uvtw>) est souvent utilisée afin de mieux distinguer les familles de plans et la symétrie hexagonale [35].

III.2.2 Figures de pôles directes et inverses

La première représentation des textures est généralement graphique, la caractérisation de la texture des matériaux est décrite qualitativement à partir des figures de pôles expérimentales. Il existe deux types de figures de pôles, directes et inverses. Les figures de pôles directes sont très utilisées pour décrire les textures cristallographiques. Considérons un cristal de structure cubique possédant une orientation donnée (figure III.4). La normale aux plans {001} de ce cristal « perce » la sphère des pôles en des points caractéristiques, dont la position est fonction de l'orientation du cristal dans le repère échantillon (DL, DT, DN). On peut alors utiliser le pôle sud comme pôle de projection de ces points sur le plan équatorial (points A, B et C). On vient ainsi de réaliser la projection stéréographique des trois pôles {100}, c'est la figure de pôles {100} du cristal considéré, c'est-à-dire la projection stéréographique du référentiel cristal dans le référentiel échantillon. La figure de pôles directe d'un échantillon polycristallin est donc la projection stéréographique sur le plan de l'échantillon, de la distribution de la densité de pôles d'une famille de plans {hkl} dans toutes les directions de l'échantillon.



Figure III.4 : Construction d'une figure de pôles {100}.

Si on se place dans le cas particulier d'une orientation (001)[100], c'est-à-dire [001]//DN et [100]//DL, la figure de pôles {100} correspondante est celle décrite sur la figure III.2.



Figure III.5: Construction d'une figure de pôles {100} correspondant à une orientation cube (001)[100].

Partant de cette figure de pôles {100} (figure III.6a) et connaissant les angles entre ces plans et les autres plans {110}, {111}, ..., il est possible de tracer la projection stéréographique {100} (figure III.6c), notamment en s'aidant du réseau de Wulf, qui correspond à la projection stéréographique de la sphère de référence sur laquelle on a tracé des méridiens et des parallèles (figure III.6b). Cette projection permet de mettre en évidence les pôles {110} et {111} et donc les figures de pôles correspondantes (figures III.6d et III.6e).



Figure III.6 : (a) Figure de pôles {001} correspondant à l'orientation {001}<100>. (b) Construction à l'aide du réseau de Wulf, de (c) la projection stéréographique standard {001}. Figures de pôles (d) {110} et (e) {111} correspondant à une orientation {001}<100>.

Selon le même principe, une orientation {111}<110> présente un pôle {111} au centre de la figure de pôles {111} (<111>//DN) et un pôle {110} selon la direction DL de la figure de pôles {110}. Par rapport à la projection standard {001} tracée précédemment (figure III.6c), cela revient à effectuer deux rotations permettant d'une part de placer un pôle {111} au centre de la projection et d'autre part de placer un pôle {110} selon DL (figure III.7a). La position des différents pôles permet alors de tracer facilement les figures de pôles {100}, {110} et {111} (figures III.7b, 7c et 7d) correspondant à l'orientation idéale {111}<



Figure III.7 : (a) Projection standard {111}. Figures de pôles (b) {001}, (c) {110} et (d) {111} correspondant à l'orientation {111}<110>. Les pôles blancs ont été ajoutés pour décrire une texture orthotrope (symétrie des figures de pôles par rapport aux trois axes DL, DT et DN).

Certains procédés de mise en forme tels que l'extrusion entraînent le développement d'une texture particulière nommée texture de fibre. Ainsi, il est possible d'obtenir par exemple une structure de grains possédant le même plan. Si ce plan est un plan {111}, une telle texture de fibre est notée {111}<uvv>. Remarquons qu'un autre traitement particulier pourrait conduire à une fibre du type {hkl}<111>.

Dans la projection standard {111} (figure 8a), la texture de fibre {111}<uvw> se traduit par un pôle au centre (<111>//DN) et un cercle en périphérie (toutes les directions cristallographiques, situées à 90° de <111>, se trouvent parallèles à DL, avec la même probabilité).

Il est également intéressant de tracer cette texture de fibre sur la projection standard $\{001\}$ (figure III.8b). On peut placer l'axe DN sur un pôle $\{111\}$ et l'axe DL décrit alors un arc de cercle (à 90° de DN) sur lequel on trouve plusieurs fois les mêmes orientations (orientations équivalentes par permutation des indices ou des signes) $\{011\}$ (\bigcirc) et $\{112\}$. On peut noter que cet arc de cercle entre $\{011\}$ et $\{112\}$ se trouve également à l'intérieur du triangle standard 001-011-111 (figure III.8c).

On vient ainsi de définir un nouveau mode de représentation : la figure de pôles inverse (figure III.8c). Une figure de pôles inverse représente la position d'une direction de l'échantillon dans le repère du cristal. C'est sur ce triangle standard que l'on définit un code de couleurs (figure III.8d) pour tracer les cartographies d'orientations mesurées par EBSD.



Figure III.8 : Description de la composante {111}<uvw> sur les projections (a) {111} et (b) {001}. (c) Description de la fibre {111}<uvw> sur le triangle standard. (d) Code de couleurs définit sur le triangle standard.

Notons que la représentation d'un ensemble d'orientations à l'aide de figures de pôles est ambiguë puisqu'à un point de la figure de pôles correspond une infinité d'orientations qui se déduisent les unes des autres par une rotation autour du plan diffractant. Plusieurs orientations peuvent donc avoir des pôles communs. Par exemple, les orientations $\{100\}<100>$ et $\{100\}<110>$ présentent un pôle commun au centre de la figure de pôles $\{100\}$.

Ainsi, pour décrire une orientation cristallographique, il est nécessaire d'utiliser un espace d'orientations. Nous choisissons ici de décrire l'espace d'Euler, fréquemment utilisé, et dans lequel une orientation est parfaitement représentée par un triplet d'angles qui correspond aux rotations nécessaires pour passer du repère échantillon vers le repère du cristal étudié.

III.2.3 Fonction de Distribution des Orientations Cristallines (FDOC)

Une étude quantitative des propriétés physiques, notamment les propriétés mécaniques des matériaux polycristallins nécessite la caractérisation de la nature des phases existantes, des distributions des orientations de grains qui constituent chaque phase, de la nature et de la distribution des défauts. Plusieurs descriptions statistiques ont été proposées, telles que les fractions volumiques des phases, les distributions de tailles et de formes des phases et celles des cristallites qui les constituent, les distributions des orientations de grains. La fonction de distribution des orientations cristallines (FDOC) est la description qui permet une étude quantitative des textures.

Donc, caractériser la texture d'un matériau revient à déterminer la distribution de ses orientations cristallographiques. La texture est complètement décrite par une fonction mathématique appelée Fonction de Distribution des Orientations Cristallines (FDOC). Cette fonction, f(g), est définie par [36] :

$$f(g) = \frac{1}{\Delta g} * \frac{\Delta V(g)}{V}$$
(III.2)

avec g : orientation cristallographique ;

V : volume total de l'échantillon ;

 $\Delta V(g)$: volume de cristallites dont l'orientation est comprise entre g et Δg .

L'orientation g est définie par trois angles de rotation φ_1 , φ , φ_2 appelés angles d'Euler qui permettent de passer du repère lié à l'échantillon (X,Y, Z) au repère lié aux cristallites ([100],[010],[001]) (Figure III.9). Dans l'espace dit d'Euler, ces angles sont les coordonnées cartésiennes de g qui est alors représenté par un point. La fonction f(g) est quant à elle couramment représentée sous la forme de surfaces iso-densité.



Figure III.9 : Définition des angles d'Euler φ_1 *, \phi,* φ_2 *(définition dite de Bunge)*

Les FDOC sont calculées à partir de données expérimentales, les figures de pôles, obtenues par diffractométrie. La méthode de calcul employée est dite de décomposition en fonctions harmoniques sphériques.

III.3 Types de Textures

III.3.1 Textures de déformation

III.3.1.1 Textures des métaux et alliages CFC

Les composantes de laminage des métaux CFC, leurs symboles et les angles d'Euler leur correspondant dans le formalisme de Bunge sont regroupés dans le tableau III.1.

Composant, symbole	{hkl}	<uvw></uvw>	φ1(°)	$\Phi(^{\circ})$	φ 2 (°)
Copper, C	{112}	<111>	90	35	45
S	{123}	<634>	59	37	63
Goss, G	{011}	<100>	0	45	90
Brass, B	{011}	<211>	35	45	90
Dillamore, D	{4 4 11}	<11 11 8>	90	27	45
Cube	{001}	<100>	0	0	0

Tableau III.1 : Principales composantes des textures de laminage des métaux CFC [38].

III.3.1.2 Textures des métaux et alliages CC

Les textures de déformation des métaux et des alliages cubiques centrés sont plus complexes que celles des matériaux cubiques à faces centrées. Les textures de laminage du fer et des aciers à bas carbone sont fortement influencées par la composition, la technique de laminage elle-même et l'hétérogénéité microstructurale, comme par exemple la présence de bandes de cisaillement.

Cinq orientations sont généralement utilisées pour la description de cette texture : {111}<112>, {111}<123>, {001}<110>, {112}<110> et {111}<10> [37].

Le tableau III.2 représente les indices de Miller et les angles d'Euler des principales composantes des textures de laminage des matériaux cubiques centrés.

Tableau III.2 : Principales composantes des textures de laminage des métaux CC [38].

{hkl}	<uvw></uvw>	φ1(°)	$\Phi(^{\circ})$	φ 2 (°)
{001}	<110>	45	0	0
{211}	<011>	51	66	63
{111}	<011>	60	55	45
{111}	<112>	90	55	45
{11 11 8}	<4 4 11>	90	63	45
{110}	<111>	0	90	45

III.3.2 Textures de recuit

III.3.2.1 Textures de recuit des métaux et alliages CFC

Les composantes des textures de recuit des matériaux CFC, sont regroupées dans le tableau III.3.

Composant, symbole	Indice de Miller	φ1	Φ (°)	φ2(°)
		(°)		
Cube	{001}<100>	0	0	0
-	{632}<385>	79	31	33
Goss, G	{011}<100>	0	45	0
S	{123}<634>	59	37	63
Р	{011}<122>	70	45	0
Q	{013}<231>	58	18	0
R	{124}<211>	57	29	63

Tableau III.3 : Textures de recristallisation des métaux CFC [38].

III.3.2.2 Textures de recuit des métaux et alliages CC

Les grandes lignes de la formation des textures de recristallisation sont les mêmes pour tous les alliages de structure cubique centrée ; elles ont été particulièrement étudiées sur les aciers doux et les alliages fer-silicium à cause de leur importance industrielle : tôles d'emboutissage profond et tôles pour l'industrie électrique. Les textures de laminage du fer et des aciers à bas carbone consistent en deux fibres :

Textures de solidification

La solidification se fait en général par cristallisation : il y a formation de germes de phase solide au sein du liquide puis croissance de ces germes. Dans le cas où le solide formé est cristallin, la structure du lingot est en général la suivante : au centre, on observe une structure de grains équiaxes, sans orientation préférentielle ; au bord, on note une structure colonnaire : les cristaux sont allongés, perpendiculaires à la paroi froide, et il y a une orientation cristalline préférentielle qui est à l'origine d'une texture de solidification accusée. Cette structure de grains colonnaires (cristaux « basaltiques ») (ellipsoïdes) se retrouve aussi dans des brames de coulées continues [39] ou encore dans la plupart des cordons de soudure. Ainsi, la présence d'une forte texture de fibre <100> parallèle au grand axe des grains colonnaires a été confirmée pour les structures cubiques, entre autres, pour les soudures d'acier austénitique [40].

III.4 Détermination des textures

La mesure des textures peut s'effectuer selon différentes techniques, que l'on peut classer dans deux catégories : les méthodes globales et les méthodes locales (ou grain par grain).

Les méthodes globales sont :

- la diffraction des rayons X ;
- la diffraction des neutrons.

Les méthodes locales consistent en :

 la diffraction des électrons : en microscopie en transmission sur lames minces ; et par les diagrammes des électrons canalisés (ECP, SACP : Electron Channeling Pattern et Selected Area Channeling Pattern) ;

- les diagrammes de diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD : Electron Back Scattering Diffraction).
- les diagrammes de Kossel (diffraction des rayons X).

Le principe général de ces méthodes est d'arriver à déterminer les textures présentes dans le matériau et la dispersion des orientations. Les méthodes les plus utilisées sont la diffraction des rayons X et la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD).

III.5 Exemples de textures dans les joints soudés

La figure III.10 présente un exemple de texture dans un joint soudé d'un acier duplex (Contient deux phases : Austenite et Ferrite). Cette figure montre la cartographie EBSD d'orientation de l'austénite dans la ZAT, leurs figures de pôles (111), (110) et (200) et les ODF [41].



Cartographies EBSD d'orientation dans la ZAT. austénite, avec code couleur, FPI (001).



Figures de pôles (111), (110) et (200) de l'austénite dans la ZAT



ODF de l'austénite dans la ZAT

Figure III.10 : Cartographie EBSD d'orientation de l'austénite dans la ZAT, leurs figures de pôles (111), (110) et (200) et les ODF [41].

Chapitre IV Matériaux et techniques de caractérisation

Introduction

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

- 1. Identification des matériaux utilisés (métal de base et métal d'apport),
- Traitement thermique à différentes températures sur la soudure avec un maintien d'une heure,
- Caractérisations métallographiques des soudures : microscopie optique, microscopie électronique à balayage (MEB), la microanalyse chimique (EDX) et la diffraction des RX, la diffraction des électrons rétrodiffusés ou technique EBSD,
- 4. Caractérisations mécaniques des soudures (mesures de la micro dureté Vickers, essais de pliage).

IV.1 Matériaux utilisés

IV.1.1 Présentation du métal de base

Le métal de base que nous avons utilisé pour la réalisation de ce travail est un acier inoxydable austénitique de nuance A312-TP 304L. Il se présente sous forme de tube de 50.8mm de diamètre et de 3.91 mm d'épaisseur. Il nous a été fourni par la société Algérienne SONAHESS.



Figure IV. 1: Tube d'acier inoxydable 304 L.

IV.1.1.1 Composition chimique

Le tableau IV. 1 présente la composition chimique fournie par le service technique de la société SONAHESS. On doit mentionner que Les aciers inoxydables austénitiques conservent à température ambiante une structure austénitique cubique à faces centrées. Il s'agit de solutions solides de fer, généralement à grains fins, obtenues par hypertrempe. En dehors du chrome, le nickel constitue le plus important des éléments d'alliage principalement en raison de son caractère γ -gène qui permet de stabiliser la structure austénitique à température ambiante. Des éléments stabilisateurs tels que le titane et le niobium sont régulièrement ajoutés afin de piéger le carbone et l'azote [42].

Tableau IV. 1: Composition chimique du métal de base.

Eléme	ents	Fe	С	Mn	Si	Р	S	Ni	Cr
Mass %	Min	Base	-	-	-	-	-	8.00	18.00
101235 70	Max	Base	0.35	2.00	1.00	0.045	0.030	13.00	20.00

IV.1.1. 2 Caractéristiques mécaniques

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

Propriétés	Critères
Résistance à la traction Rm(Mpa)	Min 515
Limite élastique Rp(0.2) (Mpa)	Min 205
Allongement A%	Min 35

Tableau IV. 2: Les caractéristiques mécaniques des matériaux utilisés.

IV. 1. 2 Présentation du métal d'apport

Le métal d'apport est sous forme de barres du type ER 308 L, utilisé au niveau de la société SONAHESS pour l'assemblage par soudage TIG de l'évaporateur et du tube de jonction.

IV. 1. 2. 1 Composition chimique

La composition chimique du métal d'apport est fournie par le service technique de la société SONAHESS, elle est présentée dans le tableau IV.3.

Tableau IV. 3: Composition chimique du métal d'apport (SONAHESS).

Eléments	Fe	С	Mn	Si	Р	S	Ni	Cr
Mass %	Base	0.03	0.7	0.86	0.023	0.010	9.8	19.5

IV. 1. 2. 2 Caractéristiques électriques et techniques

Les principaux paramètres de soudage sont rassemblés dans le tableau IV.4.

P	asses	Pénétration	chaude	bourrage	Finition	
Pı	rocédé	TIG	TIG	TIG	TIG	
Position de	Chanfrein	Toutes positions	Toutes positions	Toutes positions	Toutes positions	
soudage	Angle	Toutes positions	Toutes positions	Toutes positions	Toutes positions	
Direction d	u soudage	Montante	Montante	Montante	Montante	
Métal	Classification	ER 308 L	ER 308 L	ER 308 L	ER 308 L	
d'apport	Diamètre (mm)	2 - 2.4	2 - 2.4	2 - 2.4	2 - 2.4	
Courant & Polarité		DC (-)	DC (-)	DC (-)	DC (-)	
Gamme d'intensités (A)		80 - 110	80 - 160	80 - 160	80 - 160	
Gamme de	tension (V)	10 - 16	11 - 20	11 - 20	11 - 20	
Gamme de (cm/min)	Vitesse	4 - 7	4 - 7	4 - 7	4 - 7	
Type de Electrode de Tungstène		WT 2.4	WT 2.4	WT 2.4	WT 2.4	
Energie Thermique Max (KJ/cm)		16.00	27.00 27.00		27.00	
Gaz		Ar 99.99 %	Ar 99.99 %	Ar 99.99 %	Ar 99.99 %	
Débit (l/mi	n)	6 - 20	6 - 20	6 - 20	6 - 20	

Tableau IV. 4: Paramètres de soudage.

V. 1.2.3 Caractéristiques mécaniques

Conformément aux certificats transmis par les fournisseurs du métal d'apport, les caractéristiques mécaniques sont indiquées dans le Tableau IV.5.

Propriétés	Critères
Résistance à la traction Rm(Mpa)	580
Limite élastique Rp(0.2) (Mpa)	430
Allongement A%	45

Tableau IV. 5: Les caractéristiques mécaniques du métal d'apport.

IV.2 Techniques expérimentales

Une étude effectuée sur un acier inox 304L soudé par le procédé TIG, dans le but d'étudier les évolutions microstructurales et la caractérisation des microstructures et des textures cristallographiques où nos joints soudés ont subi différents traitements thermiques à différentes températures.

Dans la partie expérimentale :

- ✓ Préparation des échantillons a été réalisée au sein de l'université Mohamed Khider-Biskra: traitement thermique, prise des micrographies (laboratoire de physique) et obtention des diffractogrammes des RX et des observations da la microstructure au MEB.
- ✓ Au laboratoire des Génies des Procédés Université Amar Theliji de Laghouat: des observations de la microstructure au MEB.
- ✓ A l'institut de Chimie Moléculaire et Matériaux d'orsay, Université Paris-Sud, des échantillons ont été préparés par traitement thermiques. des observations de la microstructure au MEB-FEG ont été effectuées à partir des échantillons préparés. des analyses par l'EDX ont été réalisées afin de suivre les évolutions de la composition chimique à différentes zones des échantillons traités. des microdureté sont été mesurées dans différentes zones et sur différents échantillons et nous mesurerons des cartographies d'orientations par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD).

✓ Essais de pliage au CRTI, Annaba.

IV.2.1 Préparation des échantillons

Les matériaux en étude sont des joints d'acier inox soudés par TIG non traités; c'est l'état initial et des joints d'acier inox soudés traités pendant une heure à 200 °C, 300°C, 400°C, 500°C, et1000 °C, et ensuite refroidis à l'air libre. La préparation des échantillons a été effectuée de sorte à éviter tout échauffement ou déformation du matériau, afin d'éliminer toute modification structurale. L'obtention de la surface d'observation commence par le prélèvement de l'échantillon jusqu'à l'attaque chimique.

Après une opération de découpage soigneuse (Fig IV.2) en utilisant de l'eau de robinet comme lubrifiant, nous avons préparé des échantillons de joint soudé de dimension 10 x 10 mm, dont l'épaisseur est environ de 3.91 mm.

Les faces de ces échantillons soudés ont été polies aux disques abrasifs de granulométries (grades 120, 180, 240, 320, 400, 600, 800, 1200, 2400 puis 4000) avec lubrification à l'eau et une vitesse de 250 tours / min, puis à une phase de finition au disque en feutre avec l'addition du lubrifiant et de la pâte diamantée de granulométrie 9, 6 et 1 μ m, dans le but d'obtenir des faces miroir. A la fin, les échantillons sont nettoyés à l'eau distillée et séchés.

Après polissage, les échantillons soudés sont attaqués chimiquement pour révéler les macro.et les microstructures des différentes zones.

Plusieurs essais d'attaque chimique ont été effectués sur nos échantillons polis, mais les résultats les plus satisfaisants sont obtenus en utilisant le réactif de l'eau régale:

- ✓ Acide nitrique 10 ml HNO3,
- ✓ Acide chlorhydrique 30 ml HCl.

Les échantillons sont plongés environs 60 secondes dans la solution. Des micrographies sont présentées dans le chapitre suivant.



Figure IV.2: Machine de découpe d'échantillons.

IV.2.2 Microscope optique

L'observation métallographique au microscope optique est une technique de base pour étudier les transformations structurales. Elle permet de caractériser et de suivre l'évolution structurale du joint soudé d'une zone à une autre, ainsi que pour les échantillons qui ont subit un traitement de recuit.

L'appareil utilisé est un microscope optique de marque "Olympus BX J1M", avec différents grossissements (Fig IV.3).



Figure IV. 3: Microscope optique de type (Olympus BX J1M).

IV.2.3 Diffraction des rayons X

Les analyses ont été menées à l'aide d'un dispositif de diffraction avec data bases réalisées par ICDD. Ces acquisitions ont été réalisées sur les faces longitudinale et transversale des éprouvettes de joint soudé d'acier inox pour chaque zone MB, ZAT et ZF, et les joints soudés traités thermiquement pendant une heure sur des échantillons l'une à 200 °C, 300°C, 400 °C, 500°C et 1000°C.

Dans notre étude, nous avons utilisé un diffractomètre de type BRUKER D8 ADVANCE (Fig IV.4). L'intervalle angulaire qu'il permet de mesurer s'étend de 20° à 110° sur l'échelle 20. Le rayonnement X est produit par une anticathode en cuivre dont les raies K α 1 (1.5406 A). Les paramètres d'alimentation du tube sont : V= 40 kV et I = 30 mA.



Figure IV.4 : Diffractomètre de type Bruker D8 Advance.

IV.2.4 Microscope électronique à balayage (MEB)

C'est une technique de microscopie électronique capable de visualiser des images en résolution de la surface d'un échantillon en utilisant le principe des interactions électrons / matière. Un faisceau d'électrons balai la surface de l'échantillon à analyser qui en réponse, réémet certaines particules, différents détecteurs permettent d'analyser ces particules et de reconstruire l'image de la surface, dans la pratique les microscope électronique à balayage actuels les plus conventionnels, c'est-à-dire équipés de détecteurs d'électrons secondaires permettent d'atteindre une résolution de l'ordre de 20 nm et un grossissement qui peut aller jusqu'à 300000 fois.

Nous avons utilisé un microscope électronique de type TESCAN VEGA3 lié à un micro-ordinateur pour enregistrer les images obtenues (Fig IV.5).



Figure IV.5 : Microscope électronique à balayage.

IV.2.5 Analyse EBSD (Electron Back Scattered Diffraction)

La diffraction des électrons rétrodiffusés ou technique EBSD ("Electron Back Scatter Diffraction" en anglais) permet de cartographier l'arrangement cristallin d'une microstructure. Elle est associée au microscope électronique à balayage (MEB). Le principe de l'EBSD est présenté dans la figure (IV. 6) et l'appareil utilisé est de marque "ZEISS" (figure IV. 7). La méthode consiste à faire diffracter un faisceau focalisé d'électrons sur le point de la surface de l'échantillon à analyser. Une caméra CCD enregistre alors les électrons rétrodiffusés sous la forme de bandes de Kikuchi, lignes captées par un écran au phosphore. L'exploitation par analyse d'image de ce diagramme de diffraction permet d'indexer de manière automatisée l'orientation du cristal.

D'un point de vu pratique, l'échantillon doit être préalablement poli puis fixé sur une platine motorisée à l'intérieur de la chambre à vide MEB. Il est ensuite penché d'un angle de 70° par rapport au faisceau incident afin de maximiser la quantité d'électrons captés par le détecteur. Le contrôle informatisé du montage permet de réaliser successivement un déplacement puis une indexation des points de la surface et de créer une cartographie qui montre l'orientation des grains de l'échantillon.

Une évaluation expérimentale concernant la résolution de cette technique révèle qu'elle est extrêmement précise spatialement (résolution de l'ordre de 20 à 30 nm) et angulairement (moins de 1% d'incertitude sur les orientations) [43].



Figure IV.6: Schéma de la diffraction des électrons rétrodiffusés par un plan {hkl} et de la formation des lignes de Kikuchi lors d'une mesure par EBSD.

Cette technique présente l'avantage de donner une corrélation entre la microstructure et la texture. Elle nous a permis de caractériser les microstructures de déformation et les états complètement recristallisés. La reconstruction de la microstructure est fondée sur l'indexation de diagrammes de Kikuchi.



Figure IV.7 : Appareillage EBSD utilisé.

Des cartographies par EBSD ont été réalisées sur une coupe d'une surface 7 mm \times 7 mm de l'échantillon soudé (sur le plan transversal et perpendiculaire à la direction de soudage) (figure IV.8) avec un pas de 2 um. Pour l'étude d'au moins la moitié du joint soudé et 27 cartographies du joint soudé et traité à 400°C ont été effectuées.



Figure IV.8: *Plan transversal et perpendiculaire à la direction de soudage.*



La figure IV.9 présente une illustration schématique d'un échantillon soudé.

Figure IV.9: Illustration schématique d'un échantillon soudé.

IV.2.6 Principe de formation des diagrammes de Kikuchi

Sous l'effet des interactions élastiques et inélastiques avec les atomes de l'échantillon, les électrons incidents sont diffusés et ralentis dans celui-ci. Une fraction de ces électrons est rétrodiffusée et diffracte selon la loi de Bragg sur des familles de plans cristallins {hkl}.

Ces électrons diffractés sortent de l'échantillon selon des directions contenues dans la surface d'un cône dont l'axe est normal aux plans diffractants.



Figure IV.10 :*a*) Schéma présentant la méthode de formation des lignes de Kikuchi, *b*) Cliché réel de diagramme de Kikuchi [44].

Chaque famille de plans atomiques donne lieu à deux cônes de diffraction, un de chaque côté de la source (figure IV.10 a). En réalité, les électrons diffractent selon deux hyperboles, mais comme l'angle de Bragg en diffraction électronique est de l'ordre de 0.5°, l'approximation des petits angles fait que les lignes de réflexion apparaissent rectilignes et proches les unes des autres, formant ainsi un digramme de kikuchi, caractéristique de l'orientation du grain analysé (figure IV.10 b). Chaque paire de lignes correspond à une famille de plans du cristal et la distance interréticulaire est reliée à leur espacement. A partir de ce diagramme de Kikuchi, on peut obtenir l'orientation cristallographique locale et le paramètre de maille du cristal.

Les mesures locales d'orientation ont été faites au LPMTM dans un MEB de marque Cambridge S360. Les conditions expérimentales dans lesquelles nous avons effectué nos analyses sont : une tension d'accélération de 25 kV, des intensités de courant de sonde variants entre 3 et 4 nA et une distance de travail de 15 mm. L'appareil est couplé au système EBSD piloté par le logiciel OIM (Orientation Imaging Microscopy) de la compagnie TSL.

L'échantillon à analyser est incliné de 70° par rapport au faisceau incident, de façon à recueillir le maximum d'électrons rétrodiffusés au niveau du détecteur. Le programme d'acquisition qui indexe automatiquement les diagrammes de Kikuchi enregistre dans un fichier pour chaque point de mesure ses coordonnées (x, y), ses angles d'Euler (Φ 1, Φ , Φ 2), un indice de qualité q lié à la finesse des diagrammes ainsi que les phases de l'acier. Une cartographie des orientations des grains est obtenue en balayant avec le faisceau d'électrons la surface de l'échantillon. Cette technique possède une résolution spatiale d'une centaine de nm et une précision de quelques degrés.

IV.2.7 Caractérisation mécanique des soudures

La caractérisation mécanique des soudures est basée sur deux techniques :

- > Des mesures du dureté Vickers (profils de microdureté dans le plan (XY)),
- Des essais de pliage.

IV.2.7.1 Microdureté Vickers (Hv)

L'essai de dureté est largement utilisé sur les métaux. Il caractérise la résistance qu'oppose le matériau à la pénétration d'un autre corps plus dur que lui. Ainsi, pour des conditions expérimentales données, la dureté du métal sera d'autant plus grande que la pénétration du corps sera faible. Il existe plusieures type d'essais de dureté, qui diffèrent essentiellement par la forme du pénétrateur. Dans l'essai Vickers le pénétrateur est une pyramide en diamant à base carrée dont l'angle au sommet est de 136°. L'empreinte formée est donc pyramidale [45]. Si (d) diamètre de l'empreinte laissée et (F) la force appliquée, Alors la dureté est :

$$Hv = 1,8544 F/d^2$$
 (IV.1)

Les échantillons précédents sont prélevés pour la microdureté Vickers. Nous avons réalisé des mesures avec une charge de 300 g appliquée pendant d'environs 10 secondes, pour différentes températures de recuit et pour chaque zone (MB, ZAT, ZF), sur la face transversale (DN, DL). Un profil des Hv passe de la zone fondue jusqu'au métal de base, comme le montre la figure IV.11.

Le pas des mesures utilisé est de 0.5 mm. L'appareil utilisé est un micro duromètre de marque : Leco M-400-A Hardness Tester assisté par ordinateur (figure IV.12).



Figure IV.11: Illustration de la méthode de balayage en profil pour la mesure de la microdureté Vickers (Hv).



FigureIV.12 : Micro duromètre (Leco M-400-A Hardness).

IV.2.7.2 Essai de pliage

L'essai de pliage utilise une éprouvette ayant trois points d'appui et pliée jusqu'à l'obtention d'un angle spécifique. Le côté extérieur de l'éprouvette de pliage subit une déformation plastique en traction de telle sorte que chaque défaut ou fragilisation du matériau est nettement visible. Cet essai peut être réalisé de façon à ce que l'éprouvette se plie librement ou que le pliage soit guidé par un mandrin. L'essai de pliage où l'éprouvette s'enroule autour d'un mandrin de diamètre spécifique est celui exigé lors d'essais de qualification de modes opératoires de soudage et de soudeurs [46].

La Figure(IV.13), montre l'appareil utilisé pour l'essai de pliage (Fig IV.13a) et une figure de la partie de fixation des éprouvettes et de l'application de la charge (Fig IV.13b).

La dimension des éprouvettes utilisées est la suivante : longueur = 21 cm , largeur = 15 mm, l'épaisseur = 3.81 mm, avec le cordon de soudure au milieu de l'éprouvette


Figure IV.13: Appareillage l'essai de pliage utilisé: (a) Vue globale et (b) Vue de la partie de fixation des éprouvettes et l'application de la charge.

Chapitre V Résultats et interprétations

Introduction

Le chapitre V regroupe les résultats expérimentaux obtenus avec différentes techniques de caractérisation ainsi que leurs interprétations. Les résultats concernent l'analyse microstructurale des joints soudés d'acier inox AISI 304L étudié par la microscopie électronique à balayage (MEB). Cette analyse est faite pour identifier la taille des grains, l'effet des traitements thermiques sur l'homogénéisation du joint soudé. De plus, les résultats obtenus par d'autres techniques expérimentales telles que l'EBSD, la diffraction des rayons X, la microdureté Vickers et essai de pliage sont aussi présentés. On note que l'EBSD avait pour but d'étudier l'effet de soudage sur l'orientation des grains dans le joint soudé avant et après les différents traitements thermiques.

V.1 Observations microstructurales par microscopie électronique à balayage (MEB)

V.1.1 État initial

V.1.1.1 Métal de base

La figure V.1, présente la microstructure du métal de base à l'état initial obtenue par MEB. La microstructure est composée de grains austénitiques (Fig V.1a). L'agrandissement de cette dernière figure est présentée dans la figure V.1b, et qui montre l'existence de macles et qui se sont formées lors des différents traitements thermo-mécaniques précédents.





Figure V.1: Microstructure obtenue par le MEB du métal de base non traité.

V.1.1.2 Zone affectée thermiquement

L'observation par microscopie optique de la zone affectée thermiquement nous révèle la formation de nouveaux gros grains par rapport aux grains du métal de base (Fig V.2a et 2b).





Figure V.2: *Microstructure obtenue par le MEB de la zone affectée thermiquement non traité.*



Figure V.3: Cartographie chimique de la zone affectée thermiquement.

La microstructure de la zone affectée thermiquement est différente de la métal de base, il est généralement composé d'une matrice austénite et les précipités de δ -ferrite intercalés,

parce que, dans les conditions de solidification rapide non-équilibre, comme le soudage, le taux élevé de refroidissement entrainera transformation incomplète $\gamma \rightarrow \delta$ et de petites quantités de δ -ferrite qui restent inévitablement dans la microstructure à température ambiante [47].

V.1.1.3 La zone de liaison

La figure (V.4a et 4b) montre bien la zone de liaison entre la ZF et la ZAT, et qui illustre clairement la différence de morphologie granulaire entre les deux zones.



Figure V.4: Microstructure obtenue par le MEB de la zone de liaison non traité.

100 µm

MAG: 597 >

05/14/18

iew field: 466 µm

V.1.1.4 La zone fondue

La figure (Fig V.5a et 5b). Illustre la microstructure de la zone fondue (ZF) de l'acier inox après soudage. Ces microstructures à différente échelle, montre une morphologie totalement différente à celle du métal de base. Cette nouvelle microstructure est due au mécanisme et au processus de solidification qui est rapide. Cette nouvelle microstructure correspond à une structure de solidification. La microstructure de ZF est caractérisée par une morphologie lamellaire parce que elle est due à des vitesses de refroidissement rapides après l'opération de soudage.



Figure V.5: Microstructure obtenue par le MEB de la zone fondue non traité.

Tableau V.1: La composition chimique de la zone fondue non traité analysé par la microanalyse (EDAX) du MEB.

P%
2.22
0.70
19.23
67.48
10.37
100.00



Figure V.6: Spectre de l'analyse quantitative de la composition chimique du MEB de la zone fondue non traité.

La composition chimique de ZF et la distribution des éléments chimiques sont présentées dans le tableau V.1 et la figure V.6 et aussi dans la figure V.7. On peut dire que les principaux éléments (Fe, C, Cr, Ni) existent dans la ZF et ils sont bien répartis.



Figure V.7: Cartographie chimique de la zone fondue non traité.

V.1.2 Traitement thermique de l'acier inox soudé

Dans cette partie d'étude, on présente l'évolution microstructurale de l'acier inox soudé puis traité thermiquement à différentes températures (200°C, 300°C, 400°C, 500°C et 1000°C) pendant une heure de recuit isotherme.

V.1.2.1 L'état d'homogénéisation à 200°C

V.1.2.1.1 Métal de base

La figure (V.8a et 8b) montre la microstructure de l'acier inox (métal de base) après le recuit isotherme à 200°C pendant 1h. On constate que la taille de grains n'a pas changé par rapport l'état initial.



Figure V.8: Microstructure obtenue par le MEB du métal de base traité à 200°C.

V.1.2.1.2 Zone affectée thermiquement

La figure (V.9a et 9b) présente la microstructure de la ZAT après un maintien à 200°C pendant 1h de recuit, On constate aussi que la microstructure n'a pas changé par rapport à l'état initial.



Figure V.9: *Microstructures obtenues par le MEB de la zone affectée thermiquement de base traité à 200°C.*

L'analyse chimique (cartographie) de la ZAT montre une distribution homogène des principaux éléments (C, Si, Fe, Cr et Ni) (Fig V.10).



Figure V.10: Cartographie chimique de la zone affectée thermiquement de base traitée à 200°C.

V.1.2.1.3 Zone de liaison

La figure IV.11montre bien la zone de liaison entre la ZF et la ZAT, et qui illustre clairement la différence de morphologie granulaire entre les deux zones. Cette zone n'a pas aussi changé par rapport à l'état de référence (non traité).



Figure V.11: Microstructure obtenue par le MEB de la zone de liaison traité à 200°C.

V.1.2.1.4 La zone fondue

La figure (V.12a et12b) présente la microstructure de la ZF après un maintien à 200°C pendant 1h, On constate aussi que la microstructure n'a pas changé par rapport à l'état initial.





Figure V.12: Microstructures obtenues par le MEB de la zone fondue traité à 200°C.

La distribution des éléments chimiques dans la ZF montre bien une répartition homogène de ces éléments.



Figure V.13: Cartographie chimique de la zone fondue de base traitée à 200°C

V.1.2.2 L'état d'homogénéisation à 300°C

V.1.2.2.1 Métal de base

La figure (V.14a et 14b) montre la microstructure de l'acier inox (métal de base) après le recuit isotherme à 300°C pendant 1h de recuit. On peut dire qu'il y'a un léger grossiment des grains.





Figure V.14: Microstructure obtenue par le MEB du métal de base traité à 300°C.

V.1.2.2.2 Zone affectée thermiquement

La figure (V.15a et 15b) présente la microstructure de la ZAT après un maintien à 300°C. De même, on n'a pas remarqué aussi une différence par rapport à l'état initial.





Figure V.15: *Microstructures obtenues par le MEB de la zone affectée thermiquement traité à 300°C.*

La cartographie chimique de la ZAT (Fig V.16) montre bien la bonne répartition des principaux éléments chimiques (Cr, Fe) et de degré moins le Nickel.



Figure V.16: *Cartographie chimique de la zone affectée thermiquement, traité à 300°C.*

V.1.2.2.3 Zone de liaison



Le traitement thermique à 300°C a mis en évidence la zone de liaison (Fig V. 17)



Figure V. 17: Microstructures obtenues par le MEB de la zone de liaison traité à 300°C.

V.1.2.2.4 Zone fondue

La figure (V.18a et18b) présente la microstructure de la ZF après un maintien à 300°C, On constate toujours la morphologie dendritique, sauf que les branches des dendrites sont plus visibles.





Figure V.18: *Microstructures obtenues par le MEB de la zone fondue traité à 300°C*. *A : Dendrite, B : Interdendrites.*

La cartographie chimique de la ZF, traité à 300°C présenté toujours une distribution homogène des principaux éléments chimiques analysés (V.19).



Figure V.19: Cartographie chimique de la zone fondue traité à 300°C.

V.1.2.3 L'état d'homogénéisation à 400°C

IV.1.2.3.1 Métal de base

La figure (V.20a et 20b) montre la microstructure de l'acier inox (métal de base) après le recuit isotherme à 400°C. On a remarqué une légère croissance des grains dans métal de base, car la température est un peu élevée.





Figure V.20: Microstructures obtenues par le MEB du métal de base traité à 400°C.

V.1.2.3.2 La zone affectée thermiquement

La figure V.21 montre les microstructures de la ZAT.





Figure V.21: *Microstructures obtenues par le MEB de la zone affectée thermiquement traité à 400°C.*

La figure V.22 montre la distribution homogène des éléments dans la ZAT à 400°C.



Figure V.22: *Cartographie chimique de la zone affectée thermiquement traité à 400°C.*

V.1.2.3.3 Zone de liaison

La figure V.23 montre la microstructure obtenue par le MEB de la zone de liaison traité à 400°C. On observe clairement la zone de liaison.



Figure V.23: *Microstructure obtenue par le MEB de la zone de liaison traité à 400°C*.

V.1.2.3.4 Zone fondue

La figure (V.24a et 24b) présente la microstructure de la ZF après un maintien à 400°C 1h, On constate un léger changement de la morphologie (taille et forme) des dendrites.





Figure V.24: *Microstructures obtenues par le MEB de la zone fondue traité à 400°C*.

La figure V.25 présente la cartographie chimique de la ZF.



Figure V.25: *Cartographie chimique de la zone fondue traité à 400°C*.

V.1.2.4 L'état d'homogénéisation à 500°C

V.1.2.4.1 Métal de base

La figure (V.26a et 26b) montre la microstructure de l'acier inox (métal de base) après le recuit isotherme à 500°C. On constate une croissance remarquable des grains austénitiques. A cette température, la mobilité des joints des grains est encore un peu grande.





Figure V.26: Microstructures obtenues par le MEB du métal de base traité à 500°C.

V.1.2.4.2 La zone affectée thermiquement



La figure (V.27a et 27b) présente la microstructure de la ZAT après un maintien à

b 10 µm EHT = 15.00 kV WD = 11.4 mm SE2 8.02e-005 Pa

Figure V.27: *Microstructures obtenues par le MEB de la zone affectée thermiquement traité à 500°C.*

V.1.2.4.3 La zone fondue

La figure (V.28a et 28b) montre la microstructure de l'acier inox (ZF) après le recuit isotherme à 500°C On constate la formation de porosité dans la zone fondue, ce qui veut dire que ce traitement thermique est indésirable.



Figure V.28: Microstructures obtenues par le MEB de la zone fondue traité à 500°C.

SE2

WD = 9.5 mm

7.98e-005 Pa

V.1.2.5 L'état d'homogénéisation à 1000°C

EHT = 15.00 k√

V.1.2.5.1 Métal de base

2 µm

La figure (V.29a et 29b) montre la microstructure de l'acier inox (métal de base) après le recuit isotherme à 1000°C. A cette température la réaction de croissance des grains est accélérée.



Figure V.29: *Microstructures obtenues par le MEB du métal de base traité à 1000°C*. **V.1.2.5.2 La zone affectée thermiquement**

La figure (V.30a et 30b) montre la microstructure de l'acier inox (ZAT) après le recuit isotherme à 1000°C. On remarque bien la croissance des grains.



Figure V.30: *Microstructures obtenues par le MEB de la zone affectée thermiquement traité à 1000°C.*

V.2 Résultats de l'étude par l'EBSD

V.2.1 Texture dans le joint soudé

La figure V.31 montre une cartographie de la moitié du joint soudé de l'acier inoxydable 304L et qui contient les trois zones : MB, ZAT et la moitié de ZF. Les couleurs individuelles des grains décrivent un plan cristallographique parallèle au plan d'observation. Cette cartographie EBSD présente une idée générale de la morphologie des grains et des orientations dans chaque zone. La microstructure soit de MB ou de la ZAT est caractérisée par des grains fins et equi-axes, mais la ZF est totalement différente des deux premières zones (MB et ZAT), et elle est composée de plusieurs sous-zones avec des morphologies des grains aussi différentes.



Figure V.31: Cartographie de la moitie du joint soudé.

V.2.1.1 La texture du métal de base

Il est connu que la microstructure de l'acier inoxydable austénitique est composée principalement de l'austénite obtenue après solidification sous des conditions d'équilibre. Concernant la texture de MB, sa cartographie EBSD indique la forme polygonale des grains (Fig V.32a). A partir des trois figures de pôles des plans {001}, {011} et {111} (Fig V.32b) et de la cartographie FDOC (Fonctions de distribution des orientations cristallines) (Fig V.32c), la texture du métal de base correspond à une texture Goss majoritaire {110}<001>. Une autre texture minoritaire proche de l'orientation {110} <111> est aussi observée (Fig V.32b) et c).



Figure V.32:*a*)*Cartographie EBSD, b*) *Figures de pôles et c*)*FDOC du métal de base.*

V.2.1.2 Texture de la zone affectée thermiquement

On doit mentionner que la ZAT est une zone étroite et elle représente une zone de transition entre la ZF et le MB. La ZAT est généralement composée d'une matrice d'austénite et qui contient des précipités dispersés de ferrite, car, sous les conditions de perte d'équilibre pendant la solidification, comme le soudage, ou il y'a une grande vitesse de refroidissement, en aura cette transformation incomplète: $\gamma \rightarrow \delta$, et cette faible quantité de la ferrite δ (ferrite delta) reste dans la microstructure à basse température. Cette ferrite δ retenue permet d'éviter la formation des fissures et elle contribue à l'augmentation de la ductilité, la résistance à la corrosion. Il a été reporté que l'excès de la ferrite δ (plus que 10% du volume) peut réduire la forgeabilité de l'acier inox austénitique [48].

Comme il est montré dans la figure V.33, la texture dans la ZAT correspond à une texture d'orientation Goss {110} <001>. La texture minoritaire proche à l'orientation {110} <111> existe encore comme dans le cas du MB.



Figure V.33: a) Figures de pôles et b) FDOC de la ZAT.

V.2.1.3 La texture de la zone fondue

Concernant la microstructure de ZF, la majorité des grains dans la zone fondue ont une structure colonnaire avec des directions cristallographiques préférentielles. Durant la croissance du solide dans le liquide, formé durant le soudage, la forme de l'interface solid - liquide est importante dans le contrôle du développement de la microstructure [49].

Cette microstructure colonnaire est due au mécanisme préférentiel de la solidification après le processus de soudage et qui a été observé dans plusieurs travaux [50-51]. Pour plus de clarté, quatre sous-zones distinctes ont été observées dans ZF (sous-zone 1, 2, 3 et 4). La texture de ZF varie d'une sous-zone à une autre. La différence de microstructure dans ZF est due à la vitesse de refroidissement et qui a été causée au flux de chaleur durant le processus de soudage. Par exemple, la microstructure de la sous-zone1 montre une structure cristalline isotrope (figure V.34). En général, le développement d'une structure à grains équi-axes induit des bonnes propriétés mécaniques du joint soudé.



Figure V.34: a) Figure de pole de la ZF (sous zone 1) b) FDOC de la ZF (sous zone 1)

La microstructure de la sous-zone 2 présente une structure colonnaire avec des grains allongés et sa texture est proche de la texture fibreuse {h k l} <001> (fig V.35).



Figure V.35: a) Figure de pole de la ZF (sous zone 2) b) FDOC de la ZF (sous zone 2)

Les grains colonnaires croissent généralement perpendiculaire au front (joint) de fusion et dans la direction opposée au flux de chaleur [52]. Ce résultat indique que la région colonnaire montre une texture de solidification spécifique et que son origine est la croissance cristalline préférentielle [53-54]. Il a été trouvé que la texture de solidification dépend des directions du flux de chaleur local. On note aussi que dans ce même contexte que la croissance des grains d'effectue selon l'un des six directions de croissance <100> dans les alliages cubiques à faces centrées [55]. On note aussi que Ugla [56] observa des branches de dendrite colonnaires dans la ZF de l'acier inoxydable soudé AISI 304 L et il attribua cette formation à la direction de la vitesse de refroidissement après l'opération de soudage. La troisième sous-zone montre une microstructure à grains équi-axes. Cette sous-zone à une texture proche à {100} <001> cube (figure V.36).



Figure V.36: a) Figure de pole de la ZF (sous zone 3) b) FDOC de la ZF (sous zone 3)

Finalement, la sous-zone 4 présente une texture fibreuse partielle {100} <uvw>. Dans cette texture fibreuse, la composante cube a été développée préférentiellement. (Figure V.37).



Figure V.37: a) Figure de pole de la ZF (sous zone 4) b) FDOC de la ZF (sous zone 4)

On peut dire que ces grains orientés correspondent à la direction de croissance lors de la solidification après la deuxième passe du soudage. On note qu'il a été mentionné que cette structure colonnaire favorise la formation des fissures [57].

Le tableau 3 résume toutes les textures cristallographiques dans MB, ZAT et dans ZF de l'acier inoxydable 304L soudé.

	MB et ZAT	ZF
Microstructure	Grains Equiaxes	Sub-zone 1: grains equi-axes Sub-zone 2: grains colonnaires Sub-zone 3: grains equi-axes Sub-zone 4: grains colonnaires
Texture	Texture Goss majoritaire {110}<001> avec des orientations mineures proches a l` orientation {110}<111>	Sub-zone 1: Isotropic texture isotropique Sub-zone 2: Fibre proche de {hkl}<001> Sub-zone 3: Proche de texture Cube {100}<001> Cube avec autres orientations Sub-zone 4: Fibre proche de {100} <uvw> avec une texture majoritaire Cube</uvw>

Tableau V.2: Texture cristallographiques dans le joint soudé de l'acier 304L.

Il est toujours considéré que la ZF est une mini-coulée et les principes fondamentaux du mécanisme de la solidification peuvent être appliqués avec succès pour les joints soudés [57]. Donc, en se basant sur le développement des structures dans la zone fondue du joint soudé de l'acier 304L et les considérations précédentes, un schéma d'illustration du mécanisme de solidification est proposé (figure V.38). Les principales sous-zones formées dans ZF sont illustrées. Premièrement, une sous-zone formées par des grains fins, et au voisinage de cette sous-zone, on trouve une sous-zone formée des grains colonnaires larges et qui sont stoppés par la troisième sous-zone formée de grains équi-axes. Cette distribution des grains est semblable à celle qui existe dans un lingot d'acier et qui contient ces trois sous-zones [58]



Figure V.38: Schéma du mécanisme de solidification dans ZF.

V.2.2 Effet de traitement thermique sur la texture du joint soudé

La figure V.39 présente une vue générale du joint soudé (cartographie EBSD) après un traitement thermique à 400 C° de l'acier 304L soudé. Les grains fins dans la sous-zone 3 et qui ont été observés dans l'acier soudé et non traité disparaissent dans la ZF après ce traitement thermique. On peut dire qu'il y avait une légère croissance des grains. Globalement ce traitement thermique n'a pas provoqué un grand changement microstructural.



Figure V.39: Cartographie du joint soudé après traitement thermique à 400°C

V.3 Etude par diffraction des rayons X

Dans cette partie d'étude, on présente les différents diffractogrammes de rayons X des différentes zones (MB, ZAT, et ZF) soit avant ou après les traitements thermiques isothermes (200°C, 300°C, 400°C, 500°C et 1000°C).

V.3.1 État initial : Joint soudé non traité

Les schémas de diffraction des rayons X du métal de base en acier inoxydable 304L et ZAT, ZF sont illustrés dans la figure V.40.
Comme on peut le constater, seuls des pics d'austénite ont été observés dans le métal de base. Mais la DRX n'est pas capable de détecter une phase inférieure à 5% en poids. Ainsi, une très petite quantité de δ -ferrite peut être présente dans la structure et ne peut pas être détectée par analyse DRX.

De plus, la zone de soudure contenait des phases d'austénite et de δ -ferrite. Pendant le processus de refroidissement, la δ -ferrite primaire se solidifie dans la zone de fusion, puis la transformation $\delta \rightarrow \gamma$ aura lieu. Étant donné que la transformation $\delta \rightarrow \gamma$ est un processus contrôlé par diffusion, la vitesse de refroidissement rapide dans le processus TIG ne laisse pas suffisamment de temps pour terminer cette transformation de phase. En conséquence, la δ -ferrite primaire est retenue dans la zone de soudure. Une petite quantité de δ -ferrite est nécessaire pour éviter le problème de fissuration à chaud lors de la solidification de la soudure. Les dépôts de soudure entièrement austénitiques sont sujets à la microfissuration pendant le refroidissement lors de la solidification [59].



Figure V.40: Diffractogrammes des rayons X du joint soudé à l'état initial.

V.3.2 L'état d'homogénéisation à 200°C

Le traitement thermique à 200°C n'a pas vraiment changé l'allure des diffractogrammes par rapport à l'état initial (non traité).



Figure V.41: Diffractogrammes des rayons X du joint soudé traité à 200°C.

V.3.3 L'état d'homogénéisation à 300°C

Le traitement à 300°C a provoqué un changement que dans l'allure de diffractogramme de la ZF, car la plus part des pics ont diminué d'intensité par rapport au pic qui se trouve à 2θ = 90° environ. Ce dernier pic appartient à la phase austénitique.



Figure V.42: Diffractogrammes des rayons X du joint soudé traité à 300°C.

V.3.4 L'état d'homogénéisation à 400°C

Le traitement thermique a révélé de nouveau les pics des différentes phases (γ et δ).



Figure V.43: Diffractogrammes des rayons X du joint soudé traité à 400°C.

V.3.5 L'état d'homogénéisation à 500°C

Les diffractogrammes de rayons X de chaque zone après le recuit isotherme à 500°C n'ont pas révélé un changement significatif par rapport au traitement précédant (400°C).



Figure V.44: Diffractogrammes des rayons X du joint soudé traité à 500°C.

V.3.6 L'état d'homogénéisation à 1000°C

Les diffractogrammes de rayons X des différentes zones, qui ont subi un recuit à haute température (1000°C) ont révélé la disparition des pics de la phase δ . On peut dire que cette température provoque la dissolution de cette phase δ qui est nécessaire dans les propriétés mécaniques du joint soudé cette phase δ , évite la formation des fissures.



Figure V.45: Diffractogrammes des rayons X du joint soudé traité à 1000°C.

V.4 Caractérisation mécanique des soudures

V.4.1 Mesure de la microdureté

Nous avons effectué des mesures de microdureté sur les éprouvettes soudées, en balayant le métal de base, la zone affectée thermiquement et la zone fondue. Cette technique nous a permis d'observer la variation de la microdureté pour chaque zone, avec un ensemble de mesures prises en profil sur le joint soudé. Le tableau V.3 rassemble les valeurs de dureté Vickers dans le joint soudé traité et non traité thermiquement.

	Echantillon	Echantillon traité à	Echantillon traité	Echantillon traité	Echantillon traité	Echantillon
	non traité	200°C pendant 01h	à 300°C pendant	à 400°C pendant	à 500°C pendant	traité à 1000°C
			01h	01h	01h	pendant 01h
	Dureté (Hv)	Dureté (Hv)	Dureté (Hv)	Dureté (Hv)	Dureté (Hv)	Dureté (Hv)
0	168,2	168	169,5	173	163,6	179,2
1	170	169,2	172,5	168	167	178
2	173	172	167,5	171	167,6	177,4
3	168,4	168,2	170	167,5	170,6	184,8
4	168,2	168	174,5	169,5	167,2	184
5	173	172	171	175	162	182,6
6	176	175,2	167,5	166,5	155,8	186,2
7	172,2	165,2	168	167,5	155,6	185,2
8	177,8	173,6	165,5	165	157,8	188,6
9	183,2	172,8	169	168,5	164	181,8
10	176,2	174,8	167	167,5	165,8	188
11	178,6	172,6	173,5	170,5	165	180,8
12	173	175,6	173	159,5	162	180,6
13	173,4	178,4	172,5	167,5	165	180
14	171,8	173,4	171	161	157,2	180
15	170	169,4	172	164,5	151,6	176,4
16	167,6	165,2	170,5	162	152,8	176,6
17	174	164,8	166	154,5	152,4	178,2
18	169,4	159,5	164	162,4	149,8	173,4
19	166,4	162	167,5	159	151,4	180,8
20	164,2	163	165,5	158,2	153,2	180,4
21	165,4	164	155	155,2	150,4	178,2
22	164,8	163	155,5	155,6	151,4	177,2
23	164,2	167,5	156,5	157,2	150,2	180
24	165,2	161	158	157,4	154,4	180
25	168,5	167	155	153	150,6	176,4
26	168	164,6	157	155,8	152,8	178,2
27	171,5	166	156,5	158	150	173,8

Tableau V.3: Résultats de la microdureté obtenus sur les échantillons (joint non traité, traité à 200°C, 300°C, 400°C, 500°C et 1000°C).

La figure V. 46 présente le profil de dureté le long du joint soudé non traité. L'analyse du graphe de dureté met en évidence l'influence du phénomène thermique du soudage sur le joint. On remarque que la moyenne de la microdureté varie d'une zone à l'autre. Sa valeur dans la zone affectée thermiquement est supérieure à celle dans la zone fondue et supérieure à celle dans le métal de base.



Figure V.46: Profil de dureté du joint non traité.

Le traitement thermique à 200°C n'a pas vraiment changé l'allure de la microdureté par rapport à l'état initial (non traité).



Figure V.47: Profil de dureté du joint traité à 200°C.

La figure V. 48 montre la variation de la microdureté dans les trois zones du joint soudé ayant subit un traitement thermique à 300°C pendant une heure. La même remarque peut être faite pour le cas de l'échantillon non traité où la microdureté varie toujours d'une zone à

l'autre. Cependant, une diminution remarquable de la microdureté est enregistrée dans le métal de base par rapport au cas de l'échantillon non traité.



Figure V.48: Profil de dureté du joint traité à 300°C.

La figure V.49 montre la variation de la microdureté dans les trois zones du joint soudé ayant subit un traitement thermique à 400°C pendant une heure. La même remarque peut être faite pour l'échantillon non traité où la microdureté varie d'une zone à l'autre. En plus, une diminution remarquable de la microdureté est enregistrée dans la zone affectée thermiquement et le métal de base par rapport au cas de l'échantillon non traité.



Figure V.49: Profil de dureté du joint traité à 400°C.

La figure V. 50 montre la variation de la microdureté dans les trois zones du joint soudé ayant subit un traitement thermique à 500°C pendant une heure. La même remarque peut être faite pour l'échantillon non traité où la microdureté varie d'une zone à l'autre. En plus, une diminution remarquable de la microdureté est enregistrée dans la zone affectée thermiquement et le métal de base par rapport au cas de l'échantillon non traité.



Figure V.50: Profil de dureté du joint traité à 500°C.

La figure V. 51 rassemble les duretés des joints soudés acier inox 304L: le non traité, le traité à 200°,300°C ,400°C, 500°C et 1000°C. Une augmentation de la microdureté est enregistrée dans les trois zones du joint soudé et traité à 1000°C par rapport au cas de léchantillon non traité, ou traité à 200°C, 300°C, 400°C et 500°C.



Figure V.51: Comparaison entre les microduretés des joints soudés d'acier inox 304L : le non traité, le traité à 200°,300°C, 400°C, 500°C et 1000°C.

V.4.2 Tests de pliage

Nous avons vu précédemment que les joints soudés en acier sont caractérisés par une hétérogénéité structurale importante, cette investigation microstructurale reste insuffisante pour décider de la qualité du joint de soudure si ses propriétés mécaniques ne sont pas investies.

Cette nouvelle répartition microstructurale à travers le joint soudé affecte ses propriétés mécaniques. Dans ce qui suit on présente l'évolution de quelques paramètres mécanique en fonction des tests de pliage. Les tests de pliage sont appliqués sur des éprouvettes soudées et traités thermiquement à différentes températures (200°C, 300°C, 400°C, 500°C et 1000°C). On note que le cordon de soudure est situé au milieu de l'éprouvette.



Figure V.52: Macrographie des éprouvettes avant le test de pliage.

La figure V.53 montre la macrographie des éprouvettes qui ont subi le test de pliage. On constate que tous les éprouvette ont subi une forte déformation mais sans rupture et ce-ci malgré que des petites fissures ont été observées dans la zone frottement déformée.





Figure V.53: Macrographie des éprouvettes après le test de pliage.

Certains travaux de recherche ont essayé de comprendre le comportement visuel des échantillons qui ont subi un test de pliage. Par exemple , Bestetti [60]. Constata la formation de fissures sur la région supérieure de la zone fortement pliée (Fig V.54). Ce qui montre que ce comportement est très courant après un test de pliage.



Figure V.54: Fissures dans le coin des échantillons pliés [56].

Les figures (V.55, V.56, V.57, V.58, V.59 et V.60), montrent les différentes courbes de pliage. L'allure des courbes varie d'une éprouvette à une autre, ce qui reflète le comportement mécanique de chaque joint soudé. Toutes les courbes montrent un premier domaine élastique très court, suivi par un domaine plastique avec un maximum dans la partie plastique.

On remarque que la limite élastique et la résistance maximale augmentent avec l'augmentation de la température de recuit des éprouvettes soudés (Tableau V.4). Donc le traitement thermique améliore les propriétés mécaniques du joint soudé.

Etat de l'éprouvette	G e (MPa)	O m (Mpa)
Soudé et non traité	7,1	16,5
Soudé et traité à 200 °C	7,4	21,1
Soudé et traité à 300 °C	7,9	21,6
Soudé et traité à 400 °C	8,9	22,5
Soudé et traité à 500 °C	8,9	22,5
Soudé et traité à 1000 °C	13,2	26

 Tableau V.4: Valeurs de la limite élastique et de la résistance maximale.



Figure V.55: Courbe de pliage de la tôle d'acier inox 304L soudé non traité.



Figure V.56: Courbe de pliage de la tôle d'acier inox soudé traité à 200°C.



Figure V.57: Courbe de pliage de la tôle d'acier inox soudé traité à 300°C.



Figure V.58: Courbe de pliage de la tôle d'acier inox soudé traité à 400°C.



Figure V.59: Courbe de pliage de la tôle d'acier inox soudé traité à 500°C



Figure V.60: Courbe de pliage de la tôle d'acier inox soudé traité à 1000°C.

Conclusion générale

Le but de cette thèse était l'étude microstructurale et mécanique du joint soudé d'un acier austénitique inoxydable 304L. Des traitements thermiques ont été aussi appliqués sur les échantillons soudés.

Pour aboutir à nos objectifs, on a utilisé plusieurs techniques de caractérisation:

- La diffraction de rayons X,
- La microscopie optique,
- La microduretéVickers,

La microscopie électronique à balayage(MEB) équipé avec un système d'analyse chimique (EDS),

- Le test de pliage,
- ► L'EBSD.

A partir de ces techniques, nous avons pu arriver aux résultats suivants:

- L'étude microstructurale a révélé les trois principales zones (MB, ZATet ZF) et leurs phases,
- L'étude de microdureté a montré la différence de dureté dans les trois zones du joint soudé,
- L'étude par diffraction X a révélé la principale phase de l'acier étudié et qui est l'austénite,
- L'étude de par EBSD a révélé surtout les différentes sous-zones dans la ZF.

Cette étude par EBSD a montré l'existence de plusieurs textures dans la zone fondue et parmi ces textures, on peut citer:

- Texture fibreuse,
- Texture Cube.

De plus, un modèle de formation des grains dans la ZF a été proposé.

L'application de plusieurs traitements thermiques isothermes nous a permis de suivre le changement microstructurale et mécanique du joint soudé.

On a constaté que plus la température de recuit augmente du 200°C au 500°C, plus la dureté diminue et devient presque homogène dans les trois zones (MB, ZAT et ZF) du joint soudé. Mais, à 1000°C la dureté augmente par rapport aux échantillons précédents. De plus, à 1000°C, on a remarqué une croissance importante des grains, avec la disparition de la phase δ .

Le test de pliage a montré la ductilité de l'acier soudé et aussi sa bonne résistance mécanique, ce qui reflète la bonne qualité du joint soudé et même traité.

Perspectives :

Il sera utile d'étudier la texture cristallographique des joints soudés et traités à 500°C et 1000°C.

Références bibliographiques

- [1] J. P. Planckaert, « Modélisation du soudage MIG/MAG en mode short-arc ». Thèse doctorale de l'Université Henri Poincaré-Nancy 1, juillet 2008.
- [2] A.Michel, Pièces mécaniques soudées (Rappels et définitions), technique d'ingénieur BM 5 185.
- [3] C. Ferdinand, « Mise en œuvre et caractérisation d'assemblages soudés par procédé TIG et laser de tôles d'alliages de titane réfractaires ».Thèse doctorale de l'Institut National Polytechnique de Toulouse, Novembre 2005.
- [4] M.Antunes, C.Bonnet, Société Française de Métallurgie / Société des Ingénieurs Soudeurs – Section sud-est, Conférence N°9; Publication de la Soudure Autogène, 14-15 mai 1981.
- [5] N.Bailey, S.B.Jones, « The solidification cracking of ferritic steel during submerged arc welding », Welding Journal, Aug.; p 217s-231s, 1978.
- [6] C.Blais, G.L'Espérance, G.M. Evans., Science and Technology of Welding and Joining, Vol. 4, No. 3, p. 143-150, 1999.
- [7] C.Bonnet, « Soudage et Techniques connexes », Juillet Août 1980, p 6.
- [8] N. Chérifi, « Effet du soudage par TIG sur l'aluminium industriel 1050A ». Thèse doctorale de l' Université Mohamed Khider-biskra, Avril 2015.
- [9] W.Klas, « Procédés de soudage », Dunod, Paris, ISBN978-2-10-057810, 2012.
- [10] M. Aissani, « étude du comportement thermique et mécanique des matériaux aéronautiques par des méthodes numériques: application au soudage de structures métalliques ». Thèse doctorale de l'Université Saad Dahlab-Blida, Septembre 2013.
- [11] B. Barthélémy, "Notions pratiques de mécanique de la rupture", Eyrolles 1980.
- [12] "Techniques de l'ingénieur", Traité matériaux métalliques M100-2.
- [13] R. Varisellaz, "Soudage : éléments de conception de réalisation". Dunod 1987.
- [14] S. Laroze, "Résistance des matériaux et structures", Tome 3.Eyrolles, Masson 1982.
- [15] C. Saib, « Soudage des ailettes des turbines à gaz constituées d'un superalliage à base de Nickel INC 738 LC ». Thèse doctorale de l'Université Mohamed Khider-Biskra, Décembre 2017.
- [16] M. Naoun, « Influence du peroxyde d'hydrogene sur la susceptibilite a la corrosion des aciers inoxydables en milieu salin». Thèse doctorale de l'Université Hadj Lakhdar-Batna, juin 2014.
- [17] C. Pierre-Jean : Acier inoxydable, Critère de choix et structure, Techniques de l'Ingenieur, traite materiaux metalliques, Vol, MB4, dossier M4540, Paris (2000).
- [18] M. Durand-charre, La microstructure des aciers et des fontes, Genèse et interprétation, SIRPE éditeur, Paris, 2003.
- [19] J. Baralis, G. Maeder : « Précis métallurgie », Nathan, Paris, 1997.
- [20] P-J. Cunat, « Aciers inoxydables, Critères de choix et structure », Techniques de l'Ingenieur, M 1115.
- [21] N. LE Bozec, «Réaction de réduction de l'oxygène sur les aciers inoxydables en eau de mer naturelle. Influence du biofilms sur les processus de corrosion », Thèse doctorale de l'Université de Bretagne Occidentale, janvier 2000.
- [22] I.Wim van haver, Centre de Recherche de l'IBS, aciers inoxydables, Janvier 2007.
- [23] Electricité de France (EDF), aciers inoxydables : généralités et vitesses fissuration, service ensembles de production département machines, P : 9, Mai 1992.
- [24] K. Maddouri, «Effets des traitements thermiques sur la microstructure et le comportement à la corrosion d'un acier inoxydable de type 309 ». Thèse magister de l'universite Badji Mokhtar-Annaba, 2011.

- [25] Z. Amy, «Caractérisation de l'acier inoxydable X5CrNi18-10 et étude de son oxydation à température », Thèse Magistér de l'université Mouloud Mammeri de Tizi –ouzou, 2013.
- [26] Principales nuances utilisées pour la fabrication des éléments de fixation en aciers inoxydables (NF E 25-033 / NF A 35-602 / NF EN 10088-1 / NF EN 10095 / DIN 267 Teil 11).
- [27] G,R Mirshehan, E. tavaholi, M.Atapour, B. Sadeghian, Materials and design, 55,905-911, 2014
- [28] C, M. Lin, H.I, Tsai, C.D. Cheng, C.Yong, Engineering failure Analysis, 29, 9-20, 2012.
- [29] P.K, Girifharan, N.Murugan, The International Journal of Advanced Manufacturing Technolegy, Vol.40, Issue 5-6 ; pp 478 -489, 2009.
- [30] SAA.Akbau Moussavi, R. Miresmaeilli, Journal of Matérials Prossing Technology, Vol.208, IssuesI-3,21pp.383-394, 2008.
- [31] H.J.Bargel, et G. Schulze. Werkstoffknude, Dusseldorf VDI-Verlag GmbH, 1988.
- [32] H.J.Bunge, et C.Esling. Quantitative Texture Analysis, 1982.
- [33] H.J.Bunge, Z.Metallkunde. V56, p 872-874, 1965.
- [34] D. Raabe, "Acta Metall Mater". V 43, p 1531-1540, 1995.
- [35] B.D. Cullity, Elements of X-ray diffraction, Addison-Wesley publishing company ,1978.
- [36] H.J. BUNGE, Texture analysis in materials science. Londres : Butterworth, 593p,1982.
- [37] W.B. Hutchinson, Int Met Rev. V 29, p25, 1984.
- [38] F.J.Humphreys, et M. Hatherly, Recrystallization and related annealing phenomena, Pergamon, 1995.
- [39] P. Paillard, « Caractérisation et simulation des textures de recristallisation d'alliages de fer 3% de silicium obtenus par coulée directe en bandes minces ». Thèse doctorale de l'université de Paris-Sud 11, 1994.
- [40] B. Chassignole, « Influence de la structure métallurgique des soudures en acier inoxydable austénitique sur le contrôle non destructif par ultrasons ». Thèse doctorale de l'institut National des sciences Appliquées de lyon, Décembre 2000.
- [41] R. Badji, « Influence des traitements thermiques à haute temperature sur l'évolution de la texture et de la microstructure des soudures d'acier inoxydable duplex 2205 ». Thèse doctorale de l'université de Paris 13, juillet 2008.
- [42] N. Bouquet. « Etude de la formation des joints soudés par diffusion : Application aux échangeurs de chaleur compacts ». Thèse doctorale de l'université de Bourgogne, Novembre 2014.
- [43] F.J. Humphreys and I. Brough : "High resolution electron backscatter diffraction with a field emission gun scanning electron microscope". Journal of Microscopy, Vol. 195, pp.6-9, 1999.
- [44] C. Derfouf, « effet de la soudure sur la structure de l'acier » thèse doctorale de l' université Mohamed Khider-Biskra, Septembre 2011.
- [45] K.Mariche, « Comportement structural et mécanique de soudures d'acier inoxydable austénitique du type 316L vieillie ». Thèse doctorale de l'école Nationale Polytechnique Alger, 2013.
- [46] C.R.Marie, « Essai mécanique le pliage », Novembre 2006.
- [47] Hong HU, Rho BS, Nam SW. A study on the crack initiation and growth from δferrite/ phase interface under continuous fatigue and creep–fatigue conditions in type 304L stainless steels. Int J Fatigue, 24: 1063–70, 2002.

- [48] H. Mecking, Preferred Orientation in Deformed Metals and Rocks : An introduction to Modern Texture Analysis, California, Ed. Hans Rudolf Wenk, 1985.
- [49] S.A. David, S.S. Babu and J.M. Vitek, "Welding: Solidification and Microstructure" JOM, Vol.55, 6, pp.14-20, 2003.
- [50] A. F. Norman, I. Brough and P.B. Prangnell, "High resolution EBSD analysis of the grain structure in an AA2024 friction stir weld" Proceeding of the 7th International conference on Aluminium Alloys (ICAA-7), Virginia, Trans Tech Publications, USA, 1713-1718, 2000.
- [51] S. Babu, H. K. D. H. Bhadeshia and L. E. Svenson, "Crystallographic texture and the austenite grain structure of low-alloy steel weld deposits", Journal of Materials Science Letters, 10, 3, 142-144, 1991.
- [52] Course"Solidification of Weld Metal" Available from: http://nptel.ac.in/courses/112107090/33, 18-November-2013.
- [53] A.O. Kluken, Ø. Grong and J. Hjelen, "The origin of transformation textures in steel weld metals containing acicular ferrite", Metallurgical Transactions A, 22A, 657-663, 1991
- [54] A.O. Kluken, Ø. Grong and G. Rorvik, "Solidification microstructures and phase transformations in Al-Ti-Si-Mn deoxidized steel weld metals", *Metallurgical Transactions A*, Vol. 21A, 7, 2047-2058, 1990.
- [55] H. L. Wei, J. Mazumder and T. DebRoy, "Evolution of solidification texture during additive manufacturing", *Scientific Reports 5*, Article number: 16446, 2015.
- [56] AA. Ugla, "Enhancement of weld quality of AISI 304L austenitic stainless steel using a direct current pulsed TIG arc", *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 433, 012075, 2018.
- [57] S. David and J. Vitek, *International Trends in Welding Science and Technology*, ASM, 1993.
- [58] F. C. Campbell, *Elements of Metallurgy and Engineering Alloys*. Ohio: ASM International, 2008.
- [59] G.R. Mirshekari, E. Tavakoli, M. Atapour, B. Sadeghian "Microstructure an corrosion behavior of multipass gas tungsten arc welded 304L stainless steel"Materials and Design 55, 905–911, 2014.
- [60] M. Bestetti. Cours en sciences des matériaux, de l'Ecole polytechnique de Milano, présenté durant l'année 2011/2012.

Résumé

Le but de cette thèse est l'étude d'un joint soudé à partir d'un acier inoxydable austénitique 304L. On a utilisé plusieurs techniques de caractérisation pour étudier l'aspect microstructural et mécanique. Nous avons trouvé que le joint soudé est formé de trois zones (MB, ZAT et ZF) et des sous zone dans la ZF. La texture au niveau du joint a été aussi déterminée. Des traitements thermiques isothermes ont été appliqués sur le joint soudé. Ces traitements thermiques appliqués ont améliorés la qualité du joint soudé, surtout à 500°C.

Mots clés : acier inoxydable austénitique 304L, Soudage TIG, Texture, EBSD, Traitements thermiques.

Abstract

The objective of thisthesis is to study of welded joint from austenitic stainless stell 304L. We have usedmany techniques of characterization for studying the microstructural and mechanical aspects. We have found that the welded joint is formed of three zones (BM, HAZ and FZ) and sub-zone in FZ. The texture of the welded joint has been determined. Isothermal heat treatments have been applied on the welded joint. These heat treatments have improved the quality of the welded joint, particulary at 500°C.

Key words : austenitic stainless stell 304L, welding TIG, texture, EBSD, Heat treatments.

ملخص

إن الهدف من هذه الأطروحة هو دراسة اللحام المتحصل عليه من الفولاذ المقاوم للأكسدة ذو طور الاستنيتي L 304 لقد إستعملنا عدة تقنيات من أجل دراسة الجانب المجهري والميكانيكي للحام. لقد وجدنا أن هذا اللحام يتكون من ثلاثة مناطق (المعدن الأساسي ، المنطقة المتؤثرة حراريا والمنطقة المذابة) بالإضافة إلى مناطق صغرى داخل المنطقة المذابة. إن الاتجاهات البنيوية في اللحام تم تحديدها. كذلك تم

تطبيق على اللحام معالجات حرارية في درجات حرارة ثابته. أدت هذه المعالجات الحرارية المطبقة إلى تحسين جودة المفصل الملحوم ، خاصبة في درجة حرارة 500 °مئوية.

الكلمات المفتاحية: الفولاذ المقاوم للأكسدة 304L، اللحام TIG، نسيج ، EBSD،المعالجة الحرارية.