



ICB

Laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne



UNIVERSITE DE BOURGOGNE

Ecole Doctorale Carnot-Pasteur

THÈSE

Pour obtenir le grade de

Docteur de l'Université de Bourgogne

Spécialité Chimie-physique

présentée par

Nicolas BOUQUET

Soutenue le 7 Novembre 2014

Etude de la formation des joints soudés par diffusion : Application aux échangeurs de chaleur compacts

Jury

Pierre SALLAMAND, Professeur, Université de Bourgogne

Yves BIENVENU, Professeur, Mines-Paris Tech

François VALDIVIESO, Professeur, ENSM de Saint-Etienne

Hélène BURLET, Docteur ingénieur, CEA Grenoble

Marc BERNACKI, Chargé de recherche Mines-Paris Tech, HDR, Mines-Paris Tech

Emmanuel RIGAL, Ingénieur, CEA Grenoble

Frédéric BERNARD, Professeur, Université de Bourgogne

Président

Rapporteur

Rapporteur

Examineur

Examineur

Co-encadrant

Directeur

Invités

Olivier HEINTZ, Ingénieur recherche CNRS, Université de Bourgogne

Bertrand PETIT, Docteur ingénieur, APERAM

Invité

Invité

Avant-propos

Les travaux de recherche présentés dans ce mémoire ont été réalisés principalement au LCA (Laboratoire Conception et Assemblages, anciennement Composants Thermiques et Assemblages) au CEA LITEN à Grenoble, en partenariat avec l'ICB (Laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne) à Dijon. C'est donc tout naturellement que je remercie **Philippe BUCCI**, chef du LCTA au début de ma thèse et maintenant collègue de travail, pour m'avoir accordé sa confiance pour mener à bien cette thèse.

Je tiens à remercier en premier lieu Monsieur **Pierre SALLAMAND**, Professeur à l'Université de Bourgogne, pour m'avoir fait l'honneur de présider le jury de thèse. Je remercie également Messieurs **Yves BIENVENU**, Professeur à Mines-Paris Tech et **François VALDIVIESO**, Professeur à l'ENSMSE, pour avoir accepté d'être rapporteurs et d'avoir évalué mon travail. Je remercie Madame **Hélène BURLET**, Docteur Ingénieur au CEA Grenoble et Monsieur **Marc BERNACKI**, Chargé de recherche à Mines-Paris Tech, d'avoir examiné mon travail et pour leurs remarques/questions pertinentes et constructives.

Messieurs **Olivier HEINTZ**, Ingénieur de recherche au CNRS à l'Université de Bourgogne et **Bertrand PETIT**, Docteur ingénieur à APERAM, m'ont fait le plaisir d'être membres invités du jury.

Toute ma reconnaissance s'adresse à mon directeur de thèse, **Frédéric BERNARD** pour son soutien et sa disponibilité malgré la distance et à mon co-encadrant de thèse au CEA, **Emmanuel RIGAL**, pour sa rigueur sans faille (technique et linguistique), ses idées hors des sentiers battus et finalement à l'autonomie qu'il a su me laisser au cours de ces trois années de thèse.

Ce travail demeure néanmoins un travail de groupe et je tiens à associer à ces résultats les différentes personnes, ingénieur(e)s et technicien(ne)s, qui ont participé de près ou de loin à la réussite de ce projet.

Je tiens tout d'abord à remercier toutes les personnes du LCA (avec les personnes parties au LER aussi) et tout particulièrement **Sébastien CHOMETTE** qui m'a suivi tout au long de ces trois ans, **Isabelle MORO** pour l'utilisation de l'IF, **Isabelle CHU** (et son petit marche pied pour l'enrobeuse) pour m'avoir formé à la salle de métallographie et au MEB, **José CALAPEZ** (pour les mots-croisés à la pause-café et les bières du mardi soir au O'Callaghan) et **Bruno RICCETTI** pour leur initiation aux essais mécaniques, **Patrick LEMOINE** (au courant de tous les derniers potins) pour l'utilisation des fours de traitement thermique, **Mathieu MONTEREMAND** pour son aide au nettoyage des tôles, **Fabien VIDOTTO** et **Jean-Marc LEIBOLD** pour la préparation des conteneurs et les cycles de CIC. Je remercie également tous les doctorants (**Achraf** et **Julien**), post-doctorant (**Miren**), CDD (**Camille**, **Anthony** et **Thomas**) et stagiaires (**Benjamin**, **Guillaume**, **Valentine**, **Julien**, **Brice**, **Simon** et **Pierre**) pour les moments de convivialité passés ensemble.

Je tiens également à remercier les membres de l'ICB pour leur accueil chaleureux à chacune de mes visites, **Nicolas GEOFFROY** pour les analyses DRX, **Rémi CHASSAGNON** pour les analyses TEM, **Olivier HEINTZ** pour les analyses XPS, **Michaele HERBST** et **Frédéric HERBST** pour la préparation des échantillons et les analyses EBSD.

Je remercie enfin chaleureusement ma famille, mes ami(e)s et tout particulièrement ma « petite », pour son soutien au quotidien.

Bonne lecture !

Résumé

Les échangeurs compacts à plaques soudés-diffusés sont une solution prometteuse dans de nombreux domaines (nucléaire, (pétro-)chimie, solaire...) du fait de leurs performances. Ils sont envisagés pour le système de conversion d'énergie du réacteur nucléaire ASTRID. Pendant le soudage CIC, la problématique est double: maîtriser la déformation des canaux et l'évolution microstructurale du matériau tout en obtenant des interfaces résistantes. Cette thèse s'intéresse à la compréhension et à la maîtrise de la microstructure des assemblages pour définir des critères « procédé » permettant l'obtention d'interfaces non marquées par le procédé et le maintien d'une taille de grains fine. Après une caractérisation approfondie de leur surface et de l'évolution au chauffage de leur microstructure, le comportement au soudage de tôles en acier austénitique 316L a été étudié en faisant varier les paramètres liés au procédé (température et pression de soudage) et au format des tôles (épaisseur, état de surface...). Les résultats montrent que la formation de l'interface est associée à des mécanismes de croissance de grain classiques avec un ancrage interfacial plus ou moins marqué selon les caractéristiques des surfaces. Les propriétés mécaniques des assemblages ont été testées afin de déterminer la nocivité des défauts rencontrés. Si les pores constituent le défaut le plus pénalisant, l'influence d'autres hétérogénéités a été mise en évidence. Les étapes de formation des interfaces ont ensuite été identifiées par la réalisation de cycles de soudage interrompus. L'intérêt d'une approche numérique par la méthode Level-Set pour simuler les évolutions microstructurales est finalement discuté.

Mots clés

Compression Isostatique à Chaud, acier austénitique 316L, croissance de grains, franchissement, propriétés mécaniques.

Abstract

Compact diffusion bonded heat exchangers are an attractive option in many fields (nuclear, (petro-)chemistry, solar...) due to their performance. This type of concept is especially intended for manufacturing the energy conversion system of the ASTRID reactor. During diffusion bonding by HIP, the problem is twofold: the channel deformation and microstructure evolution must be controlled, while at the same time, highly resistant interfaces are desired. This thesis is focused on the understanding and the control of the bonded components microstructure prepared by HIP in order to define « process » criteria to achieve welds in agreement with specifications of components containing fluidic channels: interfaces unaffected by the process and small grain size. After a detailed characterization of their surface and microstructural evolution during heating, the behavior of AISI 316L austenitic steel sheets has been examined in a parametric study by varying the parameters related to process (diffusion bonding temperature and pressure) and welding material (thickness, surface finish...). The results show that the interface formation is driven by conventional grain growth mechanisms with an interfacial pinning more or less marked depending on surface characteristics. The mechanical properties of assemblies have been tested to determine the influence of defects. Though pores are the most critical default, the influence of other heterogeneities has also been highlighted. The different steps of bond formation have been identified by performing interrupted diffusion bonding test. The interest of modeling approach by Level-Set method to simulate microstructure evolution has been finally discussed.

Key words

Hot Isostatic Pressing, austenitic stainless steel 316L, grain growth, mechanical properties.

Table des matières

Introduction générale.....	9
Chapitre 1 : Bibliographie – Le procédé de soudage par diffusion et les aciers inoxydables austénitiques	13
I. Introduction	14
II. Les aciers inoxydables austénitiques	14
II.1. Généralités	14
II.2. Microstructure	16
III. Procédé de soudage par diffusion.....	20
III.1. Généralités	20
III.2. Présentation du procédé de soudage par diffusion.....	20
III.3. Mécanismes physiques de formation de l'interface.....	23
III.4. Influence des paramètres expérimentaux.....	26
IV. Procédé de fabrication des tôles en acier inoxydable	30
IV.1. Généralités	30
IV.2. Aciérie	31
IV.3. Transformation (laminage).....	31
IV.4. Finition de surface	32
V. Conclusions	35
Chapitre 2 : Présentation des matériaux de l'étude et de leur évolution en température	37
I. Introduction	38
II. Caractérisation des matériaux à l'état de réception	38
II.1. Nuances approvisionnées	38
II.2. Microstructure.....	39
II.3. Caractéristiques de surface.....	49
II.4. Propriétés mécaniques.....	54
II.5. Synthèse	56
III. Evolution microstructurale en température : Revue bibliographique	58
III.1. Généralités	58
III.2. Migration des joints de grains.....	58
III.3. Recristallisation primaire	62
III.4. Croissance normale.....	62
III.5. Croissance anormale	65
IV. Evolution microstructurale en température : Résultats expérimentaux	67
IV.1. Evolution de la taille de grains	67
IV.2. Loi de croissance de grains.....	70
IV.3. Etude de la croissance anormale des grains.....	72

IV.4. Synthèse.....	79
V. Conclusions	80
Chapitre 3 : Etude paramétrique du procédé de soudage par diffusion CIC.....	83
I. Introduction	84
II. Elaboration des assemblages	84
III. Microstructure des assemblages.....	85
III.1. Méthodologie.....	85
III.2. Assemblage référence	87
III.3. Influence des paramètres « procédé ».....	88
III.4. Influence de l'état de surface	92
III.5. Influence de la taille de grains initiale	95
III.6. Synthèse	99
IV. Propriétés mécaniques des assemblages	100
IV.1. Essais de traction	100
IV.2. Essais de flexion par choc sur éprouvette Charpy V	107
IV.3. Essais de fluage	111
IV.4. Synthèse.....	115
V. Conclusions	116
Chapitre 4 : Formation d'une interface lors du procédé de soudage par diffusion CIC	119
I. Introduction	120
II. Processus de formation d'une interface soudée-diffusée	120
II.1. Mise en contact	121
II.2. Elimination des pores et des impuretés	123
II.3. Franchissement des interfaces.....	125
III. Etude de la cinétique de croissance des grains.....	130
III.1. Microstructure globale.....	130
III.2. Microstructure locale	134
IV. Modélisation du procédé de soudage par diffusion CIC	137
IV.1. Modèle de croissance des grains	137
IV.2. Résultats préliminaires	141
IV.3. Discussion autour de la notion de franchissement.....	144
V. Conclusions	147
Conclusions générales et perspectives	149
Références bibliographiques	153
Annexes	163

Introduction générale

La croissance soutenue des besoins énergétiques et la réduction des ressources naturelles d'uranium ont mené les autorités françaises au développement de réacteurs nucléaires de 4^{ème} génération. Dans ce contexte, le Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives (CEA) pilote la fabrication d'un prototype de Réacteur à Neutrons Rapides (RNR) à caloporteur sodium : le démonstrateur technologique ASTRID (Advanced Sodium Technological Reactor for Industrial Demonstration) d'une puissance de 1500MWth [1].

Le laboratoire travaille plus particulièrement sur le système de conversion d'énergie par refroidissement du fluide caloporteur [2]. L'option retenue par le CEA est un Echangeur de Chaleur Sodium/Gaz (ECSG). Contrairement à un échangeur de chaleur sodium/eau, option soutenue par Areva avec le retour d'expérience des réacteurs Phénix et Superphénix, l'ECSG permet d'améliorer la sûreté de l'échangeur en cas de fuite et de contact accidentel du sodium liquide avec l'eau. Les échanges thermiques sont cependant nettement moins performants pour un échange sodium/gaz que sodium/eau (facteur 1000). Un concept d'échangeur de chaleur standard à tubes n'est donc pas viable d'où l'intérêt du laboratoire pour la conception innovante d'un échangeur compact à plaques. Ce type de concept permet d'améliorer les performances de l'échangeur et ainsi de réduire l'encombrement tout en garantissant une efficacité identique.

Un échangeur compact à plaques est fabriqué à partir de tôles millimétriques dans lesquelles les canaux sont gravés chimiquement ou mécaniquement. Après empilement des tôles, l'assemblage est réalisé par un procédé de soudage par diffusion, la Compression Isostatique à Chaud (CIC ou HIP pour Hot Isostatic Pressing en anglais). Ce type de procédé permet un assemblage en phase solide sans apport de matière et a l'avantage, de par les mécanismes physiques mis en jeu, de ne pas présenter de fusion locale. Ce résultat est obtenu grâce à l'effet conjugué de la pression et de la température d'assemblage, environ 0,5 à 0,8 fois la température de fusion du matériau.

Pendant le soudage, la problématique est double : il est nécessaire de maîtriser la déformation des canaux et l'évolution microstructurale du matériau tout en obtenant des interfaces résistantes. La tenue mécanique des assemblages dépend de la présence ou non de pores aux interfaces et également d'inclusions résultant de polluants et/ou d'oxydes présents sur les surfaces des tôles, de la formation de phases minoritaires ainsi que de l'étendue de la migration des joints de grains à travers l'interface. Les paramètres liés au procédé (temps, température et pression de soudage) ainsi que la nature des surfaces à assembler (rugosité, oxyde...) doivent donc être particulièrement bien choisis et maîtrisés.

Cette thèse s'intéresse plus précisément à la microstructure des assemblages soudés-diffusés afin de répondre à deux exigences déterminantes pour le procédé selon l'échelle considérée :

- Locale au niveau de l'interface : D'un point de vue de la codification, l'obtention d'un assemblage homogène, sans discontinuité de microstructure, est nécessaire afin de considérer des caractéristiques globales de l'assemblage sans avoir à affecter un coefficient de joint. Cet aspect pose notamment des interrogations sur les mécanismes de transformation des surfaces en interfaces.

- Globale à l'échelle de la pièce : Un nombre de grains minimum dans la paroi entre le fluide caloporteur et le gaz doit être garanti, typiquement 10 grains dans une paroi de 1mm, afin de pouvoir appliquer la théorie des milieux continus et ainsi de dimensionner l'échangeur de chaleur, de garantir les propriétés mécaniques et d'éviter un risque de corrosion intergranulaire. Ce point nécessite une maîtrise des températures de soudage afin de garantir la microstructure dans tout le volume puisque c'est l'ensemble de la pièce qui est traité thermiquement lors du procédé de soudage par CIC.

Les travaux de recherche proposés dans le cadre de cette thèse ont donc pour objectif d'apporter des éléments de compréhension sur la nature des surfaces à assembler et la façon dont elles évoluent lors d'un cycle de soudage par diffusion afin d'appréhender les mécanismes de formation d'une interface. La connaissance de ces mécanismes (moteurs et freins) devrait, par la suite, permettre de définir des critères « procédé » permettant de réaliser des soudures par diffusion, qui répondent aux spécifications de pièces contenant des canaux fluidiques. Dans le même temps, la microstructure en volume de la pièce doit être également contrôlée en fonction des paramètres de soudage. L'acier inoxydable austénitique 316L servira de matériau référence pour ce travail puisqu'il est le matériau retenu, à l'heure actuelle, pour la fabrication des échangeurs de chaleur pour le réacteur ASTRID. Cette étude s'inscrit cependant dans un cadre générique et doit demeurer transposable à d'autres alliages.

Pour répondre à ces objectifs, ce manuscrit s'articule en quatre parties principales :

Le premier chapitre est consacré au procédé d'assemblage par CIC et aux aciers inoxydables austénitiques sous forme de tôle. Dans un premier temps, la microstructure des aciers de type 316L est introduite puis l'étude bibliographique s'attache à mettre en évidence les mécanismes physiques intervenant lors du procédé de soudage par diffusion. L'influence des paramètres expérimentaux sur la formation d'une interface et sur les propriétés mécaniques est également discutée. L'accent est finalement porté sur le procédé de fabrication des tôles en acier inoxydable austénitique afin de mettre en évidence les caractéristiques propres à ce type de format.

Le deuxième chapitre est dédié à la caractérisation des tôles à l'état de réception. Des variantes aux tôles de référence avec différents états de surface et épaisseurs ont été approvisionnées. La microstructure et les caractéristiques de surface ainsi que les propriétés mécaniques en traction sont présentées. Afin de déterminer une température d'assemblage adéquate, l'évolution de la microstructure en température du matériau de référence est étudiée. Une attention particulière est notamment portée sur l'apparition de la croissance anormale dans les aciers approvisionnés. Une revue bibliographique est menée et les mécanismes de croissances de grains sont présentés.

Le troisième chapitre présente une étude paramétrique sur l'étape conduisant à la formation de l'interface lors d'assemblage par CIC de tôles pleines. L'influence des paramètres « procédés » (température et pression) et du matériau de l'étude (état de surface et taille de grains) est étudiée. La microstructure et les propriétés mécaniques des assemblages soudés-diffusés sont présentées et discutées. L'étude s'attache à mettre en évidence le mode d'endommagement des assemblages en regard de leur microstructure.

Le dernier chapitre est une discussion autour de la formation d'une interface lors du procédé de soudage par diffusion CIC. Pour cela, des CIC interrompues ont été réalisées à partir d'un cycle de référence afin d'identifier les différentes étapes de formation d'une interface soudée-diffusée. L'intérêt de la simulation numérique pour le procédé de soudage par diffusion est finalement discuté et des résultats préliminaires pour un cas simplifié sont présentés et comparés aux résultats expérimentaux.

Les conclusions et les perspectives de ce travail sont finalement données.

Chapitre 1 : Bibliographie – Le procédé de soudage par diffusion et les aciers inoxydables austénitiques

I. Introduction	14
II. Les aciers inoxydables austénitiques	14
II.1. Généralités	14
II.2. Microstructure	16
II.2.1. Structure cristallographique	16
II.2.2. Précipités	17
III. Procédé de soudage par diffusion.....	20
III.1. Généralités	20
III.2. Présentation du procédé de soudage par diffusion.....	20
III.2.1. Principe	20
III.2.2. Mise en œuvre	21
III.3. Mécanismes physiques de formation de l'interface	23
III.3.1. Généralités	23
III.3.2. Déformation plastique et viscoplastique.....	24
III.3.3. Transport par diffusion	24
III.3.4. Modélisation analytique	24
III.4. Influence des paramètres expérimentaux.....	26
III.4.1. Influence des paramètres opératoires.....	26
III.4.2. Influence des caractéristiques du matériau de départ	27
IV. Procédé de fabrication des tôles en acier inoxydable	30
IV.1. Généralités	30
IV.2. Aciérie	31
IV.3. Transformation (laminage)	31
IV.4. Finition de surface	32
IV.4.1. Généralités	32
IV.4.2. Etat de surface 2B.....	33
IV.4.3. Etat de surface 2R.....	34
V. Conclusions	35

I. Introduction

Ce premier chapitre est consacré à une revue bibliographique portant sur le procédé de soudage par diffusion et sur les aciers inoxydables austénitiques.

Dans un premier temps, la microstructure des aciers inoxydables austénitiques de type 316L est présentée. L'accent est porté sur l'apparition des différentes phases dans ce type d'acier. Le procédé de soudage par diffusion par CIC est ensuite introduit. Des aspects généraux concernant le procédé sont tout d'abord présentés puis les mécanismes physiques intervenant lors de la formation de l'interface sont exposés. L'influence des paramètres opératoires du cycle de CIC ainsi que des propriétés de surface et de volume du matériau soudé est finalement présentée. Une bonne connaissance de l'histoire thermomécanique des tôles est nécessaire pour comprendre et interpréter la microstructure et les propriétés mécaniques des assemblages soudés-diffusés. Pour ce faire, la partie trois de ce chapitre est consacrée au procédé d'élaboration des tôles en acier inoxydable austénitique.

II. Les aciers inoxydables austénitiques

II.1. Généralités

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.

L'alliage 316 (désignation américaine) est un acier austénitique dont il existe de nombreuses variantes, Tableau 1.1. Elles diffèrent par la teneur en C, N et en éléments d'additions (Cr, Mo et Ni) et en Ti dans le cas de la nuance stabilisée au titane (316Ti). La désignation américaine du 316L est cependant très réductrice par rapport à la désignation Européenne. L'acier 316L est réparti selon trois dénominations :

- 1.4404,
- 1.4432 (augmentation des teneurs en chrome, molybdène et de la limite basse du nickel),
- 1.4435 (augmentation des teneurs en chrome, molybdène et nickel).

Pour le démonstrateur technologique ASTRID, la composition chimique de l'acier doit suivre le code nucléaire RCC-MRx, Tableau 1.2. Dans ce cas, la composition chimique de l'acier est très resserrée pour tous les éléments et des teneurs maximales sont également définies pour le cuivre, bore et cobalt. La teneur de ces éléments est limitée pour des risques de fragilisation sous irradiation pour le cuivre et d'activation neutronique pour le bore et le cobalt. L'approvisionnement de cette nuance est cependant difficile et très coûteux (coulée sur demande), c'est pourquoi l'acier 1.4404 a été utilisé dans le cadre de cette étude. Pour la suite du manuscrit, la désignation européenne 1.4404 est utilisée afin d'éviter les ambiguïtés de la désignation américaine sauf cas contraire.

Acier	C	Si	Mn	P _{max}	S	N	Cr	Mo	Ni	Ti
316 (1.4401)	≤0,07	≤1,00	≤2,00	0,045	≤0,015	≤0,11	16,5 à 18,5	2,00 à 2,50	10,0 à 13,0	-
316L (1.4404)	≤0,030	≤1,00	≤2,00	0,045	≤0,015	≤0,11	16,5 à 18,5	2,00 à 2,50	10,0 à 13,0	-
316LN (1.4406)	≤0,030	≤1,00	≤2,00	0,045	≤0,015	0,12 à 0,22	16,5 à 18,5	2,00 à 2,50	10,0 à 12,5	-
316 (1.4436)	≤0,05	≤1,00	≤2,00	0,045	≤0,015	≤0,11	16,5 à 18,5	2,50 à 3,00	10,5 à 13,0	-
316L (1.4432)	≤0,030	≤1,00	≤2,00	0,045	≤0,015	≤0,11	17 à 19	2,50 à 3,00	10,5 à 13,0	-
316L (1.4435)	≤0,030	≤1,00	≤2,00	0,045	≤0,015	≤0,11	17 à 19	2,50 à 3,00	12,5 à 15,0	-
316LN (1.4429)	≤0,030	≤1,00	≤2,00	0,045	≤0,015	0,12 à 0,22	16,5 à 18,5	2,50 à 3,00	11,0 à 14,0	-
316Ti (1.4571)	≤0,08	≤1,00	≤2,00	0,045	≤0,015	-	16,5 à 18,5	2,00 à 2,50	10,5 à 13,0	5×C à 0,70

Tableau 1.1 : Composition chimique (% masse) des aciers inoxydables austénitiques type 316 selon la norme EN 10088-2 : 2005.

Désignation : X2 CrNiMo17-12-2 à azote contrôlé	
Eléments	Sur coulée et sur produit (%)
Carbone -----	≤ 0,030
Manganèse -----	1,60 - 2,00
Silicium -----	≤ 0,50
Phosphore -----	≤ 0,030
Soufre -----	≤ 0,015
Chrome -----	17,00 - 18,00
Nickel -----	12,00 - 12,50
Molybdène -----	2,30 - 2,70
Cobalt -----	selon la classe (1)
Azote -----	0,060 - 0,080
Bore -----	≤ 0,0020
Cuivre -----	≤ 1,00

(1) Les prescriptions relatives à la teneur en cobalt et la classe de pureté à considérer sont précisées dans la Spécification d'Équipement.
(classe 1 : ≤ 0,20%, classe 2 : ≤ 0,05% et classe 3 : ≤ 0,01%)

Tableau 1.2 : Composition chimique (% masse) de l'acier 316L(N) tel que définie dans le code RCC-MRx.

Paradoxalement, l'inoxidabilité des aciers inoxydables tient au caractère particulièrement oxydable d'un ou plusieurs de leurs éléments. Il est nécessaire que l'alliage possède en effet une teneur en chrome minimale de 10-11% afin que l'acier forme spontanément une couche continue et protectrice de chromine en surface (Cr₂O₃). Afin d'assurer une bonne résistance à la corrosion à haute température, la teneur en chrome est généralement plus élevée, typiquement 18% environ. Ce film d'épaisseur de quelques nanomètres est fortement solidaire du substrat et, en cas d'endommagement local, il possède la propriété de pouvoir se reconstituer dans un grand nombre de milieux (propriété d'autopassivation).

II.2. Microstructure

II.2.1. Structure cristallographique

Dans la matrice Fe, tous les éléments sont soit en solution solide dans l'austénite, soit sous forme de phases minoritaires et/ou d'impuretés. Certains éléments sont γ -gènes (C, N, Ni, Cu, Co, Mn) et stabilisent la phase austénitique alors que d'autres au contraire sont α -gènes (Cr, Mo, Si, V, Ti, Nb) et rétrécissent le domaine austénitique. Afin de déterminer la structure des aciers inoxydables, plusieurs modèles approximatifs basés sur la notion de chrome et de nickel équivalents ont été proposés. Pour les produits laminés, le diagramme de Pryce et Andrews [3] doit être considéré, Figure 1.1.

Les aciers type 316 se trouvent à la frontière du domaine purement austénitique et du domaine avec coexistence des phases austénitique et ferritique. Des hétérogénéités locales de la composition chimique peuvent entraîner la présence de ferrite δ résiduelle. Expérimentalement, de la ferrite δ résiduelle en faible quantité a en effet été observée dans des tôles en 316L(N) [4].

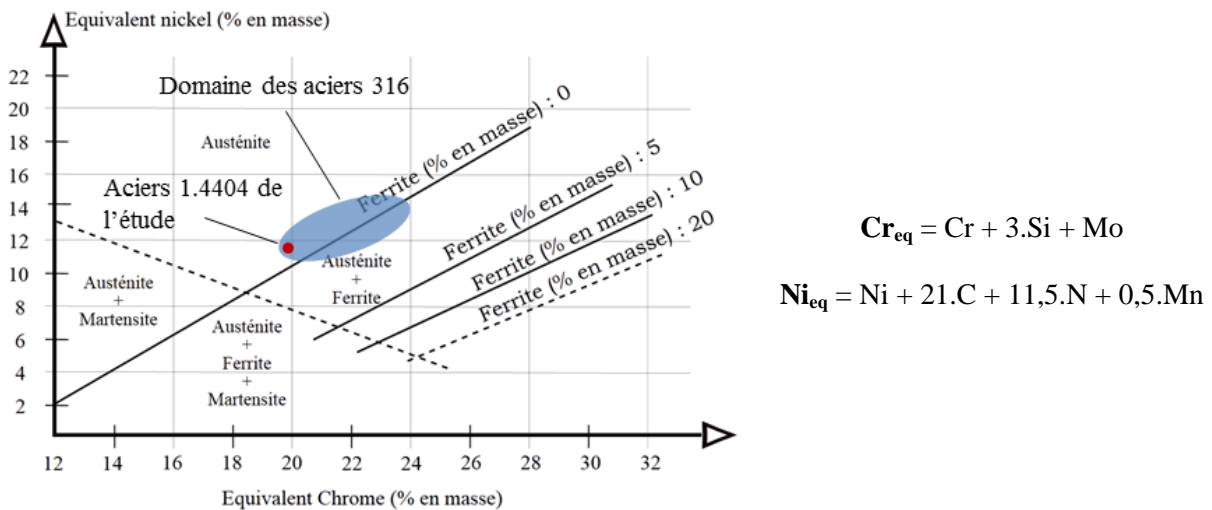
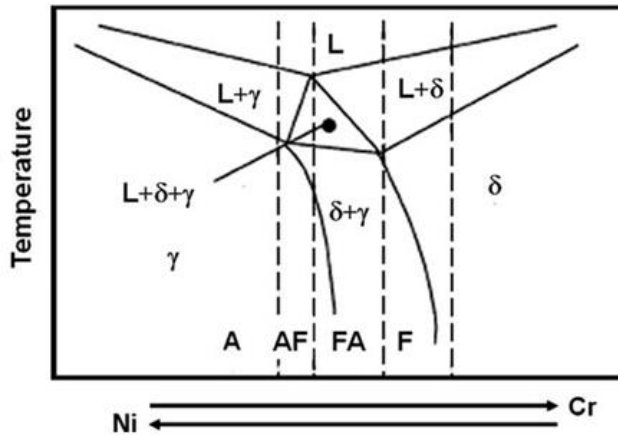


Figure 1.1 : Diagramme et équations de Pryce et Andrews [3].

Le mode de solidification de l'alliage peut être divisé en quatre zones, Figure 1.2, selon la composition chimique de l'acier [5–7] :

- **Mode A** : Formation de l'austénite primaire par solidification. La structure finale est entièrement austénitique,
- **Mode AF** : Formation de la ferrite secondaire par transformation. Une transformation à l'état solide ($\delta \rightarrow \gamma$) se produit pour finalement obtenir une structure composée d'austénite et de ferrite vermiculaire,
- **Mode FA** : Formation de la ferrite primaire puis de l'austénite. La structure finale est une ferrite aciculaire dans une matrice austénitique,
- **Mode F** : Transformation en phase solide de l'austénite ($\delta \rightarrow \gamma$) lors du refroidissement pour finalement obtenir une coexistence des deux phases.

D'après le calcul des rapports (Cr_{eq}/Ni_{eq}), tous les aciers de la famille 316 ont un processus de solidification selon le mode FA. Des études ont montré que la vitesse de refroidissement a un effet majeur sur le comportement des aciers inoxydables austénitiques lors de la solidification [7]. Lorsque la vitesse de refroidissement est trop élevée, le comportement lors de la solidification peut être hors équilibre et la transformation en austénite ($\delta \rightarrow \gamma$) peut alors ne pas être complète.



- $(Cr_{eq}/Ni_{eq}) < 1,25$
Mode A : $L \rightarrow L + \gamma \rightarrow \gamma$
- $1,25 < (Cr_{eq}/Ni_{eq}) < 1,48$
Mode AF : $L \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + \gamma + \delta \rightarrow \gamma + \delta$
- $1,48 < (Cr_{eq}/Ni_{eq}) < 1,95$
Mode FA : $L \rightarrow L + \delta \rightarrow L + \delta + \gamma \rightarrow \gamma + \delta$
- $(Cr_{eq}/Ni_{eq}) > 1,95$
Mode F : $L \rightarrow L + \delta \rightarrow \delta \rightarrow \gamma + \delta$

Figure 1.2 : Diagramme pseudo-binaire schématisé du système Fe-Cr-Ni montrant les quatre modes de solidification d'un acier austénitique [5].

Dans la matrice austénitique, des oxydes (silicates, aluminates...) et des sulfures peuvent également être observés [8]. Ces inclusions se forment pour la plupart en fin de solidification et sont peu affectées par les transformations à l'état solide.

II.2.2. Précipités

La structure austénitique des aciers inoxydables étant une structure métastable obtenue par hypertrempe, une forte proportion des éléments d'alliage est alors en sursaturation dans la matrice. Il s'en suit, lors d'un recuit ou d'un maintien en température, que ces éléments solutés tendent à précipiter. Les éléments Fe, Cr, Mo, N, et C sont les principaux constituants des précipités ainsi que Ti pour la nuance stabilisée au titane. Les processus de précipitation se produisent sur un large domaine de température et de nombreuses phases peuvent apparaître pour un acier 316L, Figure 1.3. Les précipités formés sont principalement des carbures de chrome $M_{23}C_6$ suivis par des phases intermétalliques (phases σ , χ et de Laves) à plus haute température et long temps de maintien. Une augmentation de la température d'hypertrempe engendre un décalage du diagramme TTT (Temps-Température-Transformation) vers des temps de précipitation plus courts.

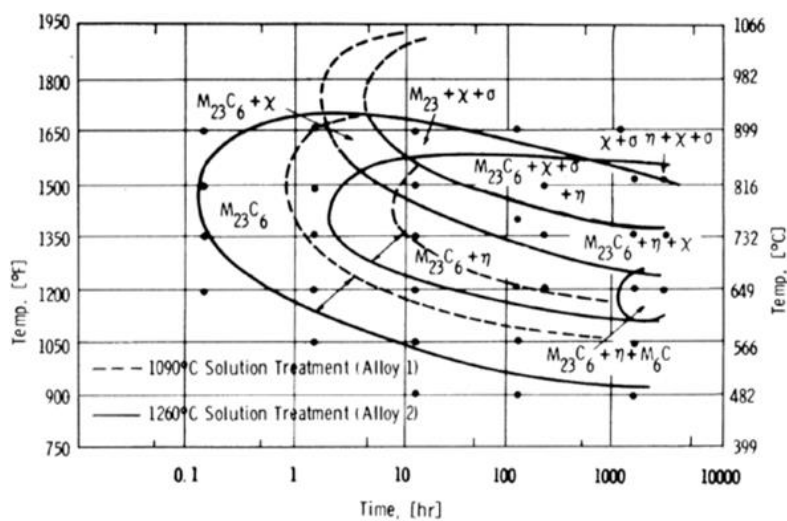


Figure 1.3 : Diagrammes TTT d'un acier 316L : indice de grosseur du grain ASTM -1 et 3/4 pour l'alliage 1 (recuit pendant 1h et trempé à l'eau) et l'alliage 2 (recuit pendant 1,5h et trempé à l'eau), respectivement [9].

Le **carbure $M_{23}C_6$** (M, atome métallique et C, carbone) est le principal carbure de tous les aciers inoxydables austénitiques exceptées les nuances avec des ajouts de titane et de niobium. Sa présence est souvent associée à des risques de déchromisation locale de la matrice s'accompagnant d'une perte d'inoxidabilité et d'une sensibilité des joints de grains, l'ensemble pouvant donner finalement lieu au phénomène de corrosion intergranulaire [10]. L'utilisation d'une nuance bas carbone, l'acier 316L, permet de réduire efficacement l'apparition de ce carbure. La composition chimique d'un carbure $M_{23}C_6$ dans un 316L après un vieillissement de 1500h à 900°C est $(Cr_{16}Fe_5Mo_2)C_6$ [9]. La séquence de précipitation des carbures de chrome est la suivante : joint de grains, parois de macles incohérentes puis cohérentes et enfin dans les grains pour des températures comprises entre 540 et 840°C, Figure 1.4 (a). Lorsque de la ferrite se présente dans l'austénite, la précipitation de ces carbures débute initialement aux interfaces α/γ étant donné que la diffusion des éléments d'alliages est plus rapide dans la ferrite que dans l'austénite, Figure 1.4 (b). Une inclusion non métallique peut également être un site favorable pour la germination des carbures de chrome. La cinétique de précipitation de ce carbure est contrôlée par la vitesse de diffusion du chrome dans le fer qui est très rapide dans la gamme de température 600-900°C.

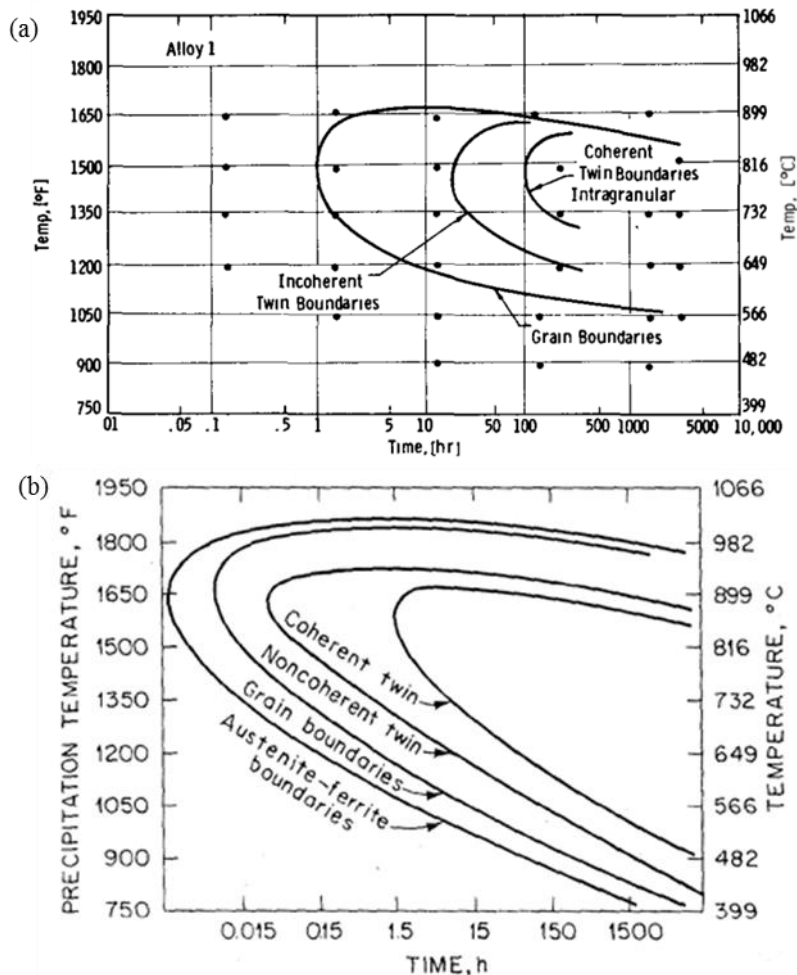


Figure 1.4 : Cinétique de précipitation isotherme des carbures $M_{23}C_6$ dans un acier 316L [9] (a) et 304L [11] (b).

Des phases intermétalliques peuvent également être observées dans les aciers inoxydables pour des temps de vieillissement plus longs. Ces phases apparaissent en général dans la gamme de température 600 à 1150°C et sont fragilisantes pour la tenue mécanique de l'acier.

La **phase Sigma (σ)** est un intermétallique de composition nominale FeCr qui est généralement étendu à $(\text{FeNi})_x(\text{CrMo})_y$. La précipitation de la phase σ est limitée par la diffusion des éléments d'alliage et nécessite des interfaces à hautes énergies. Cette phase se forme d'abord aux joints de grains triples, puis aux joints simples et, seulement après des durées élevées, aux parois de macles et enfin sur les inclusions intragranulaires de type oxyde [9,12]. Le mécanisme de germination de cette phase est sujet à controverse en ce qui concerne le rôle de la ferrite δ et du carbure M_{23}C_6 . Certains auteurs montrent que la phase σ peut se former à partir des carbures M_{23}C_6 et d'autres la trouvent indépendamment de celle-ci [13–15]. Les auteurs sont néanmoins d'accord sur le fait que la ferrite δ résiduelle, héritée des hautes températures, est un site favorable pour la précipitation de la phase σ .

La **phase Chi (χ)** est un intermétallique mineur des aciers inoxydables au molybdène, observé aux alentours de 750°C et pour des durées élevées. Sa composition nominale est $\text{Fe}_{36}\text{Cr}_{12}\text{Mo}_{10}$ mais cette phase tolère de larges variations de composition, le nickel pouvant se substituer au fer. La composition de la phase χ dans un acier 316L est $(\text{FeNi})_{36}\text{Cr}_{18}\text{Mo}_4$ [9]. Les sites de germination de la phase χ sont tout d'abord les joints de grains, les parois de macles et, occasionnellement, dans les grains sur les dislocations. Il apparaît que cette phase peut fréquemment croître depuis les carbures M_{23}C_6 qui se décomposent après de longs maintiens à haute température.

La **phase de Laves (η)** est également un intermétallique mineur des aciers inoxydables au molybdène, de composition nominale Fe_2Mo .

Le procédé de fabrication de l'acier austénitique est un facteur important jouant sur la cinétique de précipitation des carbures (M_{23}C_6) et des phases intermétalliques, notamment lorsque celui-ci comprend une étape de travail à froid, Figure 1.5. Le travail à froid accélère considérablement la cinétique de précipitation pour les carbures (M_{23}C_6) et la phase σ . Selon les auteurs, cet effet est attribué au travail à froid lui-même par l'augmentation du nombre de sites de germination (dislocations et fautes d'empilement) [9] ou à la recristallisation se produisant inévitablement lors du traitement thermique [12,13]. Le nombre de particules de la phase σ augmente très rapidement après la recristallisation du matériau. Aucune précipitation particulière n'a cependant été observée dans des tôles en acier 316L puisqu'après le laminage à froid, l'hypertrempe est réalisée à haute température (1030-1110°C) et les vitesses de refroidissement sont très rapides.

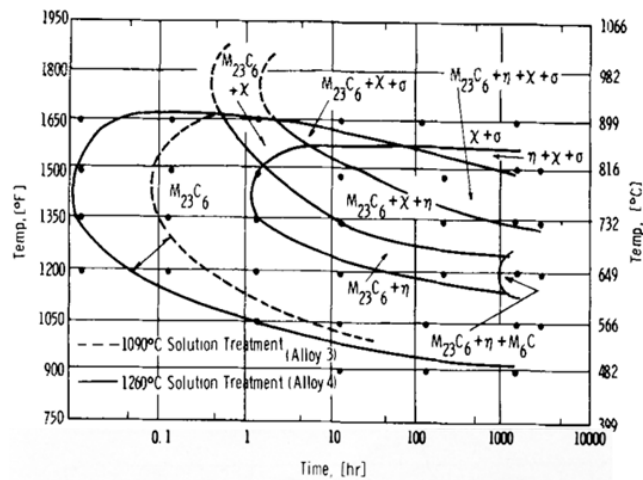


Figure 1.5 : Diagrammes TTT d'un acier 316L déformé à froid: indice de grosseur du grain ASTM -1 et 3/4 pour l'alliage 3 (recuit pendant 1h, trempé à l'eau et 20% de déformation à froid) et l'alliage 4 (recuit pendant 1,5h, trempé à l'eau et 20% de déformation à froid), respectivement [9].

Les différents précipités pouvant apparaître dans les aciers austénitiques peuvent entraîner des phénomènes de sensibilisation à la corrosion ou un durcissement voire une fragilisation de la matrice. Les propriétés mécaniques sont fonction de la quantité de précipités présents dans la matrice austénitique. L'essai de flexion par choc sur éprouvette Charpy avec entaille en V à basse température (-185°C) est un essai adapté pour révéler la présence de phases fragiles. Une chute importante de la résilience apparaît dès la formation des carbures de chrome et se poursuit lors de la croissance du nombre de précipités [9].

III. Procédé de soudage par diffusion

III.1. Généralités

Le procédé de soudage par diffusion par CIC est une technique de soudage en phase solide étudiée depuis le début des années 1960. C'est un procédé d'assemblage qui a l'avantage, de par les mécanismes physiques mis en jeu, de ne pas présenter de fusion locale et permet ainsi de s'affranchir de certains problèmes liés à la présence d'une zone fondue (ZF) ou affectée thermiquement (ZAT), inhérente à d'autres techniques de soudage plus classiques (soudage à l'arc, brasage, soudage par friction linéaire...). Cette technique permet en outre l'obtention de joints homogènes ou hétérogènes, sur des grandes surfaces et avec des orientations de joint quelconques, particulièrement résistants, y compris avec des matériaux réputés insoudables entre eux (aciers et alliages de Cu, Ti, Zr...). Ce résultat est obtenu grâce à l'effet conjugué de la pression isostatique et de la température. La possibilité d'appliquer une forte pression et ainsi de réduire la température de soudage, garantit l'obtention d'une microstructure fine et l'absence de déformation massive. Une bonne homogénéité microstructurale est obtenue puisque c'est l'ensemble de la pièce qui est traité thermiquement.

Etant donné la lourdeur du procédé et son coût très élevé, cette technique de soudage n'est utilisée que pour des pièces à haute valeur ajoutée. Aujourd'hui, elle est fréquemment utilisée pour des applications pétrolières, la construction aérospatiale et, plus récemment, dans le domaine du nucléaire. A titre d'exemple pour le nucléaire, la technique a déjà fait ces preuves pour la fabrication d'une partie du support du bouclier [16] et des composants de la première paroi [17] pour le réacteur ITER (International Thermonuclear Experimental Reactor).

III.2. Présentation du procédé de soudage par diffusion

III.2.1. Principe

Le soudage par diffusion est un procédé d'assemblage en phase solide obtenu par l'application d'une forte pression et d'une température élevée mais restant inférieure à la température de fusion du matériau à souder, généralement 0,5 à 0,8 fois sa température de fusion. La Figure 1.6 schématise les mécanismes de soudage par diffusion avec la distinction de deux stades :

- Accostage et déformation plastique localisée au niveau des aspérités, Figure 1.6 (a),
- Puis résorption lente des cavités isolées par fluage et diffusion, Figure 1.6 (b). Cette étape est accompagnée par une croissance généralisée des grains permettant un franchissement de l'interface par les joints de grains, Figure 1.6 (c).

Les sources et les contributions de ces mécanismes à la formation de l'interface sont expliquées et détaillées dans la partie III.3 de ce chapitre.

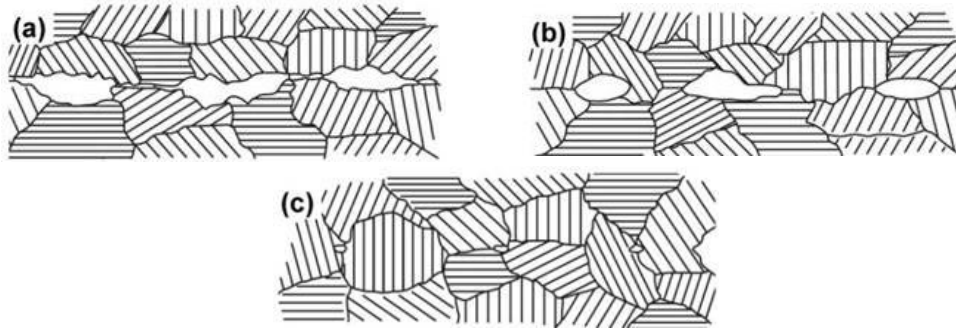


Figure 1.6 : Représentation schématique des différents stades du soudage par diffusion d'un assemblage homogène [18].

Ce schéma doit toutefois être considéré avec précaution. En particulier, le contact entre les deux tôles présenté sur la Figure 1.6 (a) ne s'établit que si la planéité des surfaces est suffisante. Dans le cas contraire, des zones de non-contact peuvent subsister tant que les jeux macroscopiques n'ont pas été éliminés par la déformation du matériau. Par ailleurs, le franchissement de l'interface par les joints de grains n'est pas systématique comme présenté sur la Figure 1.6 (c) et dépend essentiellement de l'efficacité du nettoyage au préalable des surfaces avant soudage. Ce procédé nécessite donc une bonne préparation de surface en termes de rugosité, de décapage, de dégraissage...

III.2.2. Mise en œuvre

Des assemblages soudés-diffusés peuvent être obtenus par CUC (Compression Uniaxiale à Chaud) ou par CIC (Compression Isostatique à Chaud). La différence entre ces deux procédés est le système d'application de la pression sur la pièce à souder. La pression est appliquée par une presse dans le cas d'un assemblage par CUC alors qu'elle est appliquée de manière isostatique par un gaz inerte (argon ou hélium) dans le cas d'un assemblage par CIC. La pression uniaxiale impose des géométries limitées pour les pièces à souder par rapport à des assemblages réalisés avec une pression isostatique. C'est cette dernière méthode qui a été utilisée dans la suite de l'étude. Cependant, les études menées et disponibles dans la bibliographie sur le procédé de soudage par diffusion portent principalement sur des assemblages réalisés par CUC.

Les pièces à souder sont tout d'abord nettoyées afin d'éliminer les pollutions issues du procédé de fabrication, d'usinage et de leur manipulation. Les pièces sont ensuite introduites dans un conteneur métallique fabriqué par pliage de tôle, généralement en acier inoxydable. Le conteneur permet d'une part, d'isoler les interfaces du gaz et, d'autre part, de transmettre la pression. Le couvercle du conteneur est alors soudé et le conteneur est dégazé, à température ambiante ou en température, à l'aide d'un groupe de pompage par le queusot. Un queusot est un tube métallique placé à l'extrémité du conteneur servant à faire le lien entre le conteneur et le système de pompage. Le dégazage permet d'éliminer les espèces physisorbées, dont majoritairement de l'eau, en surface des pièces. La température ne doit cependant pas être trop élevée afin d'éviter la réaction des espèces adsorbées (essentiellement H_2O et CO_2) avec la surface des pièces. Après obturation du queusot, l'ensemble conteneur et pièces est alors introduit dans une enceinte de CIC. Le conteneur est finalement éliminé par usinage ou attaque chimique sélective.

Les enceintes CIC de R&D ont un diamètre utile de l'ordre de la centaine de millimètres, Figure 1.7 (a), alors que les enceintes en industrie sont de plusieurs mètres de diamètre et de hauteur, Figure 1.7 (b). Aujourd'hui la plus grande enceinte CIC est installée au Japon avec un four de diamètre

intérieur de 2050mm et une hauteur de 4200mm (Source en ligne : <http://www.kinzoku.co.jp/english/eng/giga-hip.html>). La température et la pression maximale de cette enceinte sont 1350°C et 118MPa, respectivement. Des enceintes fonctionnant à plus haute température et pression existent, typiquement 2000°C et 200MPa, afin de traiter des pièces avec un haut point de fusion (matériaux réfractaires) telles que des céramiques [19]. Cependant, la pression minimum de fonctionnement des enceintes industrielles est de l'ordre de 10MPa. D'une part, la régulation de la pression est délicate à basse pression et, d'autre part, le résistor peut entrer en résonance pouvant entraîner sa rupture. La pression est généralement appliquée par l'intermédiaire d'argon et la température au moyen de résistors en alliage FeCrAl, molybdène, graphite ou tungstène selon la technologie utilisée et la plage de température de l'enceinte.

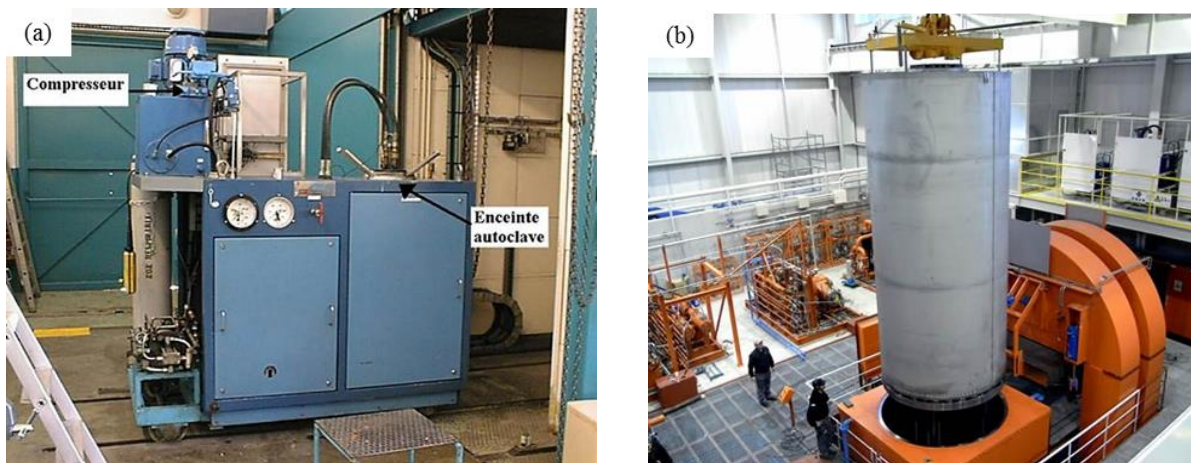


Figure 1.7 : Enceinte CIC de recherche au CEA Grenoble (a) et industrielle à Metal Technology Co. Ltd. au Japon (b).

Un cycle de CIC se compose d'une phase de chauffage et de mise en pression (généralement 300°C/h), d'un palier en pression et en température de plusieurs heures et d'un refroidissement avec une baisse de la pression. La durée totale du cycle de CIC est donc souvent supérieure à 10h dans les installations industrielles. Des techniques de refroidissement rapide sont de plus en plus employées pour réduire la durée du cycle et donc les coûts de production. Ces techniques sont soit basées :

- Sur la convection forcée par pompage du gaz de l'enceinte pour le refroidir à l'extérieur à l'aide d'un échangeur de chaleur puis le réinjecter froid,
- Sur la convection forcée à l'aide de pales en circuit fermé également. Le gaz est alors refroidi sur les parois froides de l'enceinte de CIC.

La forte pression de gaz augmente les transferts thermiques entre la paroi et le gaz sous pression. Le coefficient de transfert thermique à 200MPa est environ 30 fois plus important qu'à 0,6MPa [20]. Une bonne homogénéité thermique est donc obtenue par le procédé de CIC ce qui permet d'éviter les problèmes liés aux gradients thermiques (hétérogénéités de structure, distribution de contraintes résiduelles). De plus, grâce à l'amélioration des vitesses de refroidissement, il est possible, selon le matériau à souder, de réaliser directement dans l'enceinte de CIC le traitement de trempe.

De nos jours, le procédé CIC est principalement utilisé pour le traitement de pièces de fonderie en vue d'éliminer les pores internes et pour l'obtention de pièces de formes complexes issues de la MDP (Métallurgie Des Poudres), le soudage par diffusion ne venant qu'en troisième position.

III.3. Mécanismes physiques de formation de l'interface

III.3.1. Généralités

La formation de l'interface au cours d'un assemblage par soudage par diffusion s'établit par la fermeture de la porosité et le franchissement de l'interface par les joints de grains. A ce jour, aucune étude n'a été trouvée sur les mécanismes de franchissement d'une interface lors d'un procédé de soudage par diffusion de tôles. Ce phénomène a néanmoins été étudié dans le domaine de la métallurgie des poudres lors de compaction par CIC [21]. Le processus de franchissement des interfaces est alors associé à la croissance des grains dans le matériau et une forte interaction avec les PPB (Prior Particles Boundaries) est mise en évidence. Finalement, l'étude du franchissement revient donc à étudier la croissance des grains en présence ou non d'impuretés. La croissance des grains dans les aciers austénitiques est détaillée dans le chapitre 2. L'influence des différents phénomènes pouvant ralentir la croissance des grains et donc le franchissement est présentée.

Cette partie se consacre aux mécanismes physiques entraînant la fermeture des pores au cours d'un procédé de soudage par diffusion de tôles. Des modèles théoriques quantitatifs, comprenant tous les mécanismes, ont été développés dans les années 1980 par Derby et Wallach [22–24]. Les différents mécanismes considérés dans le modèle ont été établis par analogie aux mécanismes présents lors d'un procédé de frittage. Ils peuvent être classés en trois grandes catégories, Figure 1.8 (a-c) :

- Mécanismes de déformation : déformation plastique (référence 0 sur la Figure 1.8 (c)) et viscoplastique (6) appelée par certains auteurs aussi fluage obéissant à une loi de comportement de type puissance.
- Mécanismes diffusifs de surface, Figure 1.8 (a) : diffusion depuis la surface vers le cou des pores (1), diffusion en volume depuis la surface vers le cou des pores (2) et le transport gazeux (évaporation-condensation) (3).
- Mécanismes diffusifs d'interface, Figure 1.8 (b) : diffusion aux joints des grains depuis l'interface vers le cou des pores (4) et diffusion en volume depuis l'interface vers le cou de des pores (5).

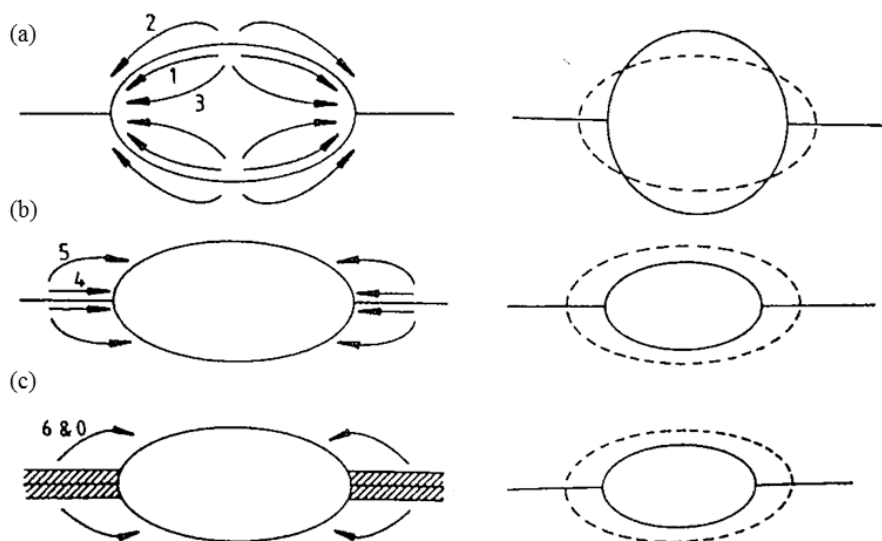


Figure 1.8 : Schématisation des mécanismes d'élimination des pores au cours d'un assemblage par soudage par diffusion : mécanismes de surface (a), mécanismes d'interface (b) et mécanismes de déformation (c) [24].

III.3.2. Déformation plastique et viscoplastique

Dans les premiers stades, l'aire de contact réelle des surfaces est faible par rapport à l'aire de contact nominale. La contrainte locale excède donc fortement la limite d'élasticité du matériau et la déformation plastique apparaît instantanément. Ensuite, l'aire de contact est réduite jusqu'à ce que la contrainte se trouve en-dessous de la limite d'élasticité du matériau et finalement la déformation plastique cesse. Ce mécanisme est indépendant du temps de soudage et contribue seulement à quelques pourcents de l'interface soudée [25]. Ensuite, quand la température augmente, la formation de l'interface se poursuit par des processus de déformation dépendant du temps, le fluage. La vitesse de déformation viscoplastique est contrôlée par la montée des dislocations qui est gouvernée par la pression et la température de soudage. Il est le plus souvent décisif pour la formation d'une interface et contribue donc fortement à la fermeture des pores. Il représente le mécanisme prépondérant pour une grande partie du temps du procédé. Lorsque la durée du palier à haute température est prolongée et pour les derniers pourcents de la fermeture de la porosité, le mécanisme de déformation viscoplastique diminue et les mécanismes diffusifs deviennent prépondérants [26].

III.3.3. Transport par diffusion

Le transport par diffusion, contrairement à la déformation viscoplastique, est la somme de plusieurs phénomènes qui peuvent se produire simultanément ou successivement. En effet, lors du transport par diffusion, la matière peut se déplacer par des mécanismes diffusifs d'interface et de surface. Les mécanismes d'interface (chemins 4 et 5 sur la Figure 1.8), activés par les gradients de potentiel chimique qui se développent sous l'effet de gradients de contrainte, contribuent à la fermeture de la porosité par diffusion de la matière de l'interface vers le cou des pores. Ces mécanismes sont également appelés fluage-diffusion de type Coble (chemin 4) et Nabarro-Herring (chemin 5). Les mécanismes de surface (chemins 1, 2 et 3), activés par les gradients de pression capillaire (courbures des interfaces solide/pores) et les gradients de contrainte, conduisent à une simple évolution de la forme des pores sans les fermer. De façon générale et en particulier à des températures inférieures à 1000°C, les mécanismes de volume (chemins 2 et 5) ont une contribution moindre au transport de matière que les mécanismes aux joints de grains (chemin 4) et à la surface (chemin 1) puisque l'énergie d'activation est environ deux fois plus importante pour les mécanismes de diffusion en volume [27,28]. En fin de formation de l'interface, les pores adoptent une géométrie sphérique minimisant l'énergie de surface ce qui diminue les transports de matière par les mécanismes de surface.

La température de soudage étant élevée, le franchissement de l'interface, par un processus de croissance de grains, intervient simultanément à la fermeture de la porosité. La migration des joints de grains peut se produire à travers la porosité résiduelle. Les pores se retrouvent alors isolés à l'intérieur d'un grain, à condition que la vitesse de migration des joints de grains soit plus rapide que celle des pores [29]. Les pores, une fois isolés, sont uniquement éliminés par des mécanismes de diffusion en volume activés par des gradients de contrainte. La pression isostatique permet donc d'accélérer la fermeture des pores [30–32] bien que leur forme sphérique soit stable mécaniquement.

III.3.4. Modélisation analytique

Chaque contribution de ces mécanismes est modélisée une par une afin de pouvoir distinguer les mécanismes prépondérants au cours d'un cycle de soudage par diffusion. Le mécanisme qui a la plus grande vitesse de fermeture de la porosité est déterminé comme le mécanisme prépondérant. Les

courbes de formation de l'interface peuvent être tracées à une pression donnée en fonction de la température, Figure 1.9 (a) ou à une température fixe en fonction de la pression Figure 1.9 (b). Il est à noter que les résultats donnés par les simulations sont en bon accord avec les résultats expérimentaux obtenus pour l'acier 316L.

La formation de l'interface pour un acier 316L [24] est réalisée uniquement par des mécanismes diffusifs, principalement par diffusion en surface, sans déformation viscoplastique. Cependant, aucune donnée sur la pression de soudage appliquée ni sur l'état de surface n'est fournie par les auteurs. Par comparaison avec la Figure 1.9 (b), il semblerait qu'une faible pression a été utilisée. Dans ce cas, les mécanismes diffusifs sont effectivement prépondérants par rapport à la déformation viscoplastique.

La contribution des différents mécanismes sur la fermeture des pores dépend donc fortement des conditions opératoires (pression, température et temps de maintien) et également des caractéristiques de surface du matériau soudé (rugosité). Chacun de ces paramètres a ses propres conséquences sur l'évolution de l'interface. Dans certaines conditions de température et de pression et aussi de rugosité, un mécanisme peut devenir prépondérant sur les autres [24,33]. L'influence de ces paramètres sur les mécanismes de fermeture de la porosité est traitée dans la partie suivante.

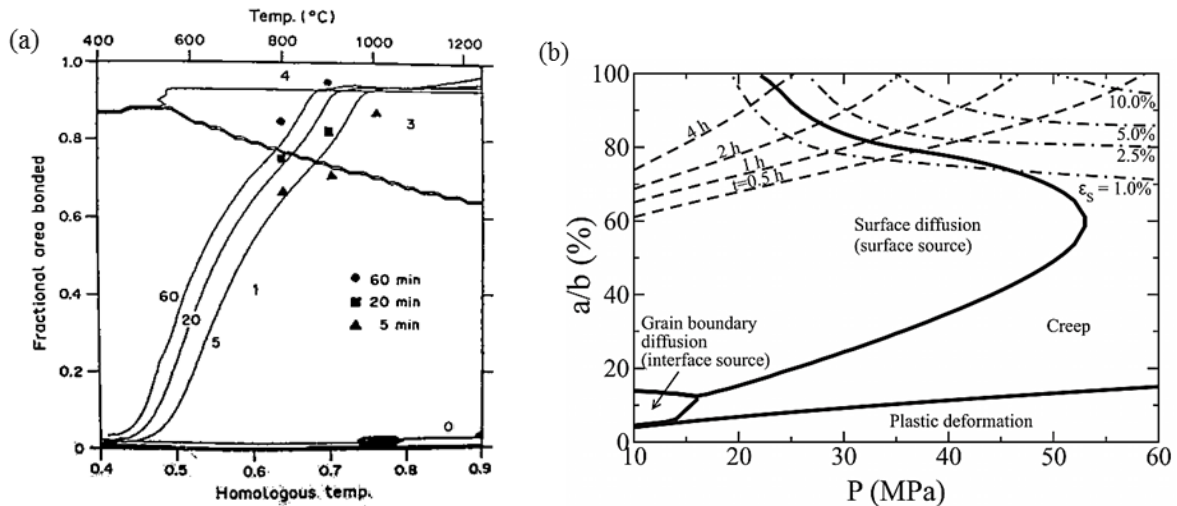


Figure 1.9 : Evolution des mécanismes de fermeture de la porosité en fonction de la température de soudage pour un acier 316L [24] et de la pression de soudage pour un alliage de nickel hastelloy C-22® (Ni-Cr-Mo) à 1050°C [34]. Le numéro dans chaque domaine correspond au mécanisme prédominant et leurs significations sont expliquées sur la Figure 1.8.

De manière générale, ces courbes ont plutôt un caractère indicatif compte tenu des incertitudes sur les données d'entrée [33,35] et des hypothèses simplificatrices utilisées. Par exemple, l'interface est considérée comme un joint de grains idéal sans défaut. L'effet d'une couche d'oxyde n'est pas pris en compte durant le procédé de soudage. Pour certains matériaux, la couche d'oxyde est en effet rapidement dissoute mais ce n'est pas le cas pour des oxydes insolubles tels que des oxydes d'aluminium et/ou de titane qui pourraient limiter voire bloquer la migration des joints de grains à travers l'interface. Finalement, dire qu'un mécanisme est prépondérant n'implique pas forcément que les autres soient négligeables.

III.4. Influence des paramètres expérimentaux

III.4.1. Influence des paramètres opératoires

Les conditions opératoires du cycle de soudage (atmosphère, température, pression et temps de palier de soudage) sont des paramètres essentiels pour le soudage par diffusion. L'influence de l'atmosphère de soudage sur les propriétés mécaniques d'une jonction en acier 304 a été étudiée par Ohashi [36]. La meilleure atmosphère de soudage est l'obtention d'un vide de $4 \cdot 10^{-3}$ Pa, Tableau 1.3. La faible tenue mécanique des jonctions réalisées sous air, argon et vide de 4 Pa est expliquée par la présence d'inclusions et de pores résiduels à l'interface. Du gaz peut en effet se retrouver piégé dans des pores et ainsi réagir avec les surfaces à haute température. Ceci est notamment vrai pour un assemblage réalisé sous air. De plus, l'élimination de ces pores est fortement ralentie par la pression interne exercée par le gaz emprisonné. Lorsque le gaz est insoluble dans le matériau à souder comme l'argon, l'élimination des pores est alors impossible puisque la pression interne augmente au fur et à mesure que les pores rétrécissent [30]. Finalement, les pores se stabilisent vers une taille limite lorsque la pression interne est du même ordre de grandeur que la pression externe. Une atmosphère de soudage sous hydrogène permet d'éviter l'apparition d'inclusions à l'interface puisque l'atmosphère est fortement réductrice mais de nombreux pores à l'interface sont encore observés même si la solubilité de l'hydrogène dans les aciers est bonne.

L'intérêt d'effectuer un assemblage sous un vide poussé est donc double : d'une part, cela n'entrave pas la fermeture des pores et, d'autre part, cela permet de diminuer la pollution aux interfaces.

	Vide ($4 \cdot 10^{-3}$ Pa)	Vide (4 Pa)	Air (10^5 Pa)	Ar (10^5 Pa)	H ₂ (10^5 Pa)
Jonction 304 (J)	135	77	45	81	107
Métal de base (J)	238	264	245	259	250

Tableau 1.3 : Essais de flexion par choc sur éprouvette Charpy avec entaille en V des jonctions soudées-diffusées en acier 304 réalisées par CUC selon l'atmosphère de soudage (Condition de soudage : $1100^\circ\text{C}/1\text{h}/9,6\text{MPa}$) [36].

A partir de modélisations analytiques, les mécanismes prépondérants ont été identifiés selon la température et la pression pour un matériau comme le cuivre et pour un état de surface donné [22,33]. Le mécanisme prépondérant à hautes température et pression, typiquement 900°C et 10MPa respectivement, est la déformation viscoplastique alors qu'à plus faibles température et pression, typiquement 700°C et 5MPa respectivement, l'élimination de la porosité est majoritairement gouvernée par des mécanismes diffusifs de surface. Ces résultats sont cependant très dépendants de la rugosité des échantillons [33]. L'influence de ce paramètre sur l'élimination des pores est traitée dans la partie suivante. L'augmentation de la durée de palier de soudage permet également d'accélérer la formation de l'interface, Figure 1.9 (a) pour un acier 316L, mais dans une moindre mesure par rapport à une augmentation de la pression ou de la température de soudage.

La soudabilité de l'acier 316L par CIC a d'ores et déjà été étudiée [37–41]. Les conditions optimales de soudage sont de travailler à 1100°C pendant 2h avec une pression de 150MPa. La microstructure de l'interface est caractérisée par une élimination totale des pores mais sans

franchissement par les joints de grains. Ces conditions permettent l'obtention de propriétés mécaniques proches de celles du matériau de base en traction et en fatigue avec une rupture ductile hors interface, Figure 1.10. La résilience est d'environ de 200J/cm² ce qui correspond à une tenue mécanique de 35-45% par rapport au matériau à l'état de départ [39]. Il est à noter que ces résultats ont été obtenus sur des assemblages mono-joints, soudage de seulement deux blocs.

De manière générale, l'augmentation simultanée de la pression, de la température et du temps de palier favorise la qualité de l'assemblage. Toutefois, cette augmentation doit être limitée puisqu'elle induit un certain nombre d'aspects négatifs pour l'application visée dans ce travail : la déformation des canaux lors d'assemblage avec des tôles rainurées et le grossissement exagéré des grains. Afin de s'affranchir du problème lié à la déformation des canaux et ainsi pouvoir se focaliser sur les mécanismes de formation de l'interface, seules des tôles pleines (sans canaux) ont été assemblées dans cette étude.

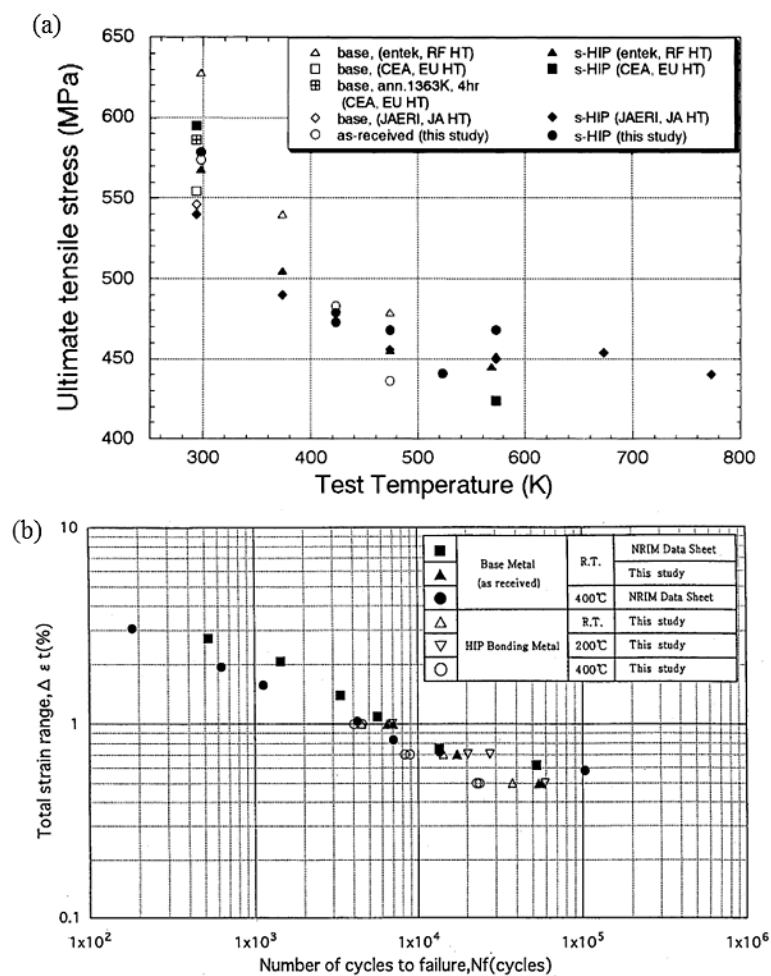


Figure 1.10 : Résistance à la traction [38] (a) et en fatigue [41] (b) de jonctions en 316LN réalisées par CIC (Condition de soudage : 1100°C/2h/150MPa).

III.4.2. Influence des caractéristiques du matériau de départ

L'état de surface des tôles est caractérisé, d'une part, par sa rugosité et, d'autre part, par la couche d'oxyde et les impuretés présentes à la surface. Les paramètres de surface à prendre en compte pour la modélisation analytique sont la hauteur H et l'espacement moyen W entre deux irrégularités. La rapidité de l'élimination de la porosité dépend de la surface de contact initiale entre les deux tôles.

De manière générale, une surface avec une faible rugosité, de l'ordre de la centaine de nanomètres, présente l'aire de contact la plus élevée et permet ainsi de faciliter la formation de l'interface à plus basses température, pression ou à un temps de maintien inférieur [42–44]. Un exemple de l'effet de la rugosité sur la formation de l'interface est présenté sur la Figure 1.11 (a,b). Selon la rugosité, le mécanisme prépondérant est très différent [45]. Pour une rugosité faible ($R_a < 0,2 \mu\text{m}$), la formation de l'interface est gouvernée par les phénomènes diffusifs de surface. Au contraire, lorsque la rugosité augmente, le mécanisme prépondérant est la déformation viscoplastique. Les mécanismes diffusifs à l'interface contribuent seulement pour 5% de la fermeture de la porosité résiduelle quelle que soit la rugosité.

L'augmentation du rapport H/W permet de faciliter la formation d'une interface, Figure 1.11 (c). Pour un H constant, si W est diminué, le nombre de pores formés sera plus important mais ils seront de plus faible volume. Au contraire si W est grand, le nombre de pores formés sera faible mais ils auront un grand volume. Les mécanismes diffusifs étant activés par le rayon de courbure des pores, les pores de faible volume vont donc être éliminés beaucoup plus rapidement ; le premier cas est donc favorable. Ce phénomène explique également la différence de mécanisme prépondérant entre des surfaces avec une faible ou une forte rugosité. Les propriétés mécaniques en traction de ces jonctions sont synthétisées sur la Figure 1.11 (d). La présence de pores est très néfaste à la bonne tenue mécanique des jonctions soudées-diffusées. Seulement dans le cas d'un état de surface avec une faible rugosité et assemblé à 700°C , les propriétés mécaniques sont comparables au matériau de base présentant la même histoire thermique.

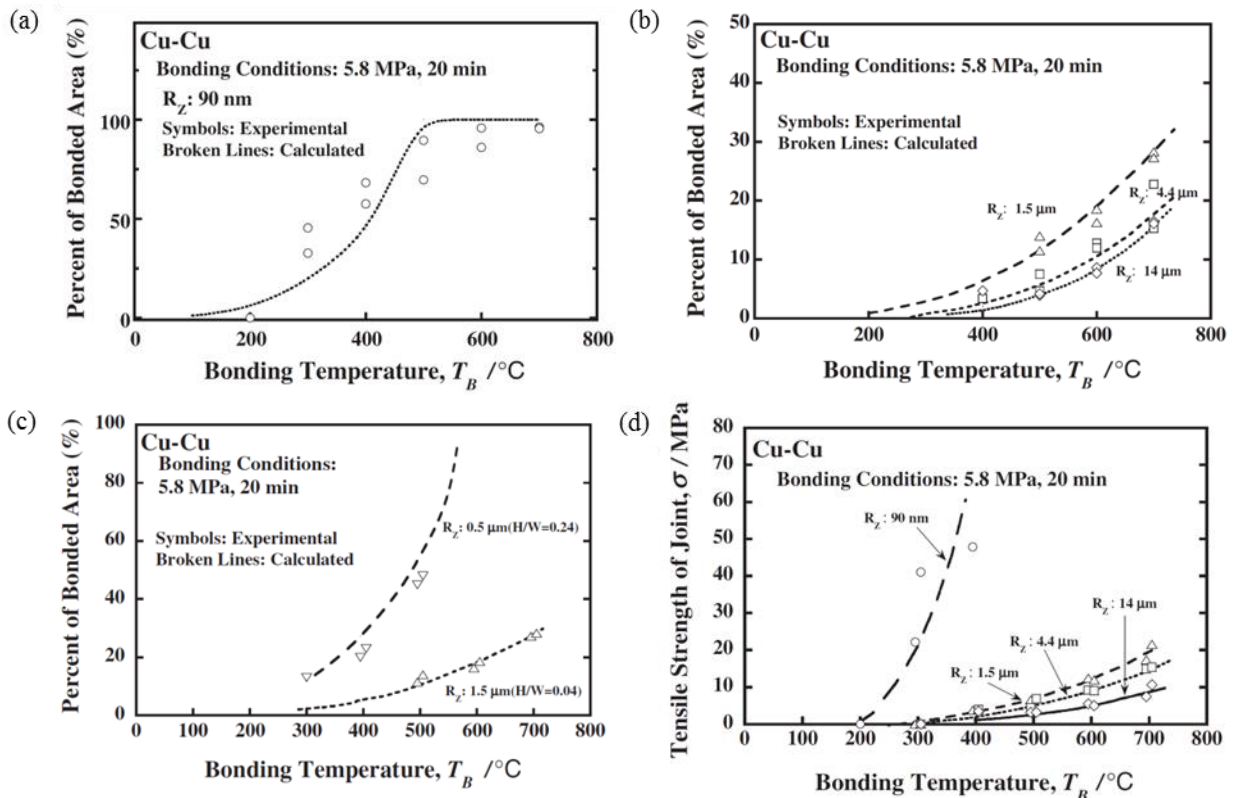


Figure 1.11 : Influence de la rugosité sur la formation de l'interface d'un assemblage soudé-diffusé en cuivre (a-c) et sur ses propriétés mécaniques en traction (d) [43].

L'élimination des pores n'est cependant pas suffisante pour garantir des propriétés mécaniques des systèmes assemblés identiques à celles du matériau de base. Une pollution superficielle ou un non

franchissement des interfaces peuvent être des sources d'hétérogénéité dans un assemblage, diminuant ainsi la tenue mécanique des jonctions.

A l'issue du cycle de soudage par diffusion, la pollution superficielle peut se traduire par la présence d'inclusions à l'interface, carbures et/ou oxydes. La couche d'oxydes de chrome et de fer qui recouvre les alliages austénitiques à température ambiante ne constitue pas un obstacle définitif à la diffusion [46]. Sa faible épaisseur et sa faible plasticité lui permettent de se fragmenter sous l'effet de la pression et de la rugosité. Une rugosité modérée, typiquement quelques dixièmes de micromètres, peut donc être bénéfique au soudage par diffusion. Ensuite, le film d'oxyde coalesce pour former des inclusions fines d'oxyde, Figure 1.12 (a). Finalement, la couche d'oxyde se dissout partiellement dans la matrice par diffusion de l'oxygène. Lors du cycle de soudage, d'autres oxydes thermodynamiquement plus stables (oxyde d'aluminium ou de titane par exemple) peuvent également apparaître. L'apport d'oxygène nécessaire à leur apparition peut provenir de l'atmosphère présente dans le conteneur (le vide n'étant jamais parfait) ou encore de molécules d'oxygène adsorbées à la surface du matériau.

La quantité d'oxydes à l'interface après soudage est directement liée à l'épaisseur du film d'oxyde initial, Figure 1.12 (b). La nocivité des précipités d'oxydes à l'interface sur la tenue mécanique d'une jonction bimétallique a été montrée dans les travaux de thèse de Rougier [47]. Dans ce cas, la rupture est amorcée sur les oxydes présents à l'interface par un mécanisme de germination-croissance-coalescence de cavités autour de ces précipités et la tenue mécanique est d'autant meilleure que le taux inclusionnaire est faible.

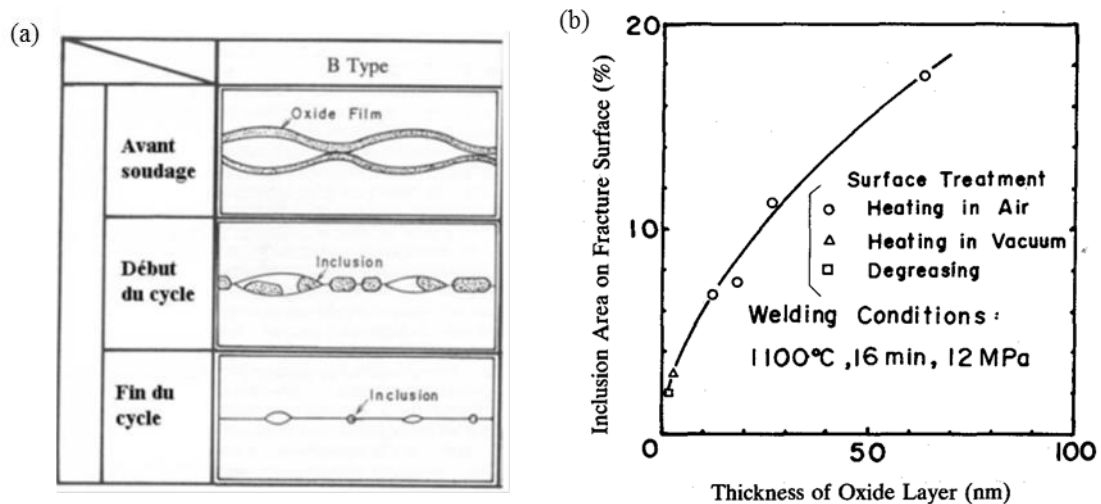


Figure 1.12 : Mécanismes de formation des précipités d'oxydes à l'interface [46] (a) et influence de l'épaisseur d'oxyde sur le taux inclusionnaire à l'interface [48] (b).

La contamination au niveau des interfaces peut efficacement être réduite par un nettoyage des surfaces à assembler par bombardement d'ions ce qui permet une réduction de la température d'assemblage [49,50]. Il semble cependant difficile dans le cas de jonctions en acier inoxydable austénitique de pouvoir éliminer totalement la pollution par les oxydes contrairement à un assemblage en fer pur, Figure 1.13 (a,b). De plus, ce dispositif est très lourd à mettre en place et, il est difficilement envisageable pour des pièces de grande dimension.

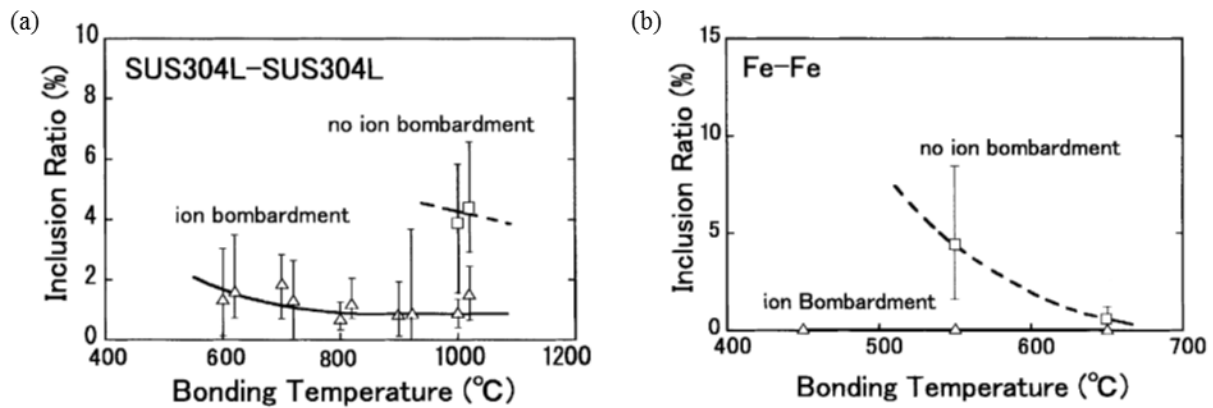


Figure 1.13 : Taux d'inclusions pour des interfaces assemblées par soudage par diffusion avec et sans nettoyage des surfaces par un bombardement d'ions argon pour un acier 304L (a) et pour du fer pur (b) [49].

Les publications traitant de l'influence des propriétés de volume du matériau de départ sur la formation d'une interface sont peu nombreuses. L'influence de la taille de grains sur la fermeture de la porosité résiduelle a néanmoins été étudiée [24,44]. Une taille de grains inférieure à 10 μ m permet de diminuer le temps de palier de soudage nécessaire pour obtenir une jonction sans porosité résiduelle. Un nombre plus important de joints de grains au niveau de l'interface augmente les chemins de diffusion par les joints de grains et donc le transport de matière vers l'interface. Cet effet devient négligeable pour une taille de grains supérieure à 10 μ m.

IV. Procédé de fabrication des tôles en acier inoxydable

IV.1. Généralités

Les épaisseurs minimales réalisées industriellement par les trains à bandes continus à chaud sont de l'ordre de 1,2mm selon la nuance. Pour obtenir des épaisseurs plus faibles, l'opération de laminage à froid est actuellement indispensable. Le laminage à froid présente, par rapport au laminage à chaud, d'autres avantages : excellent aspect de surface, amélioration des tolérances dimensionnelles et des propriétés mécaniques.

La fabrication des aciers inoxydables s'effectue en quatre opérations successives, Figure 1.14 :

- L'élaboration,
- La coulée soit sous forme de lingots, ou de plus en plus par coulée continue,
- La transformation à chaud,
- La transformation à froid.

De nos jours, de nombreuses entreprises optent pour des lignes continues afin d'optimiser le rendement. Ce type de ligne (LC2i – Ligne Continu Intégrée Inox) permet de mettre en continu tous les procédés de fabrication de laminage à froid : préparation de surface, traitement thermique, décapage, skin-pass et planage.

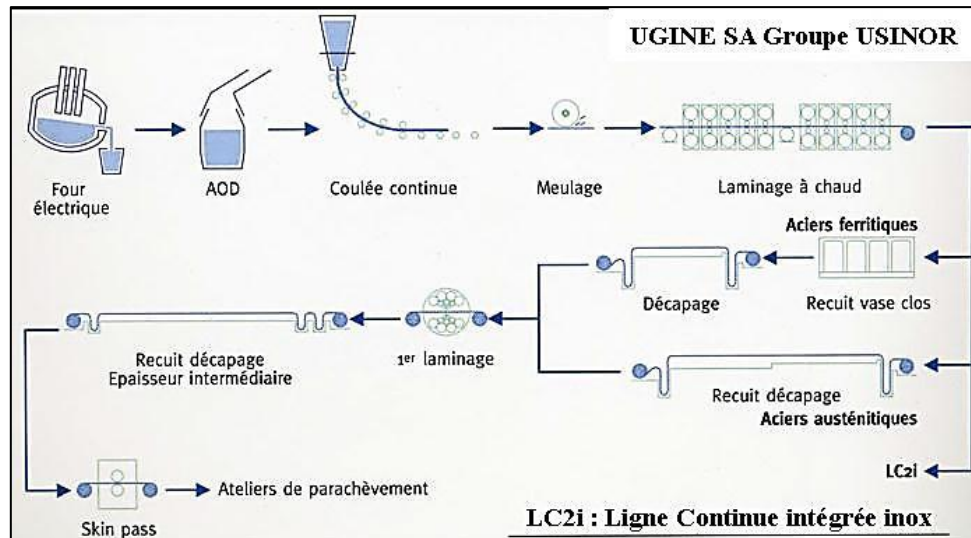


Figure 1.14 : Schéma de fabrication des tôles en acier inoxydable par un procédé continu (source : UGINE SA Groupe USINOR).

IV.2. Aciérie

L'**élaboration** des aciers inoxydables s'effectue principalement par fusion de ferrailles de bonne qualité et de ferroalliages apportant chrome, molybdène et nickel dans un four électrique à arc. Le métal liquide obtenu est versé dans un convertisseur AOD (Argon-Oxygène-Decarburisation) afin de réaliser les étapes de **décarburation** puis de réduction par ajout de ferrosilicium. Le procédé AOD permet d'obtenir une haute teneur en chrome, de très faibles teneurs en carbone et une grande précision sur l'ensemble des éléments de l'alliage.

La **métallurgie en poche** va ensuite permettre la décantation des inclusions, l'homogénéisation thermique et la mise en température du métal avant d'être coulé. Elle permet également d'ajuster l'analyse chimique par additions complémentaires, d'éléments très oxydables notamment. Le métal liquide affiné est alors **coulé en continu** dans une lingotière de cuivre nickelé pour obtenir les brames (épaisseur de 150 à 250mm et largeur de 600 à 1600mm) ou des blooms (à section carrée de 100 à 250mm de côté).

IV.3. Transformation (laminage)

Les semi-produits de coulée continue sont ensuite laminés à chaud entre 1100 et 1200°C. La **transformation à chaud** consiste à réduire la section des semi-produits par corroyage, typiquement entre 2 et 14mm. Un meulage est effectué au préalable afin de débarrasser les semi-produits des plus gros défauts. Le laminage à chaud peut s'effectuer sur des trains continus à bandes ou sur des laminoirs Steckel. Dans les deux cas, les brames sont réduites de plus de 50%. Un recuit de recristallisation est ensuite réalisé après le laminage à chaud en prévision du laminage à froid. L'impossibilité de réduction de la taille de grain par traitement thermique pour les nuances austénitiques impose un strict contrôle de la température pour éviter tout grossissement de grains exagéré.

Les produits subissent ensuite une dernière étape de **transformation à froid**, généralement sur une ligne continue. La couche d'oxyde formée lors du recuit après le laminage à chaud (la calamine) est enlevée par voies mécanique (planage sous traction et grenailage) et chimique (décapage). Le

planage sous traction a pour fonction de provoquer un allongement de 1 à 5% de la tôle entraînant un écaillage de la calamine. Outre l'effet de brise-oxyde, le planage sous traction permet d'améliorer la planéité de la tôle. Le décalaminage mécanique permet de créer des microfissures traversant toute la couche d'oxydes et des décohésions à l'interface métal/calamine qui permettent par la suite de faciliter le décapage chimique.

Le laminage à froid est finalement effectué sur des laminoirs réversibles multicylindres de type Sendzimir. Une réduction de l'ordre de 80-90% est généralement réalisée par une succession de plusieurs cages en continu. Les objectifs du laminage à froid sont l'obtention des caractéristiques dimensionnelles (épaisseur, planéité, profil transversal rectangulaire) ainsi que la maîtrise de l'aspect de surface des tôles (rugosité, défauts de surface). Pour répondre à ces exigences, il est nécessaire de maîtriser tous les paramètres du laminage (taux de réduction, vitesse de laminage, type de lubrifiant...). L'augmentation du taux de réduction pose notamment des problèmes de lubrification. Le lubrifiant permet de réduire les frottements et de les maintenir à un niveau permettant le laminage à vitesse maximale sans grippage et patinage. En outre, le lubrifiant ne doit pas hypothéquer la propreté des surfaces après recuit ni la réalisation de revêtements ultérieurs. La composition chimique des huiles de laminage est complexe et les principaux constituants sont [51] : une huile de base, des matières grasses, des émulsifiants (tensio-actifs) favorisant la stabilité et divers additifs (anti-oxydants, extrême pression, inhibiteurs de corrosion...).

A noter qu'une distinction doit être réalisée entre la désignation bande et tôle selon la norme ISO 6929 : 2013. Une tôle est un produit laminé à froid en laissant libre la déformation des rives avec une largeur minimale de 600mm alors qu'une bande est immédiatement enroulée, après la passe finale de laminage ou après décapage ou recuit continu, de façon à former une bobine. Des tôles peuvent également être obtenues par découpe à partir de larges bandes laminées à froid. Dans le langage courant, la distinction n'est généralement pas faite et, pour la suite du manuscrit, la terminologie « tôle » est utilisée.

IV.4. Finition de surface

IV.4.1. Généralités

A partir de cet état laminé à froid, des traitements mécaniques et thermiques spécifiques sont réalisés selon la finition de surface désirée, Tableau 1.4. Les états de surface 2B et 2R ont été retenus dans le cadre de l'étude. Ces deux états de surface sont des finitions courantes pour les aciers austénitiques de type 316L et possèdent la meilleure finition en termes de planéité, de défauts en surface et d'oxydes résiduels.

Etat	Descriptif
2H	Ecroui (brillant)
2C	Traité thermiquement, non décalaminé (lisse, avec calamine du traitement thermique)
2E	Traité thermiquement, décalaminé mécaniquement (rugueux et mat)
2D	Traité thermiquement, décapé chimiquement (lisse)
2B	Traité thermiquement, décapé chimiquement et skin passé (plus lisse que 2D)
2R	Recuit blanc, éventuellement skin passé (lisse, réfléchissant et brillant)
2Q	Durci et revenu (exempt de calamine)

Tableau 1.4 : Etats de surface pour tôles selon la norme NF EN 10088-2 : 2005.

De manière générale, le recuit après le laminage à froid permet, d'une part, d'obtenir une recristallisation du matériau et, d'autre part, de contrôler la croissance de grains pour obtenir les propriétés mécaniques recherchées, Tableau 1.5. Le traitement d'hypertrempe pour le 316L doit être compris entre 1030 et 1110°C avec un refroidissement à l'eau ou à l'air. Si le traitement thermique est effectué en four continu, la température utilisée se situe généralement dans le haut de la fourchette proposée voire au-dessus. En outre, la vitesse de refroidissement doit être suffisamment rapide, 15-20°C/s, afin d'éviter tout risque de précipitation des carbures de chrome aux joints de grains (température de précipitation comprise entre 540 et 840°C) pouvant entraîner un phénomène de corrosion intergranulaire.

Produit	Epaisseur max (mm)	Limite d'élasticité $R_{p0,2\%}$ (MPa)	Résistance à la traction R_m (MPa)	Allongement à rupture A_r (%)
Bande laminée à froid	8	min 240 (ST)	530 à 680	min 40 (ST)

Tableau 1.5 : Caractéristiques mécaniques à température ambiante d'une bande laminée à froid en acier 316L à l'état adouci (hypertrempe) selon la norme EN 10088-2 : 2005. (ST : Sens Travers).

IV.4.2. Etat de surface 2B

L'étape qui suit le laminage à froid pour l'obtention de l'état de surface 2B est un **recuit**. Dans le cas d'une ligne continue, CAPL (Continuous Annealing and Pickling Line), le temps de recuit est très rapide, de l'ordre de quelques minutes, à une température comprise entre 1010 et 1110°C. Le recuit est généralement effectué à partir de la combustion du méthane ou du propane avec un ratio air/hydrocarbure contrôlé. Le mélange est réalisé pour avoir un excès d'oxygène compris entre 2 et 5% ce qui confère à la couche d'oxyde une composition facilitant son retrait par les procédés de décapage chimique ultérieurs [52]. L'atmosphère qui en résulte est composée principalement de N₂, CO₂, H₂O et O₂. La couche d'oxyde formée, pour une tôle en acier 316L, est composée d'une couche mixte d'oxyde de (Mn,Cr)₃O₄ et de (Fe,Cr)₃O₄ sur une épaisseur de 0,4µm [53]. Un enrichissement en silicium est également présent à l'interface métal/oxyde ainsi qu'une ségrégation de bore sous forme d'oxyde. Plus récemment, afin de diminuer les coûts de production et de limiter les émissions de gaz à effet de serre (CO₂, NO_x), la technique de l'oxycombustion est utilisée. Cette méthode consiste en la combustion du méthane avec de l'oxygène pur selon l'Équation 1.1.



L'atmosphère lors du traitement thermique est, dans ce cas, fortement oxydante et un excès d'oxygène compris entre 2 et 5% est toujours conseillé. En contrepartie et notamment pour une installation du type DFI « Direct Flame Impingement » le temps de recuit est réduit de moitié par rapport à la combustion sous air grâce à un meilleur transfert de la chaleur. Malgré une atmosphère fortement oxydante, ce procédé par le biais de la réduction du temps de traitement thermique résulte en des épaisseurs de couches d'oxyde similaires voire inférieures à ce qui est obtenu avec un mélange air/méthane.

Le traitement thermique forme une couche d'oxyde complexe et une zone sous-jacente appauvrie en chrome. Ces deux couches sont ensuite enlevées par **décapage** chimique afin d'obtenir l'état de surface requis. Le processus de décapage après le recuit de recristallisation consiste en un prédécapage électrolytique, un décapage chimique et une passivation.

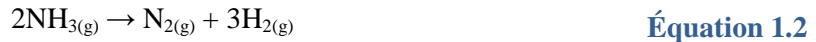
Lors du prédécapage, la couche d'oxyde formée pendant le recuit est conditionnée et est partiellement enlevée, facilitant l'intervention des étapes ultérieures. Le prédécapage peut être effectué dans un bain de sel caustique (NaOH 62%, NaNO₃ 32% et NaCl 6%) [52] ou par voie électrochimique dans un bain de sulfate de sodium (Na₂SO₄) [17,18]. Le prédécapage permet une dissolution complète de la couche enrichie en chrome et en manganèse. La surface finale est enrichie en silicium car celui-ci n'est pas électrochimiquement attaqué [54]. Cette couche est éliminée par un décapage chimique supplémentaire, généralement dans un mélange du type HF-HNO₃ entre 25 et 70°C [56,57]. D'un point de vue environnemental, des solutions alternatives à cette solution sont également possibles. En effet, au cours du procédé de décapage chimique, l'utilisation d'acide nitrique engendre la production de fumées toxiques NO_x (NO et NO₂). Une solution alternative de H₂SO₄-HF avec l'addition d'agents oxydants (ions ferriques) entre 25 et 70°C [58] ou encore un mélange de H₂SO₄-HF-H₂O₂ [59] est possible. La formation d'une couche de passivation est finalement obtenue par un agent avec un fort potentiel redox (HNO₃ par exemple) quand celle-ci n'a pas déjà été réalisée dans l'étape précédente. Après passivation d'un acier 316 dans un mélange HF-HNO₃, la couche d'oxyde formée est caractérisée par une couche de 15Å d'épaisseur riche en chrome suivie par une zone enrichie en nickel [60].

Après décapage, l'état de surface final (rugosité et planéité) est obtenu par une opération dite de laminage **skin-pass**, réalisé à sec sur un laminoir duo ou quarto réversible. Le laminage skin-pass a également pour fonction d'effacer ou d'homogénéiser les contraintes internes. Au cours de cette opération, l'allongement de la bande est limité à 1,5%. La rugosité des cylindres de travail du laminoir est transférée à la bande par la pression du cylindre. Un **planage sous traction** peut être également réalisé afin d'améliorer la planéité finale de la tôle. Un cisaillement des rives est finalement mené afin d'obtenir les dimensions voulues par le client.

IV.4.3. Etat de surface 2R

Avant le recuit, la tôle passe par une étape de **dégraissage** afin d'éliminer tout résidu d'huile utilisée lors du laminage à froid. Si tel n'était pas le cas, l'huile en brûlant pourrait laisser des marques sur la bande, carburer l'alliage et affecter le point de rosée lors du recuit. Ce nettoyage peut être réalisé dans la soude et/ou dans du carbonate de potassium ou par un traitement électrolytique. L'étape qui suit est un **recuit blanc** (continu ou discontinu). Le recuit blanc est un « recuit effectué dans un milieu permettant de conserver l'aspect métallique initial tout en évitant l'oxydation du métal » selon la norme EN 10052. Une atmosphère réductrice N₂/H₂ ou une atmosphère composée uniquement d'hydrogène est utilisée pour le recuit blanc. L'atmosphère est généralement obtenue par craquage de

l'ammoniac selon l'Équation 1.2 mais, dans le but de réduire les coûts de fabrication, des mélanges N₂/H₂ peuvent être également utilisés.



La dissociation de l'ammoniac anhydre a lieu en présence d'un catalyseur constitué de nickel à des températures comprises entre 850 et 1000°C. Le gaz est ensuite refroidi dans un échangeur à circulation d'eau et il est purifié afin d'éliminer au maximum les traces d'eau et d'ammoniac non craqué. Le mélange gazeux obtenu fournit une atmosphère composée, en volume, de 75% d'hydrogène et de 25% d'azote, avec une température de rosée de -30 à -50°C, et de moins de 300ppm d'ammoniac résiduel [61]. La correspondance entre la température de rosée et la pression partielle d'H₂O est donnée dans le Tableau 1.6. Après traitement thermique, la bande est finalement refroidie jusqu'à 100°C par jets de gaz protecteur (mélange azote hydrogéné à environ 5% d'hydrogène).

Température de rosée (°C)	-30	-40	-50	-58	-67	-72
P_{H2O} (mbar)	0,39	0,13	4.10 ⁻²	1,3.10 ⁻²	3.10 ⁻³	2.10 ⁻³

Tableau 1.6 : Correspondance entre la température de rosée et la pression de vapeur saturante d'eau [62].

Le recuit étant effectué en atmosphère réductrice aucune étape de décapage n'est réalisée par la suite. Expérimentalement une couche d'oxyde est cependant mise en évidence et pourrait provenir d'impuretés contenues dans l'atmosphère de recuit, notamment la vapeur d'eau [63]. L'effet néfaste de la présence de vapeur d'eau dans un mélange N₂/H₂ (70% N₂ et 30% H₂) lors d'un traitement thermique sur un acier austénitique 302 a en effet été montré [64]. Pour un traitement thermique de 1040°C pendant 30min avec une température de rosée de -38°C, la surface est caractérisée par une couche externe de SiO₂ et de CrN de 20Å et une couche interne d'oxyde de chrome, Cr₂O₃, de 70Å d'épaisseur. Il est cependant difficile de conclure sur l'effet néfaste d'une faible pression de vapeur d'eau lors d'un recuit brillant puisque la durée du traitement lors de la fabrication d'une tôle par un procédé en ligne continu n'est pas comparable au résultat présenté ci-dessus.

Un laminage **skin-pass** optionnel est ensuite possible. Industriellement, le laminage skin-pass est généralement réalisé afin d'améliorer la brillance et la planéité des tôles produites.

V. Conclusions

L'objectif principal de ce chapitre fut d'introduire la métallurgie du soudage par diffusion par CIC. Une revue bibliographique sur les aciers inoxydables austénitiques de type 316L sous forme de tôle a également été menée.

Le soudage par diffusion par CIC est une technique de soudage en phase solide par l'application conjuguée de la pression isostatique et de la température, généralement entre **0,5 et 0,8 fois la température de fusion du matériau à souder**. Pour un acier inoxydable austénitique de type 316L, cela correspond à une gamme de température comprise entre 700 et 1120°C. Il ne semble pas judicieux de descendre à une température en dessous de 1000°C au vu des nombreuses phases minoritaires qui sont susceptibles d'être rencontrées et qui pourraient, à terme, fragiliser la structure de

la pièce assemblée. D'après la revue bibliographique effectuée, les conditions optimales de soudage, pour cet acier, sont de travailler dans le **haut de cette fourchette, 1100°C**. A cette température, **aucun risque particulier de précipitation** n'est à craindre et la ferrite δ résiduelle, qui peut être présente dans le matériau à l'état de réception, devrait se dissoudre. L'utilisation d'une température élevée ne peut être, de plus, que bénéfique pour la formation de l'interface puisque la majorité des mécanismes entrant dans le processus de formation de l'interface sont activés thermiquement. L'inconvénient pour les aciers austénitiques inoxydables de travailler à une température si élevée est cependant le **risque d'observer une croissance de grains prononcée** et de ce fait, non satisfaisante pour l'application visée. Dans ce but, la température de soudage doit donc être correctement contrôlée selon le comportement du matériau en température. Ce problème ne se pose pas lors du soudage d'aciers possédant une transformation de phase telle que les aciers ferritiques par exemple.

Les études de la littérature traitant du soudage par diffusion sont principalement réalisées sur des assemblages mono-joint ce qui permet de réaliser un **état de surface** à façon. Dans le cadre de cette étude, l'assemblage est réalisé à partir de tôles millimétriques, le nombre de surfaces à assembler est donc grand. La préparation manuelle de ces surfaces est quasiment impossible, c'est pourquoi un état de surface industriel est préférable. Les surfaces à souder auront donc une couche affectée héritée du processus de fabrication des tôles qui peut être différente en termes de composition chimique notamment par rapport à une surface polie ou usinée. Aucune donnée dans la littérature n'est disponible concernant le choix d'un état de surface particulier hormis le fait d'obtenir une surface avec **une faible rugosité et exempte d'oxydes**. Partant de là, deux états de surface **industriels** (2B et 2R) seront, entre autres, approvisionnés dans cette étude afin de qualifier la finition de surface la plus favorable au soudage par diffusion.

A ce jour, la formation d'une interface est considérée établie lorsque les pores ont totalement été éliminés. De nombreux modèles analytiques sont disponibles dans la littérature pour atteindre cet objectif en fonction de la température, de la pression de soudage et de la rugosité du matériau. Cependant, le franchissement de l'interface par les joints de grains est nécessaire afin d'obtenir une structure homogène sans discontinuité de microstructure. Cette ultime étape de formation de l'interface ne fait l'état d'aucune publication. Les travaux de la présente thèse s'intéressent donc spécifiquement aux **mécanismes de franchissement de l'interface** afin de combler ce manque.

L'étude s'attachera à mettre en évidence l'influence des paramètres opératoires du cycle de CIC (température et pression d'assemblage) et du matériau à souder (état de surface et taille de grains initiale) sur le franchissement des interfaces. Pour cela, des assemblages de tôles pleines sont réalisés. Cette étude permettra également d'illustrer la nocivité des défauts rencontrés sur la tenue mécanique des jonctions. A partir de là, des conditions optimales de soudage seront établies et la formation de l'interface sera abordée en réalisant des cycles de CIC interrompus idéalement placés. La connaissance fine de la microstructure des matériaux à l'état de réception s'avère donc nécessaire afin d'interpréter la microstructure des assemblages après le cycle de CIC. La présentation de ces travaux et les résultats expérimentaux seront l'objectif du chapitre suivant. La partie deux de ce chapitre fera l'objet d'une étude approfondie sur l'évolution de la microstructure en température afin de déterminer des températures d'assemblage par CIC caractéristiques.

Chapitre 2 : Présentation des matériaux de l'étude et de leur évolution en température

I. Introduction	38
II. Caractérisation des matériaux à l'état de réception	38
II.1. Nuances approvisionnées	38
II.2. Microstructure	39
II.2.1. Phases minoritaires	40
II.2.2. Taille de grains.....	43
II.2.3. Structure cristallographique	47
II.3. Caractéristiques de surface.....	49
II.3.1. Topologie	49
II.3.2. Composition chimique	51
II.4. Propriétés mécaniques.....	54
II.5. Synthèse	56
III. Evolution microstructurale en température : Revue bibliographique	58
III.1. Généralités	58
III.2. Migration des joints de grains.....	58
III.2.1. Pression motrice	58
III.2.2. Pression de traînage	60
III.2.2.1. Particules de phase minoritaire	61
III.2.2.2. Effet des éléments en solution solide	61
III.3. Recristallisation primaire	62
III.4. Croissance normale.....	62
III.5. Croissance anormale	65
III.5.1. Phase minoritaire	65
III.5.2. Ecrouissage local	66
III.5.1. Texture.....	66
IV. Evolution microstructurale en température : Résultats expérimentaux	67
IV.1. Evolution de la taille de grains	67
IV.2. Loi de croissance de grains.....	70
IV.3. Etude de la croissance anormale des grains.....	72
IV.3.1. Croissance anormale dans les aciers 1.4404.....	72
IV.3.1. Facteurs d'apparition de la croissance anormale.....	73
IV.3.2. Rampe de chauffage	78
IV.4. Synthèse.....	79
V. Conclusions	80

I. Introduction

Une connaissance approfondie des matériaux à souder s'avère nécessaire pour la compréhension des phénomènes associés à la formation d'une interface mis en avant par la suite dans les chapitres 3 et 4.

La première partie de ce chapitre est consacrée à une étude fine des matériaux à l'état de réception. Les matériaux sélectionnés sont des aciers inoxydables austénitiques 1.4404. La microstructure (phases minoritaires, taille de grains et orientation cristallographique) et les caractéristiques de surface (rugosité et chimie) sont étudiées. Dans ce travail, la notion de surface correspond à une épaisseur de l'ordre du micromètre. Les propriétés mécaniques en traction, selon différentes orientations de sollicitation, sont également présentées. Dans un deuxième temps, l'évolution de la microstructure en température est étudiée afin de déterminer des conditions caractéristiques d'assemblage par CIC. L'étude s'est focalisée sur l'évolution de la microstructure en volume puisque le paramètre déterminant pour le procédé est le contrôle de la microstructure après assemblage et notamment de la taille des grains. Une revue bibliographique sur la croissance de grains est tout d'abord présentée puis les résultats expérimentaux sont exposés.

II. Caractérisation des matériaux à l'état de réception

II.1. Nuances approvisionnées

Trois lots d'acier 1.4404 sont approvisionnés pour l'étude, Tableau 2.1. Ils diffèrent par l'état de surface et par l'épaisseur des tôles. Les tôles réceptionnées sont au format 150x200mm² suite à une découpe par sciage et reprises par fraisage sur chants à partir d'une bande de 1500x3000mm². Les surfaces sont protégées par un film PVC afin de réduire les risques de pollution lors de la manipulation des tôles et des découpes passées et ultérieures. Cela permet également de limiter l'endommagement des surfaces. La composition chimique des tôles est répertoriée dans le Tableau 2.2. Les concentrations des éléments d'alliage dont une teneur minimale est spécifiée (molybdène, nickel et chrome) sont dans le bas de la fourchette, ceci dans le but de réduire les coûts pour les fabricants. Ces matières premières sont effectivement bien plus onéreuses que le fer : 17.000€/t, 10.500€/t et 1.700€/t pour le molybdène, nickel et chrome respectivement contre seulement 100€/t pour le fer (prix mi-février 2014). Finalement, le prix de vente des tôles en 1.4404 est de l'ordre de 3.224€/t. Le recyclage des aciers inoxydables est de ce fait chose courante dans les processus sidérurgiques et permet ainsi la valorisation des matériaux et évite le stockage en décharge, coûteux et polluant. Les aciers ont l'avantage d'être recyclables à 100% et ceci sans altération de qualité.

Nuance	Etat de surface	Fournisseur	Epaisseur* (mm)	Notation
1.4404	2B	Acerinox	2,983±0,002	1.4404 2B
1.4404	2R	Thyssenkrupp	3,039±0,002	1.4404 2R
1.4404	2B	Acerinox	0,983±0,002	1.4404 1mm

Tableau 2.1 : Tableau récapitulatif des tôles approvisionnées pour l'étude. (*) Mesure réalisée par palpeur mécanique et moyenne effectuée sur dix mesures.

Selon le fournisseur, la composition chimique des aciers est plus ou moins riche en silicium, manganèse et azote. Ces différences de composition chimique ne devraient cependant pas impacter la microstructure des aciers. Cela peut néanmoins avoir une légère influence sur les propriétés mécaniques des tôles. Ce point est discuté dans la partie II.4 de ce chapitre. Des éléments minoritaires non spécifiés dans la norme sont également présents dans les aciers, Tableau 2.3. Le matériau de référence de l'étude est l'acier 1.4404 2B.

Acier	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	N
Spec. 1.4404*	≤0,030	≤1,00	≤2,00	≤0,045	≤0,015	16,5 à 18,5	2,00 à 2,50	10,0 à 13,0	≤0,11
1.4404 2B	0,021	0,290	1,279	0,035	0,002	16,744	2,063	10,132	0,035
1.4404 2R	0,021	0,400	0,830	0,029	0,001	16,67	2,040	10,050	0,046
1.4404 1mm	0,017	0,330	1,256	0,032	0,003	16,846	2,016	10,090	0,043

Tableau 2.2 : Composition chimique (% masse) des tôles approvisionnées d'après les certificats d'inspection donnés par les fournisseurs. (*) Selon la norme EN 10088-2 : 2005.

Acier	Nb	V	W	Cu	Co	Al*	Ti*
1.4404 2B	0,020	0,075	0,007	0,345	0,147	≤ 7ppm	≤ 3ppm
1.4404 2R	0,020	0,087	0,016	0,368	0,250	≤ 7ppm	≤ 3ppm
1.4404 1mm	0,007	0,056	0,001	0,409	0,175	≤ 7ppm	≤ 3ppm

Tableau 2.3 : Dosage en volume des éléments minoritaires des aciers approvisionnés par fluorescence X (% masse). (*) Concentration inférieure à la limite de détection de la machine.

II.2. Microstructure

Des échantillons de dimensions 15x20mm² sont prélevés dans les tôles à l'état de réception par sciage et fraisage à sec en conservant le film PVC. Les normales aux surfaces de coupe correspondent aux sens de laminage ou sens long (SL), travers-long (ST) et travers-court (TC), Figure 2.1.

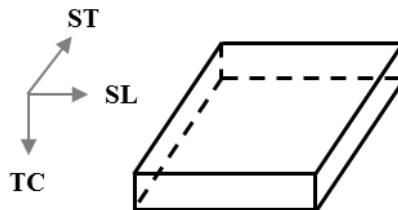


Figure 2.1 : Schématisation des différentes orientations d'observation.

Pour l'analyse de la microstructure en volume, les échantillons sont enrobés à chaud dans une résine époxy et polis mécaniquement sur papiers abrasifs SiC puis aux feutres jusqu'à une suspension diamantée de 1 μ m. Le polissage est parachevé à la table vibrante avec une solution d'alumine colloïdale de 0,05 μ m. Les échantillons sont ensuite nettoyés dans un bac à ultrasons à l'acétone et séchés sous air comprimé.

II.2.1. Phases minoritaires

La microstructure des aciers à l'état de réception est tout d'abord caractérisée afin de révéler la présence des phases minoritaires. Comme cela a été rapporté dans la bibliographie [4,13], les aciers inoxydables austénitiques de type 316L peuvent conserver des traces de ferrite δ héritées des hautes températures. Pour ce faire, une attaque électrochimique composée de soude (20g NaOH et 100mL H₂O) est utilisée. Cette attaque permet de révéler uniquement la ferrite δ dans les aciers austénitiques. Les conditions d'attaque sont d'appliquer 3V pendant 20s et les observations sont effectuées avec un microscope optique Leica Aristomet (MO).

La matrice austénitique des aciers à l'état de réception se caractérise par la présence de ferrite δ , Figure 2.2, présence également confirmée par diffraction de rayons X. La fraction volumique de ferrite δ est déterminée par analyse d'images à partir de trois assemblages de micrographies optiques représentant toute l'épaisseur de la tôle, Tableau 2.4. La fraction surfacique de ferrite δ dans les trois aciers est faible voire proche de zéro pour les aciers 1.4404 2R et 1.4404 1mm. Ces résultats sont en bon accord avec le diagramme de Pryce et Andrews [3] (voir Figure 1.1).

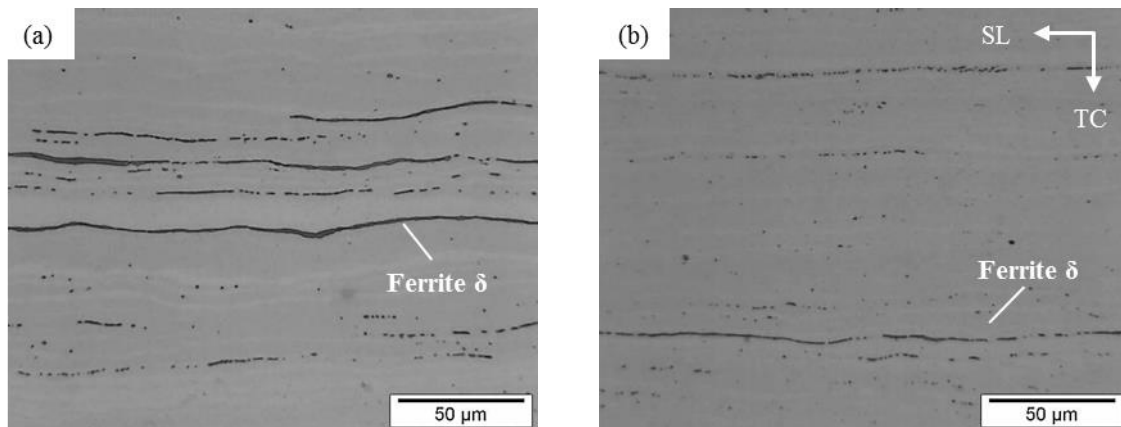


Figure 2.2 : Observations au MO dans le plan SL-TC des aciers 1.4404 2B (a) et 1.4404 1mm (b) : mise en évidence de la ferrite δ après une attaque électrochimique à base de soude.

	1.4404 2B	1.4404 2R	1.4404 1mm
Taux de ferrite δ (%)	2,2 \pm 0,4	0,8 \pm 0,1	0,5 \pm 0,1

Tableau 2.4 : Fraction surfacique de ferrite δ dans les aciers à l'état de réception. Les mesures ont été réalisées par analyse d'images avec le logiciel ImageJ.

Dans l'acier 1.4404 2B, la ferrite δ se présente principalement sous forme de bandes de 2 μ m d'épaisseur alignées selon SL, Figure 2.2 (a) et pouvant s'étendre sur des longueurs importantes, typiquement 500 μ m. La ferrite δ dans les aciers 1.4404 2R et 1.4404 1mm se trouve plutôt sous forme de fines particules sphériques alignées selon SL également, Figure 2.2 (b). Cette différence de

morphologie peut être expliquée d'une part, par le choix d'un fournisseur différent pour l'acier 1.4404 2R et, d'autre part, par l'application d'un taux de corroyage plus important pour l'acier 1.4404 1mm.

La distribution de la ferrite δ est hétérogène dans l'épaisseur des tôles et ce quel que soit l'acier. La ferrite δ est localisée dans une bande de 2mm de largeur, pour les tôles de 3mm d'épaisseur, se situant à mi-distance entre la surface et le cœur de la tôle, Figure 2.3. Localement, l'hétérogénéité est importante et la fraction volumique de ferrite peut atteindre 10% (mesure effectuée sur un rectangle de 100 μ m de haut). Au cœur des tôles, la proportion de ferrite est légèrement plus faible. La distribution de la ferrite δ dans l'épaisseur des tôles est un héritage de la structure de coulée. Le même type d'observation a été effectué dans les travaux de thèse de Bucher [65] sur une tôle de 2mm d'épaisseur en acier inoxydable austénitique 1.4828 (X15CrNiSi20-12).

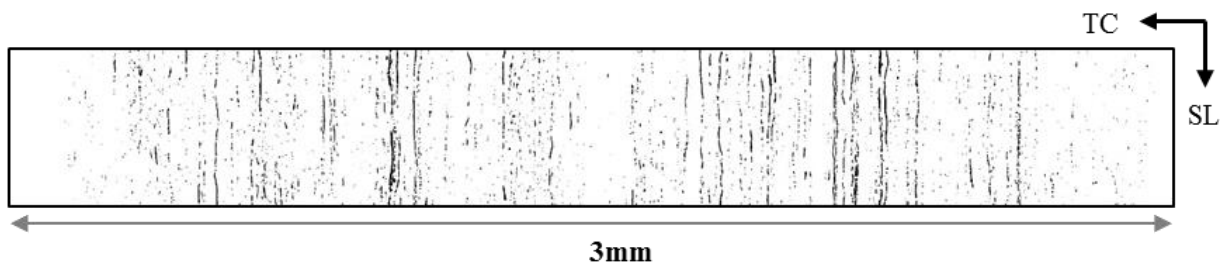


Figure 2.3 : Localisation de la ferrite δ dans l'acier 1.4404 2B à l'état de réception après un traitement d'image effectué avec le logiciel ImageJ.

La ferrite δ est naturellement plus riche que la matrice austénitique en éléments α -gènes et plus pauvre en éléments γ -gènes. Les analyses chimiques qualitatives de la ferrite δ au Microscope Electronique à Balayage (MEB JEOL840a) couplé à un système de micro-analyse EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) confirment un enrichissement important en chrome, en molybdène et à un degré moindre en silicium par rapport à la matrice, Tableau 2.5. A contrario, les teneurs en nickel, en manganèse mais aussi en fer sont inférieures dans la ferrite δ par rapport à celles attendues dans la matrice. A noter que ces résultats restent approximatifs du fait de la faible taille de la ferrite δ par rapport au volume analysé en EDS (quelques μ m³). Une contribution non négligeable du signal peut provenir de la matrice austénitique autour de la ferrite.

	Fe	Cr	Mn	Mo	Ni	Si
Ferrite δ	66,0	22,9	1,0	4,2	5,4	0,5
Matrice	69,1	17,3	1,4	2,3	9,5	0,4

Tableau 2.5 : Analyses EDS qualitatives de la ferrite δ et de la matrice de l'acier 1.4404 2B (% masse).

La microstructure des tôles à l'état de réception a également été caractérisée par des observations au MEB en mode Electrons Rétrodiffusés (ER) afin d'identifier la présence ou non d'inclusions. Le mode ER permet d'identifier facilement les inclusions puisque la composition chimique est très différente de la matrice austénitique. Le Tableau 2.6 résume la composition, la forme et la distribution des inclusions observées dans la matrice en fonction de la tôle analysée. Pour toutes les tôles de l'étude, les inclusions sont riches en éléments minoritaires de l'alliage (inclusions exogènes) : Al, Ca, Si et Mg. Des traces de cuivre dans certaines inclusions sont également détectées. Ces inclusions non métalliques sont soit des sulfures riches en manganèse, soit des oxydes, de la famille des silico-

aluminates, fréquemment observées sous formes d'alignements dans les aciers fortement corroyés [8]. Pour minimiser cette population d'inclusions des mesures sont prises à différents stades de l'élaboration :

- Supprimer le soufre dans l'acier liquide (métallurgie en poche) par l'action de laitiers basiques, riches en chaux (addition de castine et éventuellement d'un fondant tel que du fluorure de calcium au laitier provenant de la fusion au four électrique) brassés avec le métal liquide par bullage de gaz inerte (argon). Le laitier est un sous-produit métallurgique rassemblant les impuretés provenant des matières premières, formé au cours de l'élaboration en phase liquide.
- « Calmer l'acier » en ajoutant, au cours de la métallurgie en poche avant coulée, un élément ayant une forte affinité avec l'oxygène tel que l'aluminium, le calcium ou le silicium (par l'ajout de ferro-silicium ou de silico-calcium) afin de le désoxyder. Les oxydes, silico-aluminates, plus légers sont séparés du métal par décantation naturelle et éliminés dans le laitier,
- Couler à l'abri de l'air pour éviter la réoxydation.

Les inclusions d'oxydes qui passent en lingotière de coulée continue sont liquides, pâteuses ou solides suivant leur composition et sont plus ou moins sphériques (sauf pour l'alumine). Lors de la solidification, elles sont piégées entre les bras de dendrites primaires. Les sulfures de manganèse ont la même localisation car ils se forment en fin de solidification. Ensuite lors du corroyage, les inclusions s'allongent et/ou se brisent pour finalement former des inclusions plus fines et sphériques. Le cuivre observé à l'état de traces dans certaines inclusions provient, quant à lui, des ferrailles.

Acier	Composition	Forme	Distribution
1.4404 2B	Riche en Al, Ca, Si, Mg et traces Cu	Bande et sphérique	Alignée selon SL
1.4404 2R	Riche en Al, Ca, Mg et traces Si, Cu	Sphérique D ~3µm	Aléatoire
1.4404 1mm	Riche en Al, Ca, Si, Mg et traces Cu	Sphérique D ~1µm	Alignée selon SL

Tableau 2.6 : Tableau récapitulatif des inclusions du type oxyde présentes dans les aciers à l'état de réception.

Dans l'acier 1.4404 2B, les inclusions sont principalement sous forme de bandes selon SL, Figure 2.4 (a). Certaines bandes dépassent un millimètre de long alors que d'autres ont été brisées au cours du corroyage et les inclusions se caractérisent alors par un alignement de particules sphériques selon SL. Les inclusions sont intra-granulaires ou inter-granulaires (plus fréquemment) et dissociées des plans de ferrite δ . Dans l'acier 1.4404 2R, les inclusions sont de forme sphérique mais, contrairement au cas précédent, aucun alignement n'est observé, Figure 2.4 (b). La distribution des inclusions est aléatoire dans la matrice austénitique et ces dernières sont intra-granulaires. Cette différence peut s'expliquer par un fournisseur différent et donc par une légère différence lors du procédé d'élaboration, bien que ces deux aciers aient été fabriqués avec le même procédé (AOD : Argon Oxygen Degassing). Les inclusions dans l'acier 1.4404 1mm sont de même nature (composition et distribution) que les inclusions observées dans l'acier 1.4404 2B. Ces deux aciers sont issus du même fournisseur. Cependant, le corroyage est plus important dans le cas d'une tôle d'épaisseur 1mm que 3mm ce qui

entraîne la formation d'inclusions plus fines (1 μ m de diamètre environ), Figure 2.4 (c). Aucune bande n'est observée dans cet acier.

Pour les trois aciers de l'étude, la distribution de ces inclusions dans l'épaisseur des tôles est aléatoire. Ces inclusions sont aussi bien observées près de la surface qu'au cœur des tôles.

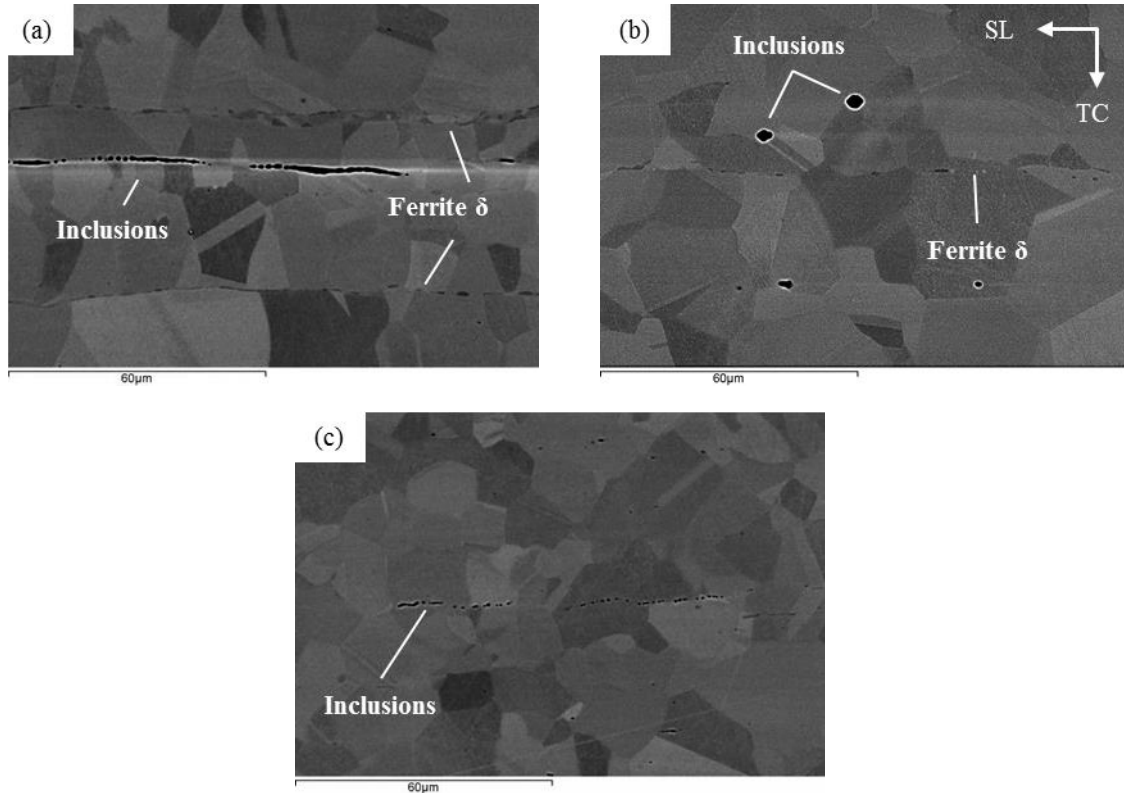


Figure 2.4 : Observations au MEB en mode ER des échantillons non attaqués dans le plan SL-TC : mise en évidence des phases minoritaires dans les aciers 1.4404 2B (a), 1.4404 2R (b) et 1.4404 1mm (c) à l'état de réception.

II.2.2. Taille de grains

La microstructure des aciers de l'étude est révélée par attaque électrochimique dans une solution d'acide nitrique diluée (60% HNO₃ et 40% H₂O). Les conditions d'attaque sont : tension 1,5V et durée 50s. Cette attaque a l'avantage de révéler uniquement les joints de grains, Figure 2.5 (a). Lors de la mesure de la taille de grains, les plans de macles ne doivent effectivement pas être pris en compte d'après la norme ASTM E 1382-97. La microstructure des aciers est néanmoins caractérisée par la présence de nombreuses macles, Figure 2.5 (b). Cet aspect microstructural est typique des métaux ayant une structure CFC avec une faible énergie de faute d'empilement, environ 64mJ/m² pour un acier 316L [13,66]. L'attaque utilisée pour révéler l'ensemble de la microstructure est une solution à base d'acide chlorhydrique et d'acide oxalique (95mL d'acide chlorhydrique et 5mg d'acide oxalique) et les conditions d'attaque sont : tension 0,5V et durée 35s. Contrairement à la première attaque, celle-ci est difficile à maîtriser et n'est pas homogène sur toute la surface de l'échantillon.

Pour la suite de l'étude, l'attaque à base d'acide chlorhydrique et d'acide oxalique est seulement utilisée lorsque les plans de macles sont mis en évidence. Le reste du temps, l'attaque à base d'acide nitrique est utilisée. La mesure de la taille de grains austénitique est menée par analyse d'image avec le logiciel ImageJ. Le traitement d'image permet de remonter à l'aire de chaque grain du champ

d'observation. Pour chaque analyse, la mesure est répétée trois fois pour finalement obtenir une aire moyenne de grains A_{moy} sur au minimum 15000 grains. Le diamètre équivalent moyen des grains D_{moy} est ensuite calculé à partir de l'Équation 2.1. Dans la suite du document, le terme « diamètre moyen » des grains est utilisé.

$$D_{moy} = \sqrt{A_{moy}} \quad \text{Équation 2.1}$$

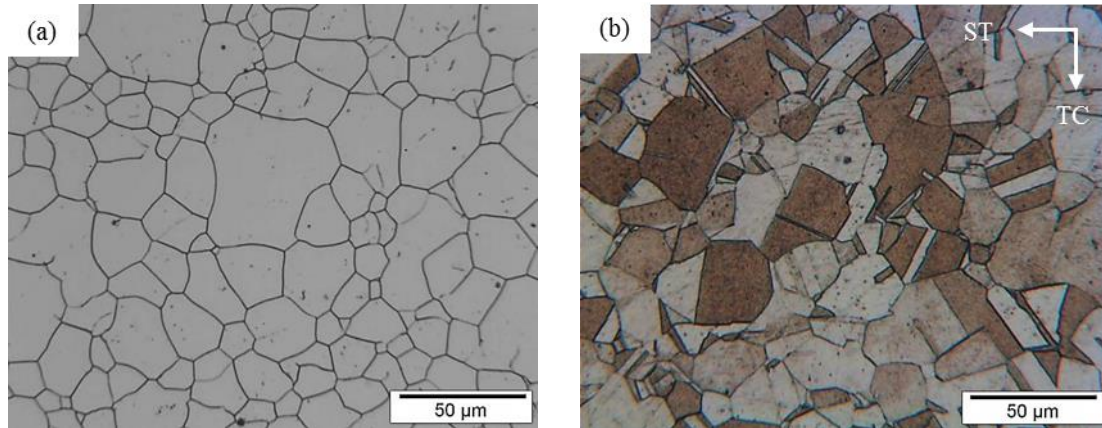
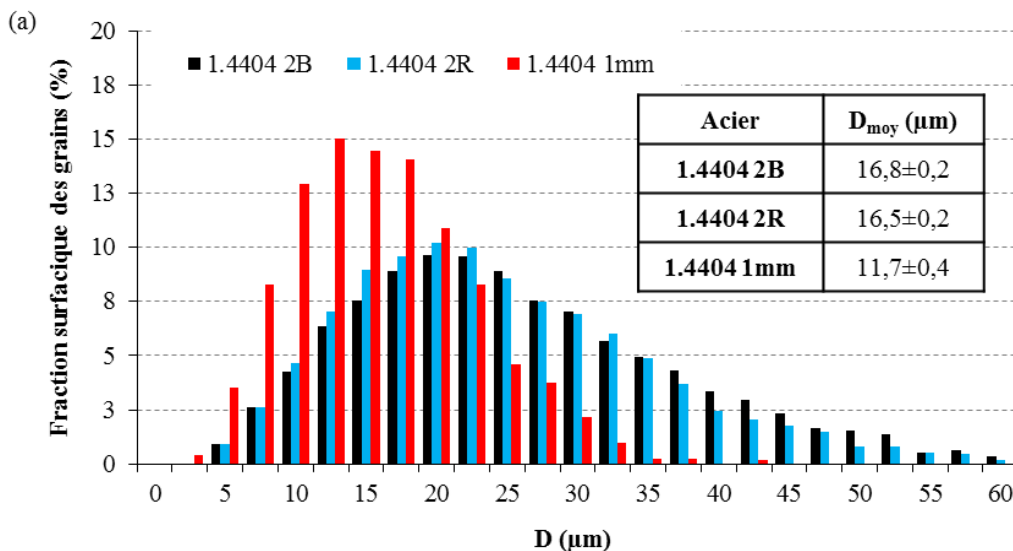


Figure 2.5 : Observations au MO dans le plan ST-TC de l'acier 1.4404 2B à l'état de réception après une attaque électrochimique dans une solution d'acide nitrique diluée (a) et d'acide chlorhydrique et d'acide oxalique (b).

Pour les trois aciers de l'étude, la microstructure est caractérisée par des grains polyédriques équiaxes dans les trois plans, Figure 2.5 (a). La fraction surfacique des grains et la taille de grains moyenne dans la section ST-TC est présentée sur la Figure 2.6 (a) pour les trois aciers de l'étude. Seuls les grains avec une aire supérieure à $10\mu\text{m}^2$ ($D \sim 3,1\mu\text{m}$) ou $2\mu\text{m}^2$ ($D \sim 1,4\mu\text{m}$) pour les tôles de 3 et 1mm respectivement sont considérés, pour les raisons suivantes :

- La fraction volumique totale des petits grains est limitée (la fraction volumique des grains inférieure à $10\mu\text{m}^2$ est de 0,3% pour une tôle de 3mm d'épaisseur),
- La majorité des petits grains n'a pas de signification physique et provient d'artefacts de traitement d'image. En effet, l'attaque utilisée agit fortement sur la ferrite ce qui rend le traitement d'image délicat.



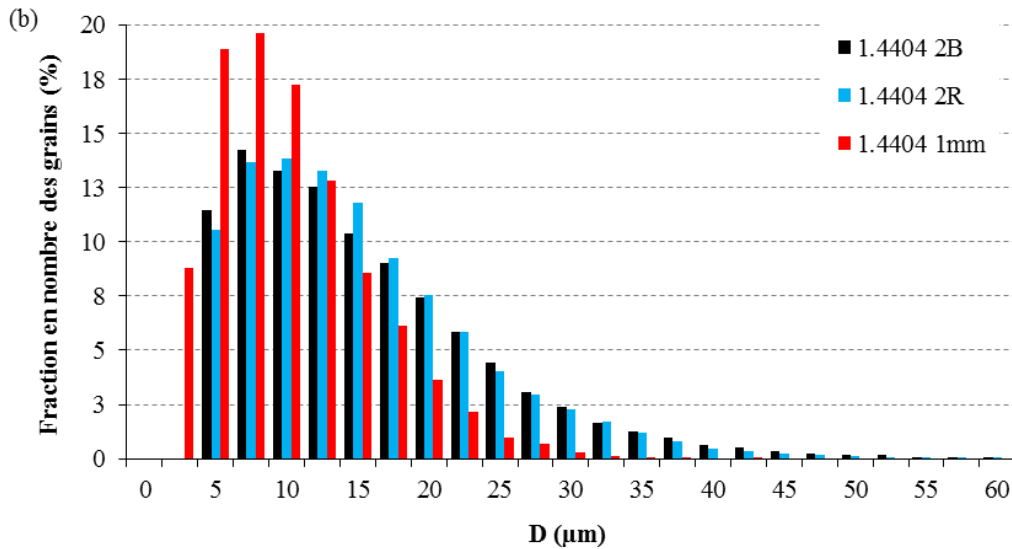


Figure 2.6 : Fraction surfacique (a) et fraction en nombre (b) des grains dans le plan ST-TC dans les aciers à l'état de réception.

Les tôles de 3mm d'épaisseur (aciers 1.4404 2B et 1.4404 2R) ont une microstructure similaire avec une taille de grains moyenne d'environ $17\mu\text{m}$ et une distribution de taille des grains très large avec la présence de gros grains supérieurs à $40\mu\text{m}$ de diamètre. Une représentation en aire de la distribution de la taille de grains permet de mettre en évidence plus clairement les gros grains même si leur nombre est faible, Figure 2.6 (b). L'acier 1.4404 1mm a, au contraire, une microstructure très fine avec une dispersion de la taille de grains très resserrée. La taille de grains moyenne est d'environ $12\mu\text{m}$. La différence de taille de grains moyenne entre les tôles de 3 et 1mm d'épaisseur s'explique par une histoire thermomécanique différente. D'une part, le taux de corroyage est plus important pour ces tôles d'où une taille de grains plus fine après l'étape de recristallisation lors du procédé de fabrication des tôles [13] et, d'autre part, l'obtention d'une homogénéité thermique plus rapide pour ces tôles permet l'utilisation d'un temps de passage plus court lors du traitement d'hypertrempe.

Cependant, une taille de grains moyenne ne permet pas de révéler une éventuelle hétérogénéité de microstructure dans l'épaisseur des tôles comme cela a été constaté pour la dispersion de la ferrite δ . Pour cela, la distribution de la taille de grains dans la section ST-TC de l'épaisseur des tôles est mesurée en réalisant une moyenne par tranche de $0,24\text{mm}$ d'épaisseur. A chaque déplacement, un recouvrement d'une demi-tranche est effectué, Figure 2.7. Le traitement est réalisé avec le logiciel ImageJ.

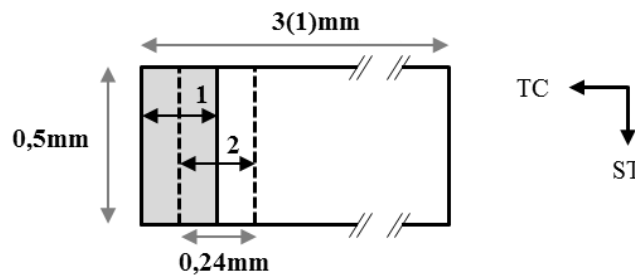


Figure 2.7 : Schématisation du protocole d'analyse pour déterminer l'évolution de la taille de grains dans l'épaisseur des tôles.

La distribution de la taille de grains dans l'épaisseur des tôles de 3mm est identique et une hétérogénéité est constatée entre la surface et le cœur des tôles, Figure 2.8 (a). L'évolution de la taille

est directement reliée à la présence de ferrite δ dans les tôles. La ferrite présente au niveau des joints de grains austénitiques, Figure 2.9 (a,b), bloque la migration des joints de grains en exerçant une force de trainage. Lors du procédé de fabrication des tôles, l'hypertrempe permet la recristallisation du matériau et inévitablement un début de croissance de grains apparaît malgré le temps de passage rapide. Les grains non freinés peuvent grossir librement entraînant une taille de grains plus importante en surface des tôles sur une épaisseur d'environ 500 μ m, Figure 2.8 (b) et en cœur des tôles, Figure 2.8 (d). La présence importante de ferrite δ entre ces deux zones a, au contraire, limité la croissance des grains lors du traitement d'hypertrempe, Figure 2.8 (c). Localement, la taille de grains est anisotrope avec la présence de bandes de petits grains entourés par de la ferrite δ , Figure 2.9 (b).

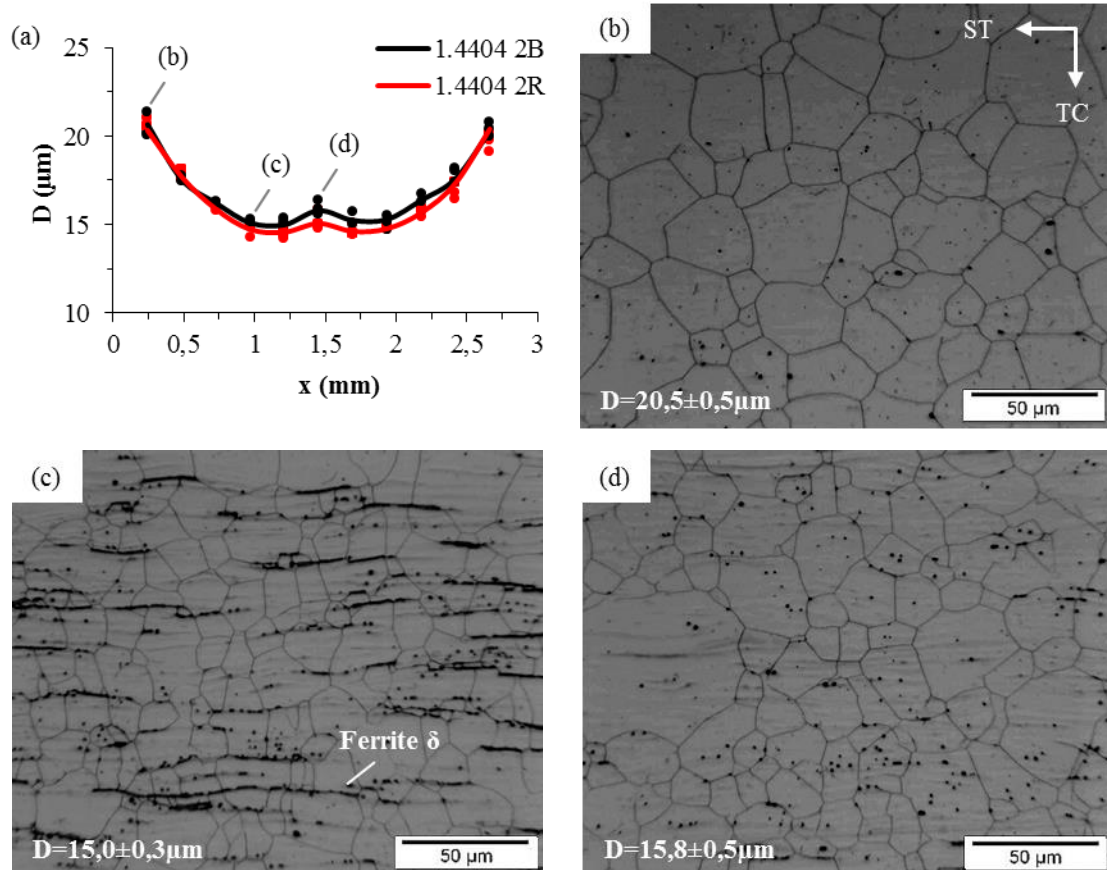


Figure 2.8 : Distribution de la taille de grains dans le plan ST-TC des tôles en acier 1.4404 2B et 1.4404 2R à l'état de réception (a) et les observations au MO associées (b-d).

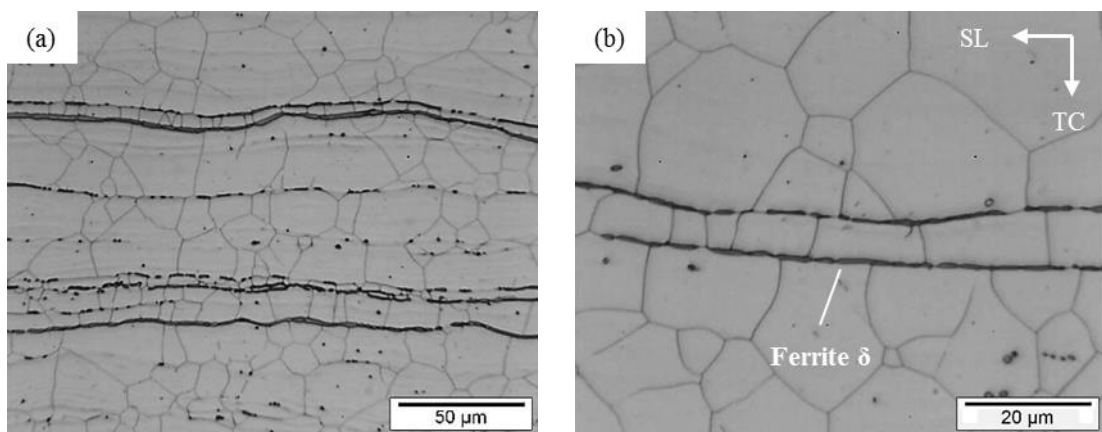


Figure 2.9 : Observations au MO dans le plan SL-TC de l'acier 1.4404 2B à l'état de réception (a,b).

Au contraire, pour l'acier 1.4404 1mm, la distribution de la taille de grains dans l'épaisseur de la tôle est très homogène malgré la présence de ferrite δ aux joints de grains, Figure 2.10 (a,b). Cependant, le taux de ferrite δ dans l'acier 1.4404 1mm est plus faible que dans l'acier 1.4404 2B et les particules fines de forme sphérique sont moins bloquantes pour la migration des joints de grains qu'une bande de ferrite δ . La croissance des grains austénitiques peut donc se produire indépendamment de la présence de ferrite δ . De plus, une tôle de 1mm d'épaisseur présente une meilleure homogénéité thermique qu'une tôle de 3mm d'épaisseur durant le traitement de recuit précédant l'hypertrempe.

Ces deux phénomènes peuvent bien entendu se cumuler et amplifier l'hétérogénéité de la microstructure dans les tôles d'épaisseur 3mm.

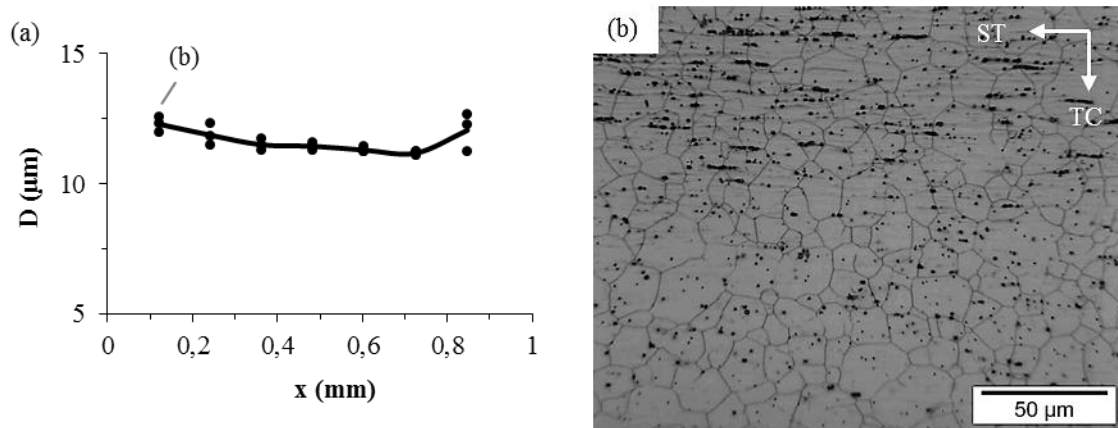


Figure 2.10 : Distribution de la taille de grains dans le plan ST-TC des tôles en acier 1.4404 1mm (a) et observation au MO associée (b) à l'état de réception.

II.2.3. Structure cristallographique

La technique EBSD (Electron Back-Scatter Diffraction) est utilisée pour étudier la structure cristallographique. Seul l'acier de référence, le 1.4404 2B, est étudié. Les cartes EBSD dans la section SL-TC sont présentées sur la Figure 2.11 (a,b). Tout d'abord, ces cartes mettent à nouveau en évidence deux aspects microstructuraux majeurs qui sont :

- La présence de nombreuses macles cohérentes et incohérentes dans l'acier,
- La présence de ferrite δ résiduelle dans l'épaisseur des tôles formant des bandes allongées selon SL, Figure 2.11 (b). Comme auparavant, la ferrite δ n'est pas observée en extrême surface des tôles, Figure 2.11 (a).

Les figures de pôles pour la phase austénitique montrent de faibles textures de laminage de type « laiton » $\{110\} \langle 112 \rangle$ et de Goss $\{110\} \langle 001 \rangle$, Figure 2.12 (a). Ce type de texture est couramment rencontré dans les aciers austénitiques laminés à froid [13]. La phase ferritique, à l'inverse de l'austénite, est fortement texturée selon le plan $\{111\}$, Figure 2.12 (b).

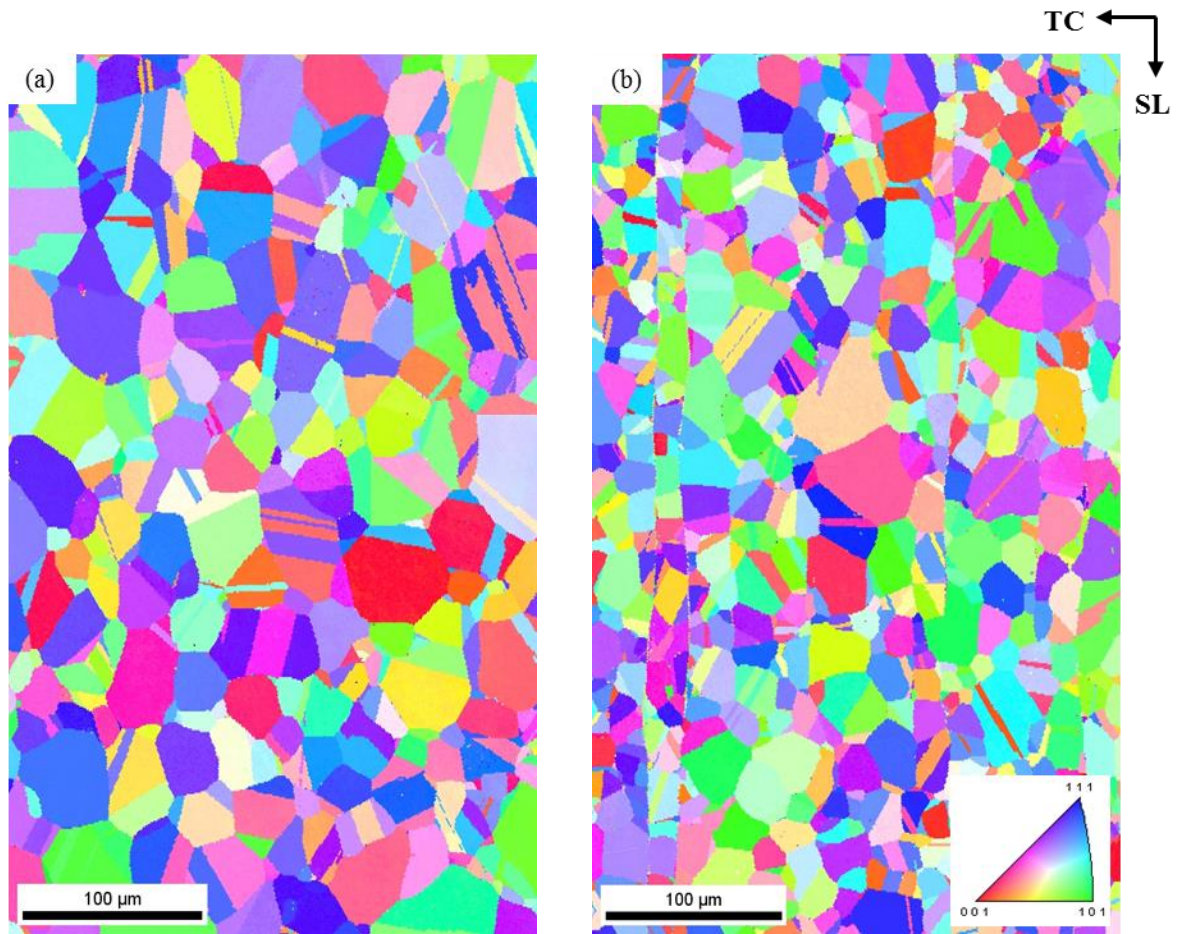


Figure 2.11 : Cartes de l'orientation cristalline de la normale à l'échantillon dans le plan SL-TC de l'acier 1.4404 2B en extrême surface (a) et quart (b) d'une tôle à l'état de réception.

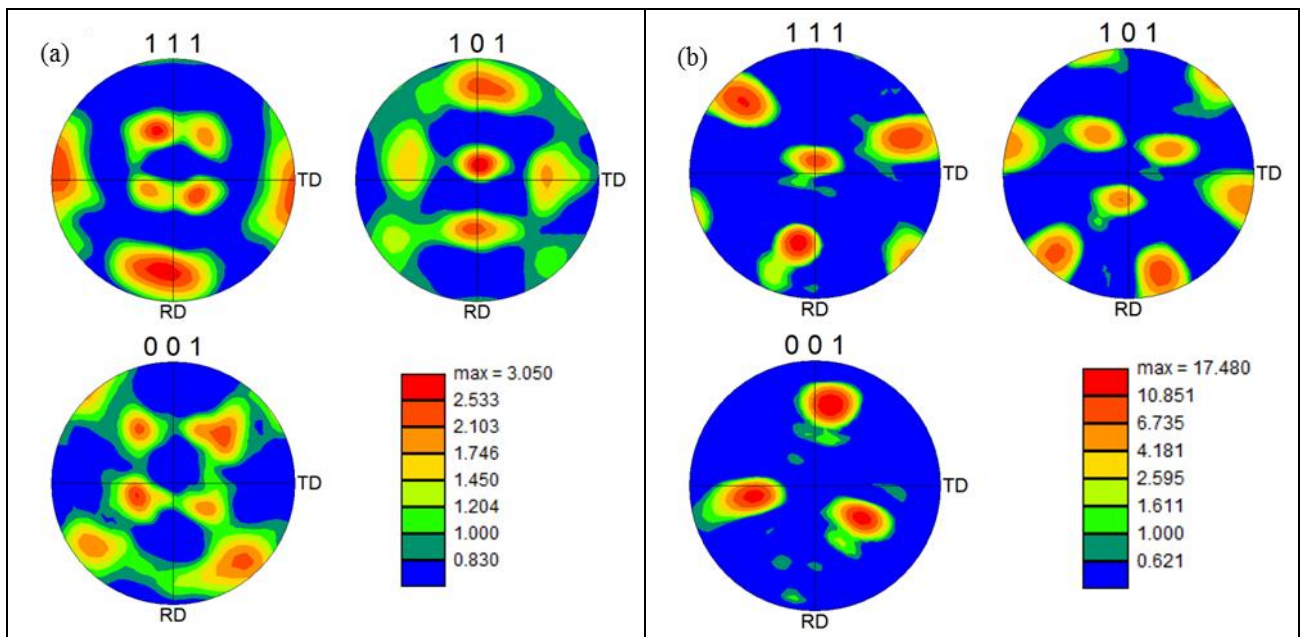


Figure 2.12 : Figures de pôles {111}, {101} et {001} des phases austénitique (a) et ferritique (b) dans l'acier 1.4404 2B à l'état de réception.

II.3. Caractéristiques de surface

II.3.1. Topologie

La topologie de surface est observée au MEB-FEG (Field Emission Gun en anglais) avec un JEOL JSM-7600F en mode Electrons Secondaires (ES) et au MO, Figure 2.13 (a,b) et Figure 2.14 (a,b). La surface d'un état 2B (tôles en acier 1.4404 2B et 1.4404 1mm) a un aspect mat et reflète l'histoire thermomécanique du processus de fabrication, Figure 2.13 (a). D'une part, les joints de grains ont été creusés par le décapage chimique réalisé après le traitement d'hypertrempe sur une profondeur d'environ 1 μm , Figure 2.13 (b) et, d'autre part, les grains sont aplatis en surface ce qui est révélateur du laminage skin-pass [67]. Au contraire, l'état de surface 2R a un aspect brillant avec une surface « non marquée » par le procédé de fabrication, Figure 2.14 (a,b). Seules de fines stries selon l'orientation SL sont visibles en surface avec également des trous aléatoirement répartis d'une profondeur d'environ 1 μm .

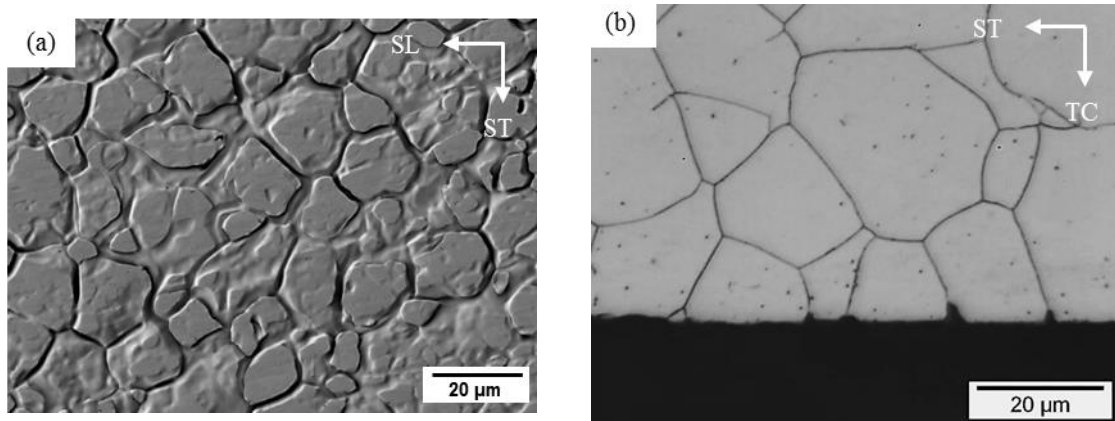


Figure 2.13 : Observation au MEB-FEG en mode ES dans le plan SL-ST (a) et observation au MO dans le plan ST-TC (b) de l'acier 1.4404 2B à l'état de réception.

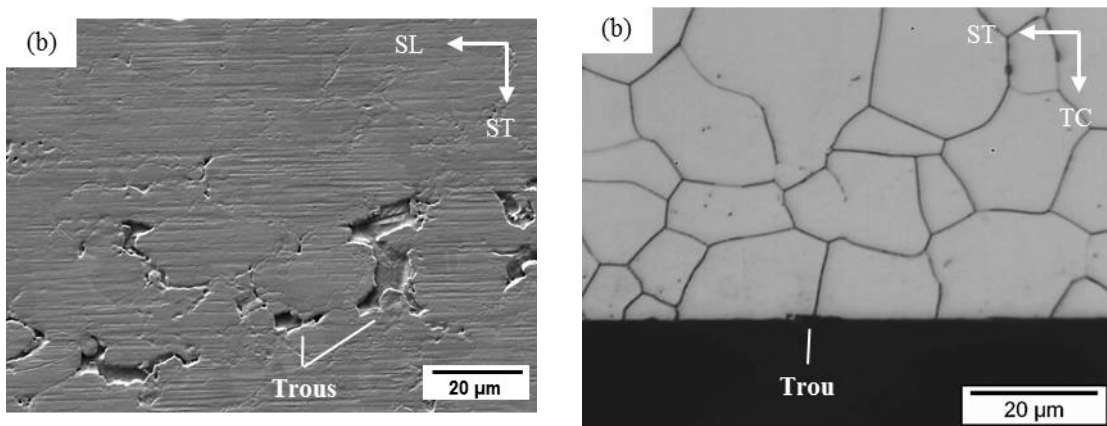


Figure 2.14 : Observation au MEB-FEG en mode ES dans le plan SL-ST (a) et observation au MO dans le plan ST-TC (b) de l'acier 1.4404 2R à l'état de réception.

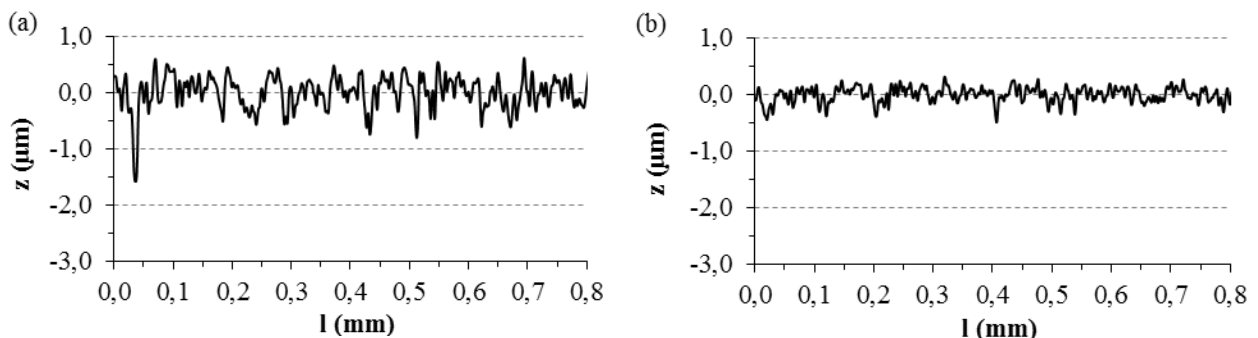
La rugosité des tôles est évaluée avec un microscope optique 3D (InfiniteFocus® standard d'Alicona). Ce dispositif permet la mesure de forme et de rugosité sur des surfaces et des volumes de grande taille avec une grande précision. Dans la configuration utilisée, la résolution verticale théorique est de 20nm. Des mesures de rugosité de surface sont réalisées puisqu'aucune différence de rugosité n'est détectée selon les axes SL et ST. Ce type de mesure permet de mieux représenter la surface

globale d'un échantillon car une grande zone peut être analysée. La surface d'analyse est d'environ $1 \times 0,7 \text{ mm}^2$ et la mesure est répétée trois fois. Les résultats sont présentés dans le Tableau 2.7. S_a est la rugosité moyenne arithmétique de la surface, S_{10z} est la hauteur maximale des dix plus hauts points par rapport au dix plus profondes vallées, S_{sk} est le facteur d'asymétrie de la surface (skewness en anglais) et S_{ku} est le facteur d'aplatissement de la surface (Kurtosis en anglais). D'une manière générale, la rugosité moyenne des surfaces des aciers est faible, inférieure à 230nm. A épaisseur de tôle égale, la rugosité est plus faible pour un état de surface 2R qu'un état de surface 2B [68]. La réduction de l'épaisseur des tôles permet un contrôle plus strict de l'état de surface, d'où l'obtention d'une rugosité moyenne plus faible pour une tôle de 1mm d'épaisseur, $S_a=110\text{nm}$.

Acier	Face	S_a (nm)	S_{10z} (μm)	S_{sk}	S_{ku}
1.4404 2B	-	229±19	4,6±0,7	-2,0±0,5	13±5
1.4404 2R	Recto	131±3	3,6±0,1	-1,3±1,1	16±7
	Verso	170±10	6,7±2,2	-2,1±0,5	27±9
1.4404 1mm	-	110±4	2,2±0,5	-3,1±0,3	16±4

Tableau 2.7 : Tableau récapitulatif des mesures de rugosité mesurées sur les aciers à l'état de réception.

L'état de surface 2R présente une particularité puisque la rugosité moyenne varie selon la face de la tôle, de 131 à 170nm. Cet effet n'est pas observé sur les tôles avec un état de surface 2B. L'état de surface 2R est en effet spécifié uniquement pour une face de la tôle d'où la possibilité d'une légère différence de topologie entre les deux faces. Ce point sera également vérifié lors des analyses de la composition chimique de la surface des tôles. Le facteur S_{sk} négatif et le facteur S_{ku} supérieur à trois pour les trois aciers montrent que la topologie de surface est en creux isolés, d'après la norme ISO 4287. Ce phénomène est d'autant plus marqué que les valeurs deviennent négatives pour le facteur S_{sk} et positives pour le facteur S_{ku} . A partir d'une image, des profils de rugosité selon ST sont obtenus pour les trois aciers de l'étude, Figure 2.15 (a-c) et confirment les résultats précédents.



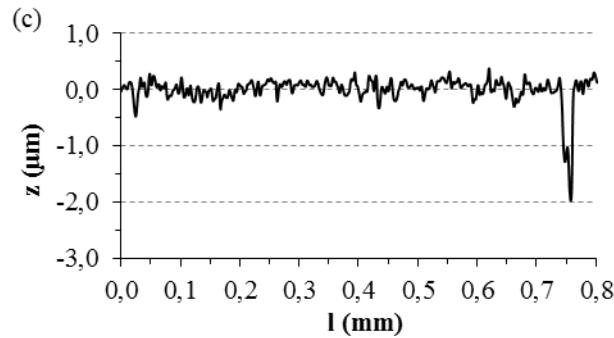


Figure 2.15 : Profils de rugosité selon ST des aciers 1.4404 2B (a), 1.4404 1mm (b) et 1.4404 2R (c) à l'état de réception ($\lambda_c=0,8\text{mm}$).

Le microscope utilisé permet également d'obtenir la courbe de longueur portante (courbe d'Abbott-Firestone) par intégration de la distribution des hauteurs sur la surface d'analyse, Figure 2.16. La courbe de portance décrit la variation du taux de longueur portante en fonction de l'augmentation de la profondeur du profil de rugosité.

Ces courbes confirment la topologie de surface en creux et une distinction est mise en évidence selon l'acier étudié. L'acier 1.4404 2B a la topologie de surface la plus contrastée, notamment dans les creux, par rapport aux aciers 1.4404 2R et 1.4404 1mm. La différence de topologie entre les faces « recto » et « verso » de l'acier 1.4404 2R est toujours observée.

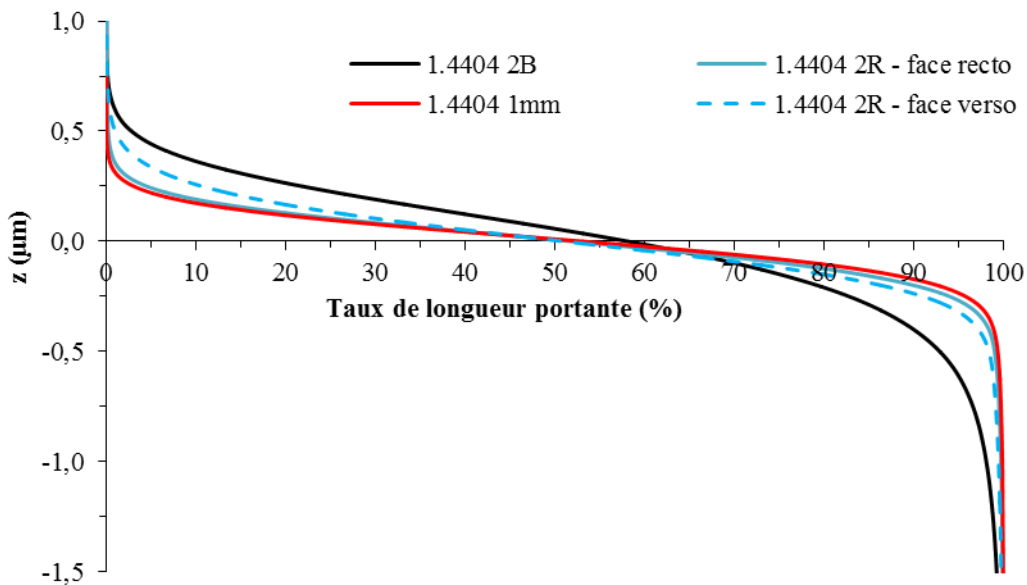


Figure 2.16 : Courbes de longueur portante des aciers à l'état de réception.

II.3.2. Composition chimique

La composition chimique de la surface des tôles est identifiée par des analyses SDL (Spectroscopie à Décharge Luminescente). L'instrument utilisé est un GD-Profiler 2 de marque Horiba-Jobin Yvon et les analyses sont réalisées après une étape de nettoyage. Le protocole de nettoyage comprend une étape avec un détergent alcalin et la dernière étape du nettoyage est une immersion dans un bain d'éthanol afin d'éliminer toute trace d'eau résiduelle sur les tôles. Le protocole d'analyse SDL est expliqué en Annexe A. Un profil en intensité après le protocole de nettoyage est présenté sur la Figure 2.17 pour l'acier 1.4404 2B.

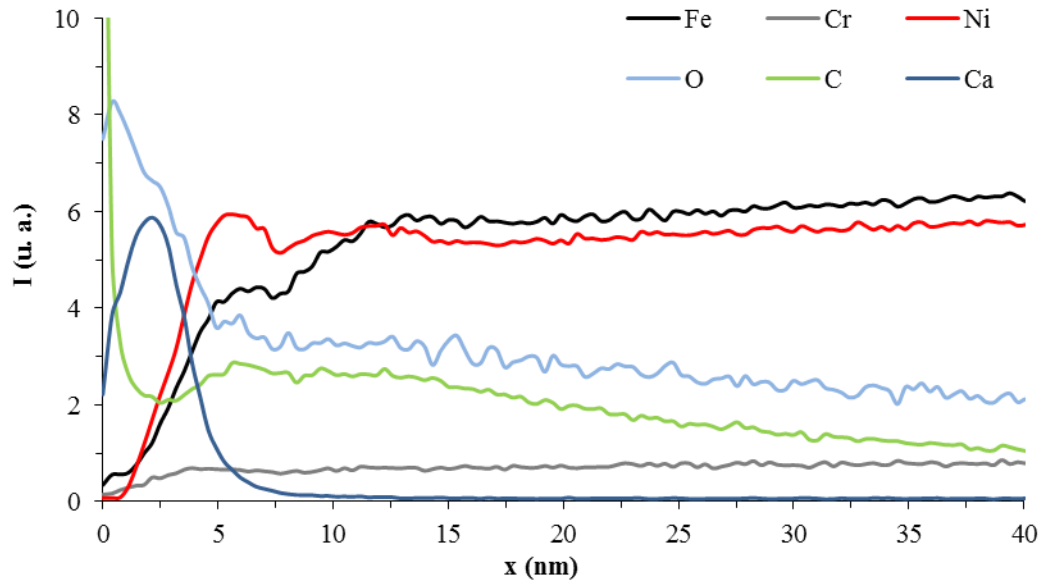


Figure 2.17 : Profils en intensité, obtenus par SDL, des éléments Fe, Cr, Ni, O, C et Ca dans l'acier 1.4404 2B après l'étape de nettoyage.

L'axe Y décrit la variation d'intensité (en unité arbitraire) pour chacun des éléments en fonction de la profondeur d'abrasion (axe X). Les signaux dépendent de la sensibilité des raies, mais aussi du rendement d'érosion lequel est fonction de la couche traversée. Il n'est donc pas possible de déterminer, sans calibration au préalable, quel élément est majoritaire dans la couche analysée [69]. La procédure utilisée pour convertir le temps d'abrasion en profondeur d'abrasion est expliquée dans l'Annexe A.

La structure de la couche d'oxyde formée à température ambiante sur un acier inoxydable austénitique est caractérisée par un modèle à trois couches [70,71] :

- Une couche hydratée,
- Une couche d'oxyde contenant la coexistence d'oxydes de chrome et de fer,
- Une zone enrichie en nickel.

La couche hydratée est principalement constituée d'espèces contenant de l'oxygène (oxygène, H₂O, ions OH⁻) et/ou d'espèces carbonées. La persistance des éléments oxygène et carbone sur le profil (Figure 2.17) provient d'artefacts de mesure. Une pollution importante de calcium est également observée en surface. Cette pollution provient de la manipulation des tôles malgré les précautions prises en utilisant des gants et de l'eau dure dans le protocole de nettoyage même si la dernière étape de rinçage est effectuée dans un bain d'éthanol. La couche affectée est ensuite caractérisée par une couche intérieure d'oxydes de fer et de chrome. L'oxydation préférentielle des atomes de fer et de chrome pour former la couche d'oxyde laisse une zone avec une grande concentration de lacunes. Pour abaisser l'énergie libre, d'autres atomes, par exemple le nickel, ont tendance à occuper ces lacunes. La couche d'oxyde est donc immédiatement suivie d'une couche métallique enrichie en nickel, Figure 2.17. Cela est dû à une stabilité chimique du nickel supérieure à celle du fer et du chrome.

La couche affectée par le procédé de fabrication des tôles, pour l'acier 1.4404 2B, est de l'ordre de 15nm. Ce résultat est largement inférieur à la rugosité moyenne de la tôle ($S_a=229\text{nm}$) ce qui diminue la résolution en profondeur en provoquant un étalement des signaux [72]. Ce résultat a néanmoins été validé par des analyses XPS (Spectrométrie Photoélectronique X) en profondeur par abrasion ionique.

Les analyses ont été réalisées avec un spectromètre de photoémission PHI Versaprobe 5000. La couche affectée, mesurée avec la technique XPS, est de l'ordre de 9nm. Cette profondeur correspond à une élimination complète des éléments oxygène et carbone. La composition chimique de la surface pour les tôles en acier 1.4404 1mm est semblable en tout point avec les observations présentées ci-dessus. Pour les tôles en acier 1.4404 2R, la composition chimique de la surface est plus complexe avec un enrichissement en surface en S, B, N, Al, et Mn, Figure 2.18. Pour obtenir un état de surface 2R, les tôles sont traitées dans une atmosphère évitant l'oxydation du métal et donc aucun décapage chimique n'est réalisé par la suite. La composition chimique de la surface des tôles reflète donc l'histoire thermique du recuit. Les éléments soufre, bore, aluminium et manganèse ont ségrégré en surface alors que l'enrichissement de l'azote provient probablement d'une légère nitruration lors du recuit.

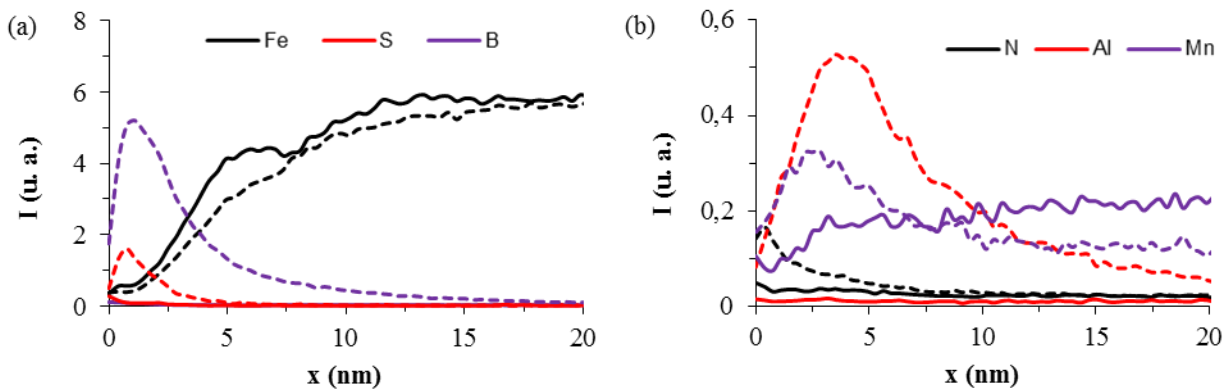


Figure 2.18 : Profils en intensité, obtenus par SDL, des éléments Fe, S et B (a) et N, Al et Mn (b) après l'étape de nettoyage pour un acier 1.4404 avec un état de surface 2B (courbes pleines) et 2R (courbes en pointillé).

Les éléments bore, soufre et azote sont préférentiellement localisés en extrême surface des tôles alors que les éléments aluminium et manganèse sont en subsurface. Des analyses par fluorescence X ont confirmé une concentration en aluminium plus importante en surface qu'au cœur des tôles, 360ppm et inférieur à 7ppm respectivement. La profondeur d'analyse de cet élément par la technique de fluorescence X est d'environ 0,6 μ m. L'élément aluminium est bien connu pour former de l'oxydation interne par diffusion de l'oxygène dans la matrice de l'acier et cela même pour des aciers chrominoformeurs dans une atmosphère avec une faible pression partielle d'oxygène [73]. D'après ces considérations et d'après le diagramme d'Ellingham, l'état le plus probable de l'aluminium est sous forme d'oxyde.

Des analyses au MEB-FEG en mode ER sur la surface de l'acier 1.4404 2R ont également confirmé la présence de bore et soufre en surface des tôles sous forme de nitrure de bore (BN), Figure 2.19 (a,b). Les nitrures de bore se caractérisent par des taches de couleur sombre sur les micrographies. L'observation des nitrures de bore est uniquement possible à faible tension d'accélération, c'est-à-dire autour de 1kV, montrant ainsi que les nitrures de bore sont uniquement présents en extrême surface des tôles. Toutefois, la distribution de ces nitrures est aléatoire sur la surface des tôles, Figure 2.19 (a) et se situe à l'échelle des grains, Figure 2.19 (b). Cette dernière micrographie permet également de mettre en évidence des lignes de glissement en surface des tôles ce qui est caractéristique d'un laminage skin-pass. Ces tôles, acier 1.4404 2R, ont donc été skin-passées tout comme pour l'acier 1.4404 2B, malgré que cette étape soit optionnelle.

La formation des nitrures de bore en surface est possible lorsque la concentration en azote est supérieure à 0,1% en masse dans une gamme de température entre 700 et 800°C [74]. La concentration en azote de l'acier 1.4404 2R est trop faible (0,046% en masse) mais cela est devenu possible en surface des tôles par l'apport d'azote lors du recuit. La formation de nitrure de bore sur une épaisseur de 20Å lors d'un traitement thermique à 900°C dans un four sous vide (10^{-6} mbar) pour un acier 316LN a été observée dans les travaux de thèse de Reinert [70]. La distribution des nitrures de bore reste, pour le moment, non expliquée. La présence des nitrures de bore aux joints de grains n'aurait pas été surprenante puisque les joints de grains sont un chemin préférentiel de diffusion. Une hypothèse est que ces nitrures se seraient donc formés lorsque l'acier était à l'état écroui avant grossissement des grains lors du traitement de recuit.

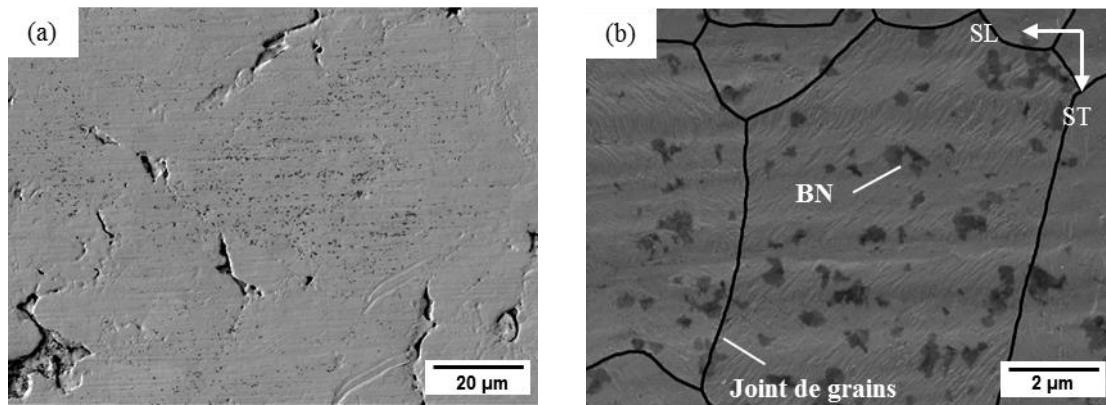


Figure 2.19 : Observations à deux grossissements en MEB-FEG en mode ER dans le plan SL-ST de l'acier 1.4404 2R avec une tension d'accélération de 1KV (a,b).

II.4. Propriétés mécaniques

Le « format » tôle limite la caractérisation des propriétés mécaniques à des essais de traction sur éprouvettes plates. La machine de traction utilisée est une ADAMEL DY30. Des essais de traction à rupture sont réalisés selon trois directions de prélèvement par rapport au sens de laminage (0, 45 et 90°) avec une vitesse de déformation nominale de $2,5 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$. L'orientation 0° correspond au sens de laminage (SL), l'orientation 90° correspond au sens travers-long (ST) et l'orientation 45° correspond au sens diagonal (SD). Les plans des éprouvettes sont présentés en Annexe B (Figure B.1). Deux essais sont effectués à température ambiante pour chaque direction de prélèvement. Une rotule pivotante est utilisée pour assurer l'alignement entre les mors et la machine. Des extensomètres mécaniques de 25 et 5mm de marque MTS® sont utilisés pour les tôles d'épaisseur 3 et 1mm, respectivement. Les extensomètres ne pouvant pas suivre entièrement la déformation, la mesure du déplacement de la traverse est utilisée à partir de 20 et 35% de déformation pour les tôles d'épaisseur 3 et 1mm, respectivement. Une correction est alors apportée en éliminant la contribution de la machine de traction. L'allongement à rupture et la striction sont calculés à partir de la métrologie des éprouvettes avec un profilomètre (Quadra-Chek 200).

Le Tableau 2.8 présente la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% de déformation $Rp_{0,2\%}$, la résistance à la traction R_m , l'allongement à rupture A_r et la striction Z . A titre de comparaison, les valeurs spécifiées dans le code RCC-MRx sont également reportées. Une très faible dispersion est obtenue entre deux essais de même orientation pour un acier donné. De manière générale, l'orientation ST présente un allongement et une résistance mécanique légèrement plus importants alors que l'orientation SD est la plus faible mécaniquement.

Acier	Orientation	$R_{p0,2\%}$ (MPa)	R_m (MPa)	A_r (%)	Z (%)
1.4404 2B	ST	291±1	635±2	84±1	77±1
	SL	284±1	619±4	78±1	81±1
	SD	289±1	612±1	82±1	82±1
1.4404 2R	ST	297±1	651±1	82±1	78±1
	SL	279±2	627±1	78±1	80±1
	SD	285±5	614±1	81±1	81±1
1.4404 1mm	ST	297±4	654±3	77±1	77±2
	SL	283±2	641±4	69±1	80±1
	SD	281±5	624±2	74±1	79±2
Spec. RCC-MRx		>220	>525	>45	-

Tableau 2.8 : Tableau récapitulatif des différentes grandeurs mécaniques déduites d'essais de traction conduits à température ambiante sur les différentes tôles de l'étude à l'état de réception. Les valeurs indiquées sont des moyennes réalisées à partir de deux essais.

L'épaisseur des tôles ne permet pas d'accéder aux propriétés mécaniques selon l'orientation TC. La limite d'élasticité peut néanmoins être estimée par l'Équation 2.2, selon la norme A03-658 : 2001, à partir de la limite d'élasticité selon l'orientation SL et les coefficients d'anisotropie plastique r_θ calculés à partir de l'Équation 2.3. L_0 et L sont respectivement la longueur initiale entre repères et la longueur mesurée après déformation (déformation élastique déduite) et b_0 et b sont respectivement la largeur initiale et la largeur mesurée après déformation.

$$R_{p0,2\%(TC)} = R_{p0,2\%(SL)} \sqrt{\frac{r_{90}(r_0 - 1)}{r_0 - r_{90}}} \quad \text{Équation 2.2}$$

$$r_\theta = \frac{\ln \frac{b_0}{b}}{\ln \frac{Lb}{L_0 b_0}} \quad \text{Équation 2.3}$$

Afin de s'affranchir de l'effet de la striction sur la mesure de la section des éprouvettes après essai, des essais interrompus sont nécessaires. Dans ce but, des essais de traction interrompus à 21% de déformation sont réalisés selon les trois directions de sollicitation. Des marques sont apposées sur la longueur utile des éprouvettes afin de mesurer la longueur et la largeur des éprouvettes avant et après essai. D'après ces équations, la limite d'élasticité estimée selon l'orientation TC est de 292MPa pour les aciers 1.4404 2B et 2R et de 288MPa pour l'acier 1.4404 1mm. L'anisotropie dans le matériau est faible et cela est vérifié par le calcul du coefficient d'anisotropie moyen \bar{r} , appelé aussi coefficient de Lankford, selon l'Équation 2.4 [75]. Ce paramètre est proche de 1 pour tous les aciers ce qui est cohérent avec l'absence de texture cristallographique.

$$\bar{r} = \frac{r_0 + 2r_{45} + r_{90}}{4} \quad \text{Équation 2.4}$$

Les propriétés mécaniques légèrement meilleures obtenues pour les tôles en acier 1.4404 2R et 1.4404 1mm par rapport à celles des tôles en acier 1.4404 2B peuvent être expliquées par la différence de composition chimique et par la taille de grains initiale des aciers. Les propriétés mécaniques sont en effet directement reliées à la taille moyenne des grains par la relation de Hall-Petch, Équation 2.5 [76].

$$\sigma = \sigma_0 + k d^{-1/2} \quad \text{Équation 2.5}$$

avec σ la contrainte élastique vraie, σ_0 la contrainte d'écoulement, k la constante de Hall-Petch et d la taille moyenne des grains. Plus récemment, Irvine [77] a proposé une équation, pour les aciers austénitiques, pour estimer la limite d'élasticité en fonction de la composition chimique, du pourcentage de ferrite dans l'acier et de la taille de grains, Équation 2.6. La limite d'élasticité $R_{p0,2\%}$ est en MPa, la composition chimique est en pourcentage massique, le taux de ferrite δ est en pourcent volumique et la taille de grains d est en mm. La concentration en azote permet d'améliorer nettement les propriétés mécaniques par durcissement en solution solide [78,79] or elle est légèrement plus importante dans les aciers 1.4404 2R et 1.4404 1mm (0,046 et 0,043% respectivement) que dans l'acier 1.4404 2B (0,035%).

$$R_{p0,2\%} = 63,5 + 496N + 356,5C + 20,1Si + 3,7Cr + 14,6Mo + 18,6V + 4,5W + 40,3Nb + 26,3Ti + 12,7Al + 2,5\delta + 7,1d^{-1/2} \quad \text{Équation 2.6}$$

La limite d'élasticité calculée à partir de l'Équation 2.6 est cependant 40MPa plus faible que la limite d'élasticité mesurée expérimentalement. En considérant cette équation exacte pour les matériaux de l'étude, deux raisons peuvent expliquer cette différence :

- La distribution de la taille des grains n'est pas prise en compte par cette équation, seul le diamètre moyen est considéré. La dispersion de la taille de grains peut être prise en compte en calculant une limite d'élasticité par classe de taille de grains en pondérant par la probabilité de la classe. Dans ce cas, la limite d'élasticité augmente d'environ 10MPa par rapport aux calculs précédents et, ceci, pour les trois aciers de l'étude. Les petits grains dans la structure sont donc sous-évalués, en réalisant un diamètre moyen, par la présence de quelques gros grains.
- Les propriétés mécaniques d'un matériau dépendent fortement du taux d'écroûissage de celui-ci [80] et cet effet n'est pas comptabilisé dans cette équation. En se référant aux courbes contrainte-déformation des essais de traction, 40MPa équivaut en moyenne à 0,1% de déformation plastique ce qui pourrait correspondre à une déformation induite lors de l'étape de laminage skin-pass [81] et/ou du planage sous traction des tôles [82].

II.5. Synthèse

A l'issue des caractérisations métallurgique et mécanique des aciers approvisionnés, un certain nombre de points marquants sont à retenir :

- La **microstructure est hétérogène** dès l'état de réception, pour les tôles d'épaisseur 3mm. La distribution de la taille de grains est très large avec notamment la présence de gros grains supérieurs à 40 μ m de diamètre alors que la taille de grains moyenne est de 17 μ m. L'évolution de la taille de grains dans l'épaisseur est également hétérogène entre le cœur et la surface des tôles. Ce phénomène est directement relié à la présence de ferrite δ aux joints de grains. Au contraire, la microstructure des tôles en acier 1.4404 1mm est très homogène

avec une taille de grains moyenne plus fine, $D_{\text{moy}}=11,7\mu\text{m}$ et une dispersion de taille de grains très resserrée. D'un point de vue microstructural, l'acier 1.4404 1mm présente donc le meilleur potentiel pour conserver une microstructure homogène après un cycle de soudage par diffusion.

- La **rugosité des tôles est faible** pour les trois aciers de l'étude, de l'ordre de la centaine de nanomètres, ce qui est bénéfique pour le soudage par diffusion. La soudage à l'état solide exige en effet des surfaces planes mais s'accommode plutôt bien de rugosités microniques. La rugosité des tôles est caractérisée par un **profil en creux isolés**, plus marqué pour l'acier 1.4404 2B, ce qui est également bénéfique pour le soudage par diffusion par rapport à un profil en pics. Par rapport à une surface plane, un profil en creux nécessite cependant un temps de soudage plus long ce qui peut entraîner des pores aux interfaces. Les creux peuvent également poser des problèmes de lavabilité des surfaces. Afin d'étudier ces deux points, un état de surface PE (Polissage Electrolytique) va être réalisé à partir de tôles avec un état de surface 2B. Le polissage électrolytique permet de diminuer la rugosité et d'éliminer en partie voire complètement le profil en creux. D'un point de vue topologique, les aciers 1.4404 2R et 1.4404 1mm sont donc pressentis pour avoir une meilleure soudabilité que l'acier 1.4404 2B.
- La composition chimique de la surface d'une tôle **avec un état 2R** est caractérisée par la **présence d'aluminium** qui est connu pour être néfaste pour l'établissement d'une jonction soudée-diffusée de « qualité » [83] c'est-à-dire avec un franchissement total des interfaces par les joints de grains. La présence de nitrures de bore en surface de ces tôles peut également être un frein pour la formation de la jonction. Un état de surface de type 2B semble donc plus favorable au soudage par diffusion puisque la surface est uniquement composée d'une couche d'oxyde « naturelle » typique et inévitable d'un acier inoxydable austénitique.
- Les **propriétés mécaniques** des aciers de l'étude en traction sont largement **supérieures à la spécification du code RCC-MRx**. Cependant au cours du procédé de soudage par diffusion, les aciers vont subir un traitement thermique à haute température (supérieure à 1000°C) dans le domaine de croissance des grains et la limite d'élasticité va donc diminuer selon l'Équation 2.6. La température de soudage et le temps de palier doivent donc être particulièrement bien choisis afin de garantir les propriétés mécaniques des assemblages. En considérant uniquement les spécifications mécaniques auxquelles un matériau doit répondre dans le domaine du nucléaire, une taille de grains limite peut être définie. La concentration en azote a une influence forte sur la tenue mécanique, comme énoncé auparavant [78,79], la composition chimique de l'acier 316L(N) tel que défini dans le **code RCC-MRx** (voir Tableau 1.2) est donc prise en compte dans ce calcul. En prenant un taux de ferrite nul et une marge de sécurité de 10MPa sur la limite d'élasticité, la taille de grains moyenne de l'acier ne doit alors pas dépasser les **80-90µm de diamètre**. Bien entendu cette valeur est une estimation et doit être considérée avec précaution.

La partie suivante s'intéresse à l'évolution de la microstructure en température afin de déterminer une température de CIC caractéristique en respectant le critère défini précédemment. Une attention particulière est notamment portée sur l'étude des domaines de température induisant une croissance anormale des grains dans les aciers de l'étude. Une revue bibliographique est menée et les mécanismes de croissances de grains sont présentés auparavant.

III. Evolution microstructurale en température : Revue bibliographique

III.1. Généralités

L'évolution de la microstructure d'un matériau dépend de sa composition chimique mais aussi de son histoire thermomécanique, c'est-à-dire de toute la gamme de transformation subie par le matériau au cours des différentes étapes de fabrication. L'évolution de la microstructure (tailles, formes, distributions et orientations des grains) se produit lors des différents traitements thermiques via :

- La restauration,
- La recristallisation primaire,
- La croissance normale ou anormale.

La **restauration** correspond à un retour partiel du matériau à l'état qu'il avait avant la déformation. Au cours de ce stade, il n'y a pas création de nouveaux grains, mais seulement réduction et réarrangement des défauts de structure comme les lacunes et dislocations [84]. L'orientation cristallographique globale ne change guère après l'étape de restauration, elle coïncide pratiquement avec la texture initiale imposée par la déformation. La restauration est généralement classée dans les étapes de recristallisation, bien qu'elle n'en fasse pas réellement partie. C'est un phénomène qui peut précéder ou se produire en parallèle avec la recristallisation. Le développement de nouveaux grains se caractérise lors de l'étape de **recristallisation**, appelée souvent recristallisation primaire. Ensuite, lors de la **croissance normale**, certains des nouveaux grains peuvent alors croître aux dépens de leurs voisins. A chaque instant tous les grains ont une taille voisine. Certains grains, plus aptes à grossir que d'autres, vont avoir une croissance exagérée par rapport à leurs voisins : c'est la **croissance anormale**.

III.2. Migration des joints de grains

III.2.1. Pression motrice

Un joint de grains est l'interface entre deux cristaux de même nature désorientés d'un angle θ , Figure 2.20. Dans le cas d'un métal pur, la vitesse de migration V d'un joint de grains est décrite selon l'Équation 2.7 [84].

$$\vec{V} = m P \vec{n} \quad \text{Équation 2.7}$$

avec m la mobilité du joint de grains, P la pression motrice (pression capillaire liée à la courbure locale) et \vec{n} la normale au joint de grains. La mobilité des joints de grains est sensible, d'une part, aux paramètres thermodynamiques, tels que la température et, d'autre part, aux caractères intrinsèques du joint de grains. Elle est décrite selon une loi exponentielle d'activation thermique de type Arrhenius, Équation 2.8 [84].

$$m = \frac{b \delta D_b}{k T} \exp\left(-\frac{Q_b}{RT}\right) \quad \text{Équation 2.8}$$

avec b le vecteur de Burgers, δ l'épaisseur du joint de grain, D_b le facteur pré-exponentiel de la diffusion, Q_b l'énergie d'activation apparente, k la constante de Boltzmann, R la constante des gaz parfaits et T la température.

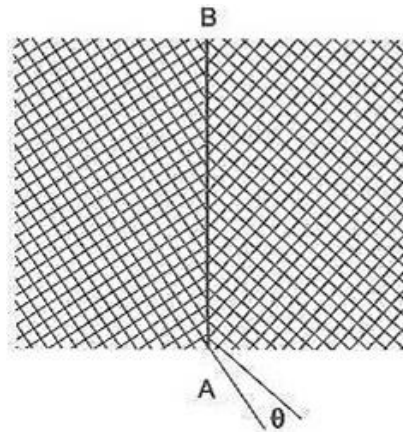


Figure 2.20 : Représentation 2D d'un joint de grains désorienté d'un angle θ pour une structure cubique simple [84].

Les principales sources de pression motrice pour la migration des joints de grains sont récapitulées dans le Tableau 2.9. Ces différentes sources d'énergie permettent la réduction de l'énergie totale du système par la migration des joints de grains.

Source	Equation	Exemple de valeur des paramètres	Pression motrice estimée
Déformation stockée dans les grains	$P = \frac{1}{2} \rho \mu b^2$	ρ = densité de dislocations $\sim 10^{15} \text{m}^{-2}$ $\frac{\mu b^2}{2}$ = énergie des dislocations $\sim 10^{-8} \text{J/m}$	10 MPa
Joints de grains	$P = \frac{\gamma(D-1)}{R}$	γ = énergie d'un joint de grain $\sim 0,8 \text{J/m}^2$ R = rayon d'un joint de grain $\sim 10^{-5} \text{m}$ D = Dimension du système	$8 \cdot 10^{-2}$ MPa (2D)
Energie de surface	$P = \frac{2\Delta\gamma^s}{d}$	$\Delta\gamma^s$ = énergie de surface entre deux grains voisins $\sim 0,5 \text{J/m}^2$ d = épaisseur de l'échantillon $\sim 10^{-3} \text{m}$	$1 \cdot 10^{-3}$ MPa
Composition chimique	$P = R(T_1 - T_0)c_0 \ln c_0$	$T_1 (>T_0)$ température de traitement thermique (5% Ag dans Cu à 300°C) C_0 = concentration = solubilité max. à T_0	$6 \cdot 10^2$ MPa

Tableau 2.9 : Tableau récapitulatif des sources de pression motrice pour la migration des joints de grains [85].

Dans le cas d'un acier déformé, cas du processus de recristallisation par exemple, la pression motrice à considérer pour la migration des joints de grains est la différence de densité de dislocations entre deux grains adjacents, celle-ci étant très importante (environ 10MPa pour l'exemple cité dans le Tableau 2.9). Le joint migre alors du grain le moins déformé vers le grain qui présente la densité de dislocations la plus élevée. Dans le cas de la croissance de grains par capillarité, l'énergie du système est minimisée par la migration des joints de grains vers leurs centres de courbure, d'après l'équation de Laplace (deuxième ligne du Tableau 2.9). La matière est en compression lorsque le grain à une surface convexe alors que le grain voisin est en traction avec une surface concave. Le gradient de pression modifie l'équilibre chimique et entraîne un flux de matière à travers le joint du grain ayant une surface concave vers le grain ayant une surface convexe. Au fur et à mesure que la taille des grains augmente, la pression motrice a tendance à diminuer et la croissance à ralentir. Dans le cadre de

cette étude, les autres sources de pression motrice ne sont pas à considérer car leurs effets sont soit négligeables soit non présents. Par exemple, une pression motrice par une différence de composition chimique n'est pas envisageable puisque seules des jonctions homogènes sont réalisées (assemblage de tôles de même nature).

Les joints de grains dans un matériau se distinguent selon deux grandes catégories : les joints de faible et de forte désorientations. La frontière communément reconnue entre ces deux types de joints de grains correspond à un angle de 15° [86,87]. De manière générale, les joints de grains de forte désorientation ont une mobilité plus grande que les joints de grains de faible désorientation, Figure 2.21 (a). L'énergie d'activation associée aux joints de grains de faible désorientation est de l'ordre de celle des mécanismes d'autodiffusion alors qu'elle est proche de celle de la diffusion par les joints de grains pour les joints de grains de forte désorientation [87]. Certains joints « spéciaux » possèdent cependant une énergie plus faible comme une macle cohérente $\Sigma 3$ ou un joint $\Sigma 11$, Figure 2.21 (b). Selon le type de joint de grains, l'énergie qui en résulte peut donc être très différente, Tableau 2.10.

Joints de grains de forte désorientation	Plan de macle cohérente	Plan de macle incohérente
0,835	0,019	0,209

Tableau 2.10 : Energies d'un joint de grains (J/m^2) d'un acier 304 d'après les travaux de Murr cités par Humphreys et Hatherly [84].

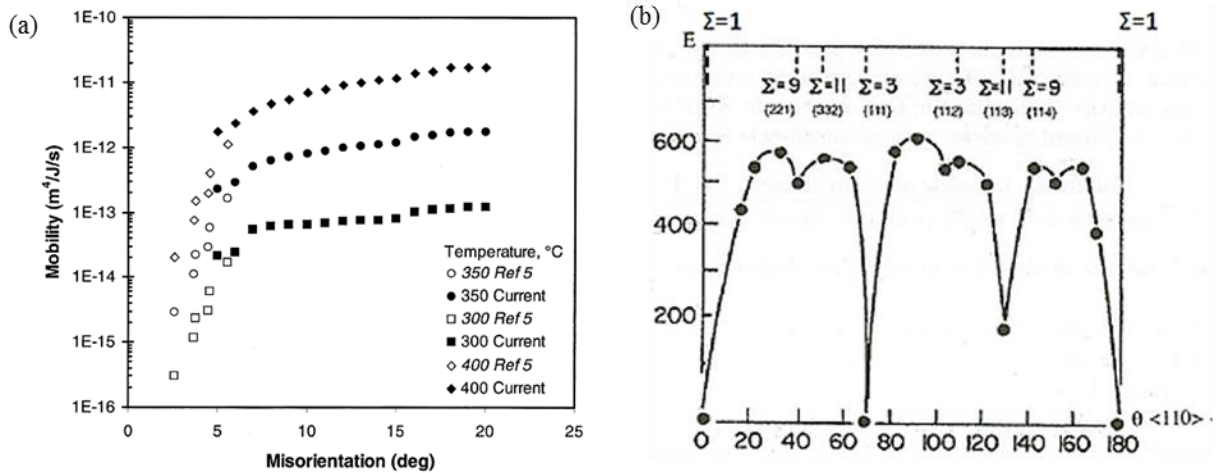


Figure 2.21 : Effet de la température et de l'angle de désorientation sur la mobilité des joints de grains dans un cristal d'Al-0,05% Si [88] (a) et énergie des joints de grains (mJ/m^2) symétriques de l'aluminium en fonction de l'angle de désorientation θ autour de l'axe $\langle 110 \rangle$ [89] (b).

III.2.2. Pression de traînage

La migration des joints de grains peut être freinée voire bloquée par la présence d'une phase minoritaire et/ou des éléments d'alliages en solution solide [84]. Ces facteurs exercent une pression de traînage sur la migration des joints de grains. L'Équation 2.7 peut alors s'écrire selon l'Équation 2.9 en ajoutant le terme P_t qui est la somme des pressions de traînage. La présence d'une pression de traînage ralentit la vitesse de migration des joints de grains voire la stoppe lorsque $P=P_t$.

$$\vec{V} = m(P - P_t)\vec{n} \quad \text{Équation 2.9}$$

III.2.2.1. Particules de phase minoritaire

La présence d'une phase minoritaire dans l'alliage peut gêner la migration des joints de grains dans la matrice. En effet, lorsqu'un joint de grains intercepte une particule, celle-ci exerce une pression de traînage ou d'épinglage P_z qui s'oppose à la pression de migration P du joint. Ce phénomène est connu sous le nom d'effet Zener. La migration des joints de grains est alors contrôlée par la vitesse de migration des particules les plus lentes lorsque les particules sont stables.

L'ampleur de ce phénomène dépend de la nature et de la forme des particules. Par exemple, des particules stables de forme cubique (cas d'un nitrure de titane) sont plus efficaces que des particules sphériques pour retarder la croissance de grains. L'épinglage est aussi plus efficace si les particules sont cohérentes, la force de traînage étant deux fois plus importante [84]. Dans le cas de particules incohérentes de forme sphériques distribuées aléatoirement dans la matrice, la pression d'épinglage P_z sur un joint de grain plan s'écrit selon l'Équation 2.10 [84].

$$P_z = \frac{3F_v\gamma}{2r} \quad \text{Équation 2.10}$$

avec F_v la fraction volumique des particules, r le rayon des particules et γ l'énergie des joints de grains. La pression de traînage est donc d'autant plus importante que la fraction volumique des particules est importante et que le rayon des particules est petit.

III.2.2.2. Effet des éléments en solution solide

Des éléments en solution solide peuvent avoir un impact fort sur la vitesse de migration des joints de grains, une faible quantité d'impuretés pouvant réduire la mobilité de plusieurs ordres de grandeur, Figure 2.23. Pour de faibles concentrations de soluté, la mobilité des joints de grains est indépendante de cette dernière. Au contraire, pour une forte concentration de soluté, la vitesse de migration des joints de grains diminue linéairement en fonction de l'augmentation de celle-ci. La migration des joints de grains est alors contrôlée par la vitesse de diffusion des atomes du soluté dans la matrice. L'effet de soluté dans la matrice diminue lorsque la température augmente.

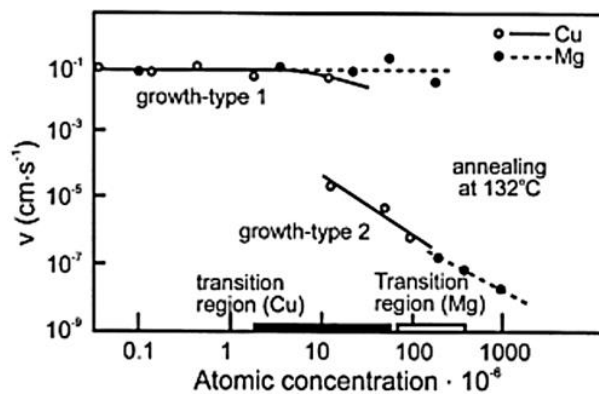


Figure 2.22 : Influence de l'addition de cuivre et de magnésium sur la vitesse de migration des nouveaux grains dans de l'aluminium déformé d'après les travaux de Frois et Dimitrov cités par Humphreys et Hatherly [84].

III.3. Recristallisation primaire

La recristallisation primaire est caractérisée par l'apparition de nouveaux grains qui se développent aux dépens de la matrice déformée. L'énergie nécessaire à la recristallisation primaire est fournie par les nombreux défauts réticulaires et, en particulier, les dislocations qui persistent dans un métal écroui malgré la restauration préalable. La pression motrice est alors très élevée (voir Tableau 2.9). Les lois de la recristallisation primaire peuvent être résumées comme suit :

- Elle ne se produit qu'après une certaine déformation minimale, dite écrouissage critique,
- La température de recristallisation est d'autant plus élevée que la déformation est plus faible,
- La taille finale des grains recristallisés d_r est d'autant plus petite que la déformation ϵ est importante (Équation 2.11 où A est une constante et Figure 2.23),
- Les nouveaux grains vont croître aux dépens des grains déformés,
- La température de recristallisation est d'autant plus basse que la pureté du métal est élevée.

$$d_r = A\epsilon^n \quad \text{avec} \quad n \approx -1 \quad \text{Équation 2.11}$$

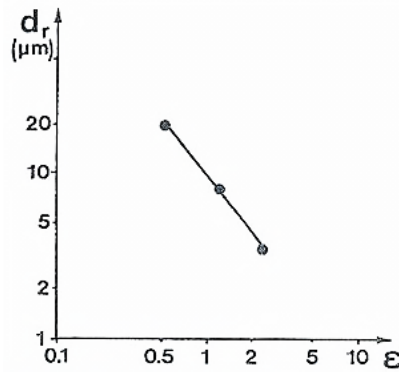


Figure 2.23 : Influence de la déformation sur la taille de grains recristallisés à 900°C d'un acier 316L [13].

III.4. Croissance normale

Le premier modèle a été développé par Burke et Turnbull [90] en établissant trois principales hypothèses :

- La pression motrice pour la croissance de grains est proportionnelle au rayon de courbure moyen du joint de grain ($1/R$), avec R le rayon équivalent du grain. Le système tend à réduire son énergie par réduction de l'aire totale des joints de grains qui migrent vers leur centre de courbure.
- L'énergie des joints γ et la mobilité m des joints de grains sont isotropes et uniformes. La position d'équilibre d'un point triple forme alors des angles de 120°.
- La vitesse de déplacement des joints de grains est proportionnelle à la pression motrice pour la croissance de grains.

Ces hypothèses permettent d'établir la cinétique de croissance de grains selon l'Équation 2.12.

$$\overline{R}^2 - \overline{R}_0^2 = -\frac{1}{2}m\gamma t \quad \text{Équation 2.12}$$

où \overline{R} et \overline{R}_0 sont le rayon moyen des grains à l'instant t et à l'état initial respectivement et t le temps.

L'analyse de Burke et Turnbull ne s'avère cependant pas totalement exacte puisque celle-ci ne prend pas en compte les aspects géométrique et topologique de la microstructure. Pour une structure en 2D, la seule configuration stable qui peut remplir les conditions d'équilibre des points triples et d'arrangement dans l'espace est un réseau de grains de forme hexagonale, Figure 2.24. Par exemple, si un grain polygonal à cinq faces est inséré, alors un grain à sept faces est également présent afin de conserver le nombre moyen de faces par grain à six, Figure 2.25 (a). L'équilibre des tensions interfaciales des joints de grains impose une forme convexe pour le petit grain. La migration des joints de grains se produit alors en direction du centre de courbure du joint afin de réduire l'aire des joints de grains, Figure 2.25 (b-f). Généralement, un grain qui possède plus de six faces va avoir tendance à grossir car les joints de grains sont concaves alors qu'un grain avec moins de six faces aura tendance à rétrécir voire disparaître. En moyenne, la croissance des gros grains est donc favorisée aux dépens des petits grains.

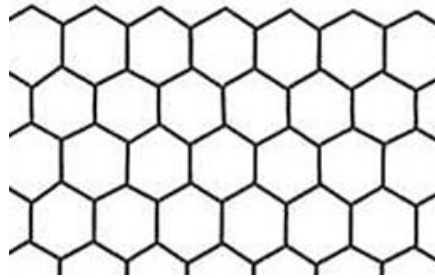


Figure 2.24 : Arrangement stable 2D de grains de forme hexagonale.

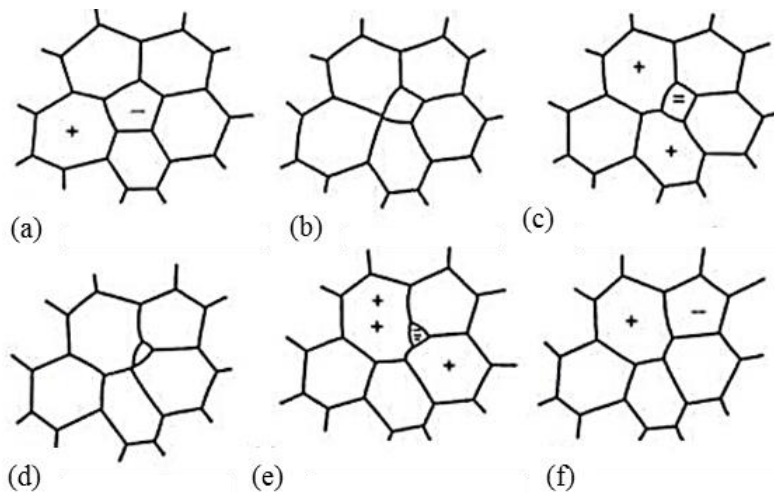


Figure 2.25 : Diagramme schématique de la croissance de grains en 2D [91]. Les signes (=), (+) et (-) se rapportent respectivement à un grain stable, en croissance et en décroissance.

La croissance des grains en 2D se produit selon deux processus topologiques fondamentaux : l'échange de voisins et la disparition d'un grain. L'échange de voisins se produit lorsque deux sommets (deux points triples) se rencontrent le long d'un joint de grains, puis se séparent dans une direction perpendiculaire, Figure 2.26 (a). La disparition d'un grain se produit lorsque trois sommets voisins entre eux se rencontrent pour former un seul sommet, Figure 2.26 (b).

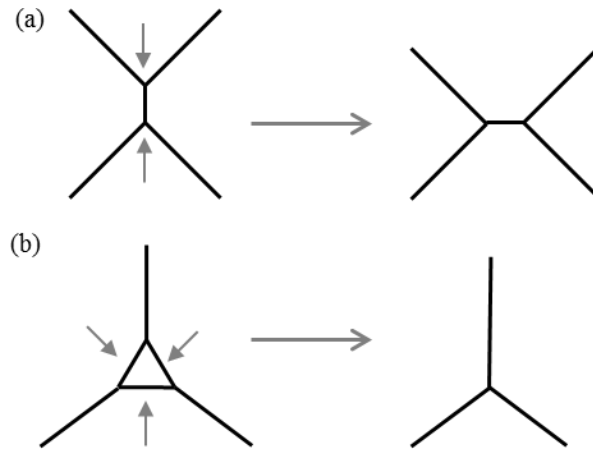


Figure 2.26 : Processus topologiques en croissance des grains en 2D : échange de voisins (a) et disparition d'un grain triangulaire (b) [85].

A partir de ces considérations topologiques, Von Neumann [92] et Mullins [93] ont proposé l'Équation 2.13, cette dernière donnant la croissance en 2D d'un grain d'aire A avec N côtés et avec C une constante qui dépend du matériau.

$$\frac{dA}{dt} = (N - 6)C \quad \text{Équation 2.13}$$

Sur la base de cette loi, Hillert [91] puis Abbruzzese et al. [94–96] ont proposé un modèle 2D à champ moyen prenant en compte les aspects statistiques et topologiques, Équation 2.14.

$$V_i = \beta m \gamma \left(\frac{1}{\bar{R}} - \frac{1}{R_i} \right) \quad \text{Équation 2.14}$$

Dans ce modèle, la structure est discrétisée en famille de grains avec l'indice i , V_i est la vitesse de migration des joints de grains de la famille i , \bar{R} est le rayon moyen des grains et β est une constante valant 0,5 en 2D et 1 en 3D. L'effet des grains voisins est pris en compte par le terme $1/\bar{R}$. Le comportement en croissance des grains selon une famille i peut être analysé par un histogramme, Figure 2.27. L'interaction entre les différentes familles est directement prise en compte alors que dans l'analyse de Burke et Turnbull cette interaction a été ignorée et la cinétique de croissance de grains est seulement caractérisée par la taille de grains moyenne.

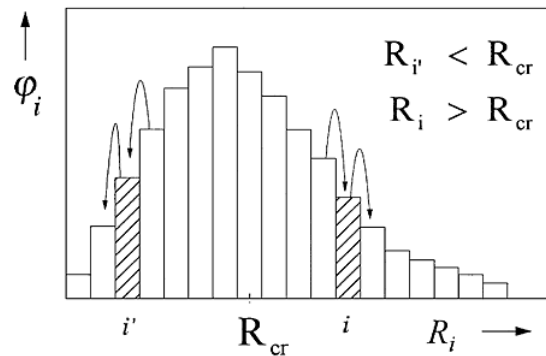


Figure 2.27 : Distribution de la taille de grains selon la modèle d'Abbruzzese et al. [96]. Exemple de l'évolution d'une famille de taille de grains pour les cas $R_{i'} < R_{cr}$ et $R_i > R_{cr}$.

III.5. Croissance anormale

La particularité de certains alliages dont les aciers de type 316 [97,98] est la présence de croissance dite « anormale » de certains grains selon la température de traitement thermique. La croissance anormale est une croissance soudaine et rapide d'une minorité de grains.

La présence d'un gros grain dans une structure dite « normale », avec une mobilité et une énergie de joint de grain constante, n'est pas une condition suffisante pour permettre l'apparition de la croissance anormale [99,100]. La croissance anormale des grains peut seulement apparaître lorsque la croissance normale est inhibée. Les principales causes sont :

- La présence d'une phase minoritaire,
- La présence d'un écrouissage local,
- La présence d'une texture,
- L'énergie de surface dans le cas de tôles minces.

La condition pour les tôles minces est valable uniquement lorsque la taille de grains est de l'ordre de grandeur de la plus faible dimension de l'échantillon (de une à trois fois l'épaisseur d'une tôle par exemple). Ce cas n'est pas développé par la suite puisque les épaisseurs des tôles de l'étude (3 et 1mm d'épaisseur) sont suffisamment importantes par rapport à la taille des grains pour s'affranchir de cet effet.

III.5.1. Phase minoritaire

L'apparition de la croissance anormale en présence d'une phase minoritaire a été étudiée expérimentalement dans un acier 1.4970 (15Cr-15Ni-1,2-Mo-Ti-B) [101,102]. Trois domaines distincts de croissance ont alors été établis selon la température et la durée du traitement thermique, Figure 2.28.

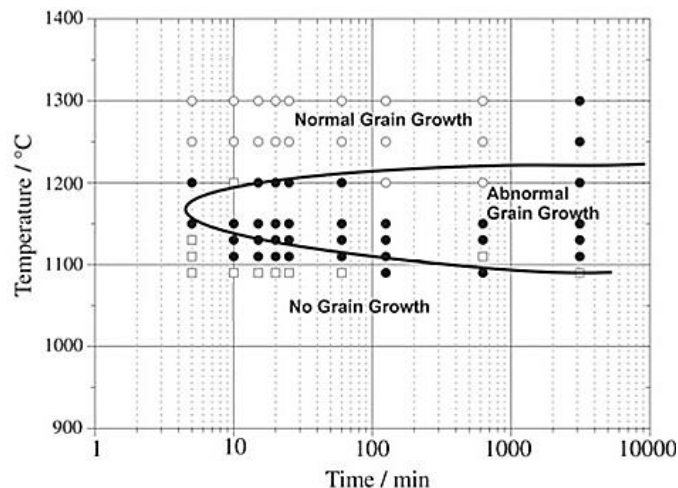


Figure 2.28 : Diagramme TTT d'un acier 1.4970 montrant trois domaines distincts de croissance de grains [101]. Sans croissance de grains (\square), croissance de grains anormale (\bullet) et croissance de grains normale (\circ).

Pour une température inférieure à 1050°C, aucune croissance n'est observée car la pression de traînage des particules de la phase minoritaire ($M_{23}C_6$ et $[Ti_{0,92}Mo_{0,08}]C$) sur les joints de grain est plus importante que la pression de migration par capillarité (voir Équation 2.9). Au-delà de cette température, ces particules commencent à se dissoudre ce qui engendre une hétérogénéité de la

dispersion des particules au niveau des joints de grains et certains grains peuvent alors grossir anormalement au détriment de leurs voisins. Des études par simulation de l'effet des particules sur la croissance des grains montrent effectivement que la dissolution doit seulement être partielle afin d'observer l'apparition de la croissance anormale [99,103]. L'hétérogénéité de la dispersion des particules peut également provenir d'une précipitation préférentielle lors du procédé de fabrication de l'acier. Au-dessus de 1250°C, une croissance normale peut finalement avoir lieu puisque la totalité des particules est dissoute.

III.5.2. Ecrouissage local

L'influence d'une faible déformation à froid sur la taille de grains moyenne lors d'un traitement thermique ultérieur a été montrée pour le fer pur dans les années 1980 [104–107]. Comme illustré précédemment, trois domaines de croissance de grains sont observés, Figure 2.29 (a,b) :

- Une croissance généralisée mais celle-ci reste faible,
- Une cinétique de croissance des grains rapide correspondant à l'apparition de la croissance anormale des grains, ce domaine apparaissant d'autant plus tôt que la déformation est importante,
- La croissance des grains se stabilise finalement à une valeur limite.

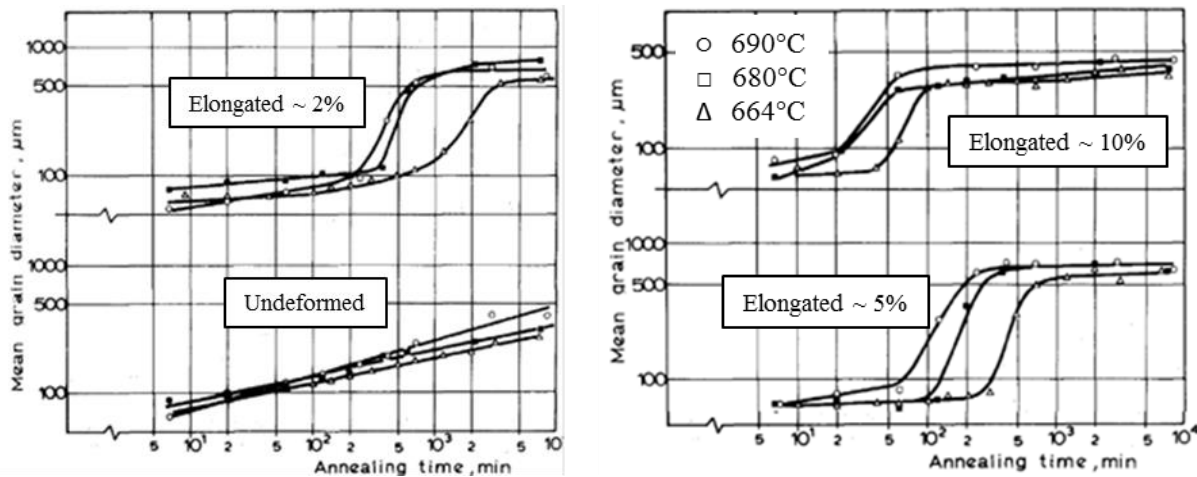


Figure 2.29 : Influence de la déformation à froid entre 2 et 10% sur la taille de grains moyenne pour un fer pur [106].

Plus récemment, lors d'une étude sur l'ingénierie des joints de grains d'un acier 316, une croissance anormale des grains a également été observée après une déformation à froid de 3% [108]. Une déformation trop importante de la structure peut conduire a contrario à une microstructure homogène à gros grains puisque l'ensemble des grains ont subi un écrouissage équivalent quelle que soit leur orientation cristallographique [109,110]. L'apparition de la croissance anormale dans un acier déformé est donc liée à une hétérogénéité d'écrouissage entre les grains. La croissance des grains est alors gouvernée par la différence d'énergie stockée dans les grains et non par la courbure des joints de grains (voir Tableau 2.9). On parle alors de migration des joints de grains induite par la déformation, la SIBM en anglais (Strain Induced Boundary Migration).

III.5.1. Texture

En présence d'une texture prononcée, la majorité des joints de grains a une faible désorientation, donc une faible énergie γ [86] (voir Tableau 2.9), ce qui rend leur déplacement plus difficile par

rapport aux joints de grains avec une forte désorientation. Ces grains peuvent alors croître de façon anormale aux dépens des grains ayant une plus faible énergie de joints de grains [111–113]. Ce type de croissance engendre une modification importante de la texture puisque seuls les grains avec une forte désorientation ont grossi. Au contraire, lors de la croissance normale, la texture reste pratiquement inchangée par rapport à la texture obtenue après la recristallisation. Dans certains cas, le développement d'une texture préférentielle est recherchée notamment dans les alliages Fe-3%Si afin d'augmenter les propriétés magnétiques [84].

L'apparition de la croissance anormale par un seul effet de texture est cependant peu courante et elle est souvent couplée à un autre mécanisme comme la présence d'une phase minoritaire pour les alliages Fe-3%Si [114].

IV. Evolution microstructurale en température : Résultats expérimentaux

Cette étude s'est focalisée sur l'évolution de la microstructure en volume lors de traitements thermiques et plus particulièrement sur l'évolution de la taille des grains. L'évolution de la ferrite δ et des inclusions au cours de ces traitements thermiques sont également étudiées afin de déterminer leurs influences sur la croissance des grains.

IV.1. Evolution de la taille de grains

Des traitements thermiques dans un four sous vide primaire (10^{-2} mbar) ont été réalisés entre 1010°C et 1130°C pour des durées de maintien comprises entre 15min et 12h. Le four permet de sortir les échantillons à chaud automatiquement et donc d'effectuer une trempe à l'air. Lorsque l'échantillon est sorti du four, une température de 500°C est atteinte au bout de 10min quelle que soit la température du traitement thermique. La vitesse de refroidissement est donc suffisamment rapide, 5000°C/h pour une température de 1000°C par exemple, pour éviter tout risque de précipitation de carbures de chrome $M_{23}C_6$ (voir Figure 1.3). La montée en température est rapide, 600°C/h, afin de limiter la croissance des grains au cours du chauffage. L'influence de la rampe de chauffage sur la microstructure est discutée dans la partie suivante. La température se stabilise au palier de traitement thermique au bout de 15min ce qui correspond au premier point de mesure. L'étude de la croissance de grains est uniquement réalisée sur le matériau de référence, l'acier 1.4404 2B.

Après assemblage par CIC, seules les informations relatives à la microstructure dans l'épaisseur des tôles sont accessibles. Les analyses sont donc réalisées dans le plan ST-TC afin de pouvoir les confronter par la suite avec les résultats obtenus après assemblage par CIC. Toutefois, des analyses ont également été menées dans le plan SL-ST et les conclusions exposées ci-dessous sont similaires. Le protocole expérimental est identique à celui des mesures de la taille de grains à l'état de réception. Un critère sur la taille de grains est néanmoins utilisé afin de mettre en évidence la présence de croissance anormale des grains et de la quantifier. Selon la théorie d'Hillert [91], il y a croissance anormale lorsque le diamètre d'un grain est deux fois plus grand que la moyenne. En considérant ce critère, la microstructure à l'état de réception de l'acier 1.4404 2B présente déjà une aire de croissance anormale (fraction surfacique des grains anormaux), notée A_{ab} , de $23\pm 2\%$. Afin de définir l'état de réception comme l'état de référence, le critère d'apparition de la croissance anormale est modifié afin d'obtenir une aire de croissance anormale initiale proche de zéro. Pour cette étude, le critère est de trois fois le

diamètre moyen des grains ce qui correspond à une aire de croissance anormale des grains de $4\pm 2\%$ à l'état de réception. Certains auteurs utilisent également la distribution de la taille de grains pour détecter l'apparition de la croissance anormale [97,115]. Ils considèrent la croissance anormale des grains apparue lorsque la largeur de la distribution de la taille de grains a doublé par rapport au traitement thermique précédent. Dans ce cas, il n'est toutefois pas possible de la quantifier.

Les résultats sont compilés en diagrammes iso-valeurs de taille de grains moyenne et d'aire de croissance anormale des grains en fonction de la température et du temps de maintien, Figure 2.30 (a,b). Les courbes iso-valeurs sont obtenues par régression à partir des points expérimentaux, 18 points au total. Ces diagrammes permettent de déterminer les différents régimes de croissance de grains et trois régimes sont identifiés comme dans les travaux illustrés précédemment [101,106]. Le nombre de points reste cependant limité pour le domaine de température et de temps considérés. Certaines limites sont donc à prendre avec précaution et ces diagrammes doivent uniquement être utilisés afin d'obtenir une estimation de la taille de grains et de l'aire de croissance anormale des grains et non des valeurs exactes.

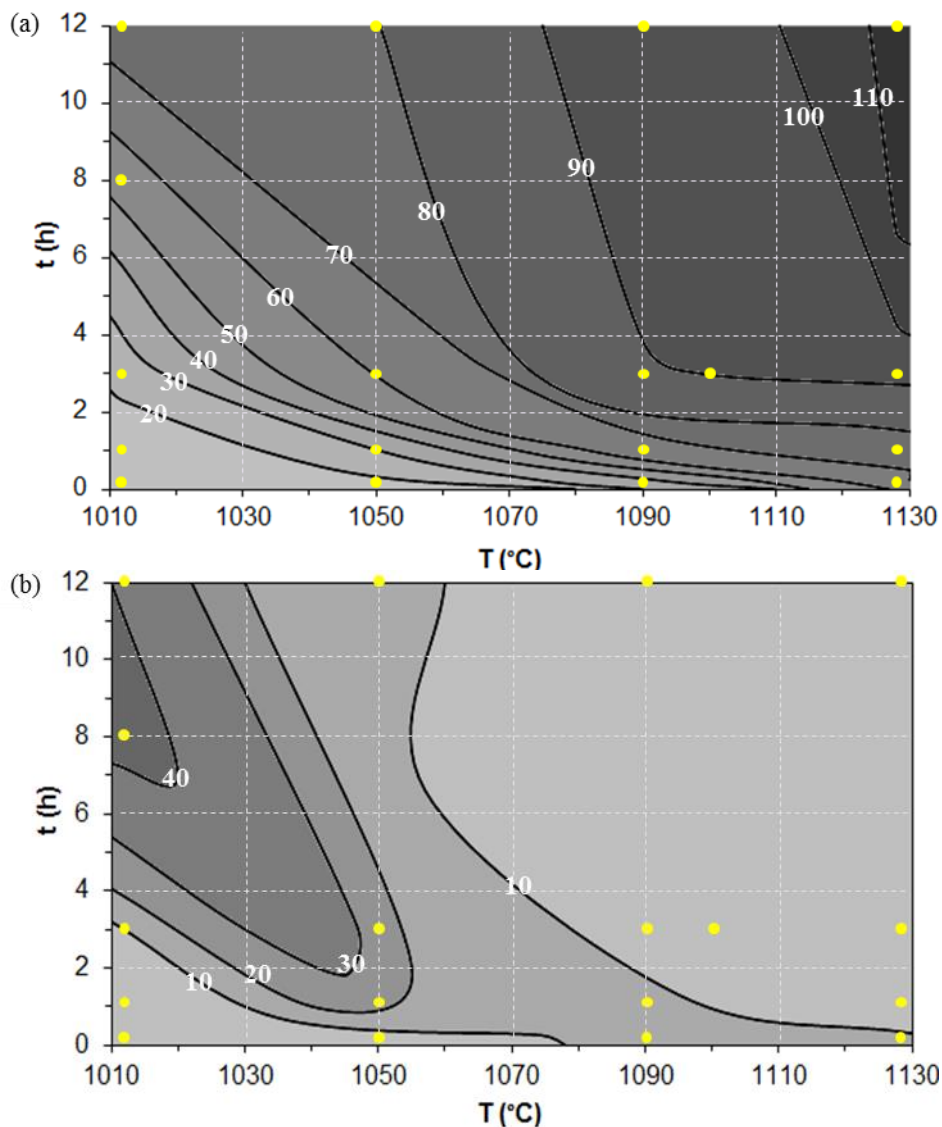


Figure 2.30 : Courbes iso-valeurs de la taille de grains moyenne D_{moy} en micromètre (a) et de l'aire de croissance anormale A_{ab} en pourcent (b) dans le plan ST-TC de l'acier 1.4404 2B. Ces diagrammes sont obtenus à partir de 18 essais (points jaunes).

A faible température et pour des temps de maintien courts, typiquement 1010°C/1h, la croissance des grains est faible voire nulle, Figure 2.31 (a). La température est trop faible ou le temps de maintien n'est pas assez long pour permettre la croissance des grains.

Lorsque la température augmente et/ou la durée de maintien est prolongée, une croissance rapide des grains est observée. Cette croissance est associée à l'apparition de la croissance anormale dans l'acier. L'augmentation de la température ou du temps de maintien permet seulement d'activer la croissance de certains grains. Ces grains grossissent alors anormalement aux dépens de leurs voisins. Les conditions d'apparition de la croissance anormale dans l'acier sont étudiées dans la partie suivante. La croissance anormale est d'autant plus marquée que la température du traitement thermique est faible. Un traitement thermique de 1010°C/8h entraîne une aire de croissance anormale des grains supérieure à 40% avec une taille de grains moyenne de 53µm, Figure 2.31 (b). Dans ce cas, la microstructure est caractérisée par une distribution très large de la taille de grains avec la présence de très gros grains, supérieurs à 300µm, et de petits grains d'environ 40µm, Figure 2.32. Une augmentation de la température, typiquement un traitement thermique de 1050°C/3h, entraîne également une croissance anormale des grains mais celle-ci est moins marquée que précédemment, Figure 2.31 (c). Lorsque le traitement thermique est ensuite prolongé dans le domaine de croissance de grains anormale, 1010-1070°C, une homogénéisation de la microstructure est finalement obtenue lorsque les petits grains sont consommés par les plus gros. La croissance anormale des grains est donc un phénomène transitoire [96].

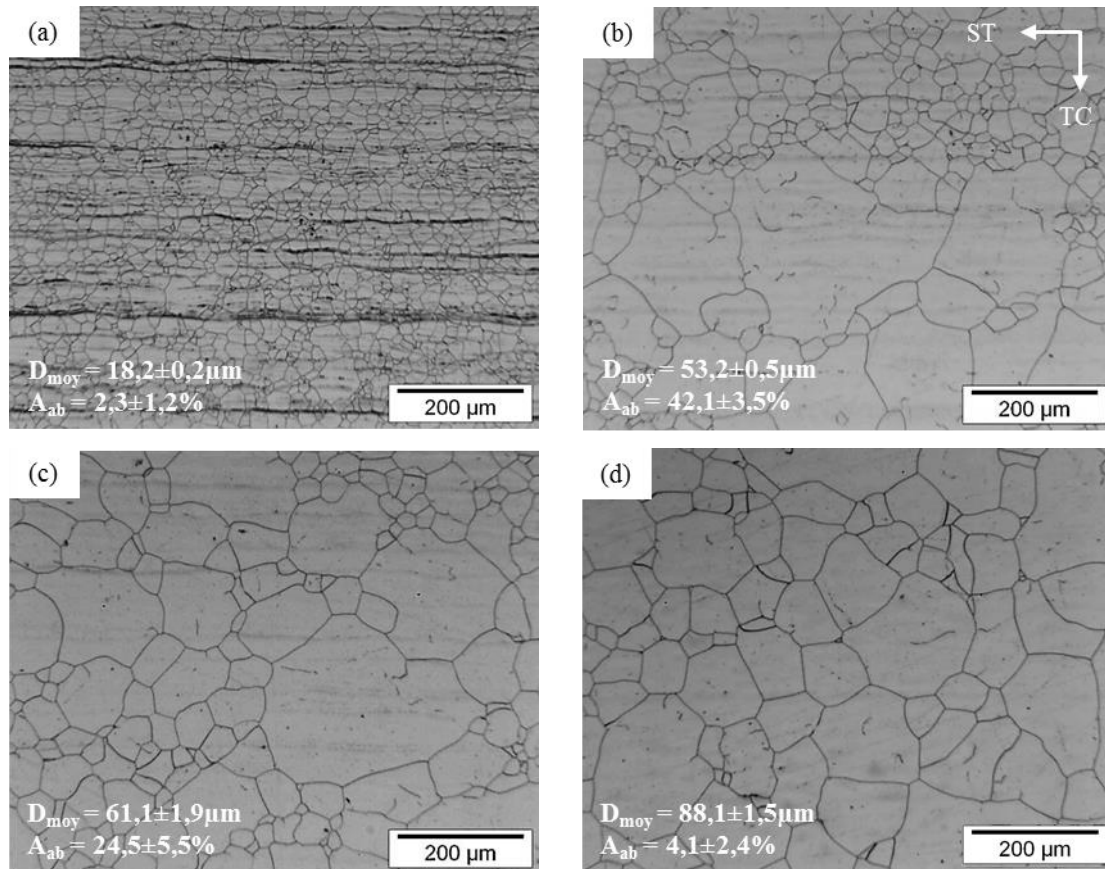


Figure 2.31 : Observations au MO dans le plan ST-TC de l'acier 1.4404 2B après un traitement thermique de 1010°C/1h (a), 1010°C/8h (b), 1050°C/3h (c) et 1100°C/3h (d).

Finalement, à une température élevée (supérieure à 1090°C), une croissance généralisée des grains est observée avec l'obtention d'une microstructure homogène, Figure 2.31 (d). La température est suffisamment élevée pour éviter toutes les causes d'inhibition de la croissance normale des grains. Dans ce domaine de température, la cinétique de croissance de grains est très rapide dans les premiers stades de croissance. Pour un traitement thermique de 1100°C/3h, seulement 15min sont nécessaires pour atteindre 70% de la taille de grains finale puis la croissance se stabilise finalement pour atteindre une taille de grains limite de 90µm pour les temps de maintien considérés. Quelques gros grains sont cependant encore observés, Figure 2.32, mais leur présence doit être associée à l'hétérogénéité de microstructure de l'acier à l'état de réception et non à une croissance anormale. La microstructure est également caractérisée par la présence importante de plans de macles d'origine thermique.

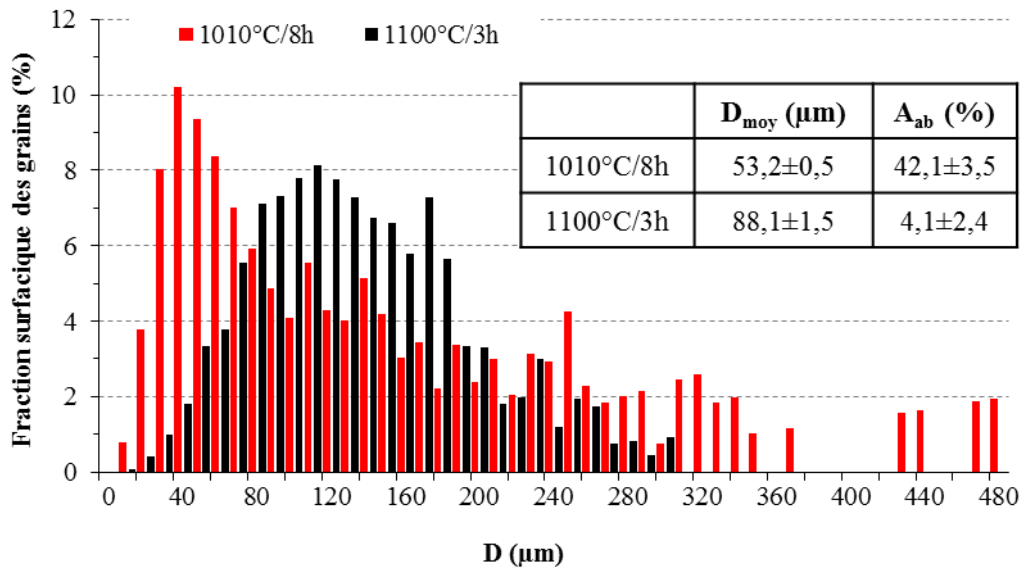


Figure 2.32 : Fraction surfacique des grains dans le plan ST-TC de l'acier 1.4404 2B après des traitements thermiques à 1010°C/8h ou à 1100°C/3h.

IV.2. Loi de croissance de grains

Ces données expérimentales sont analysées selon les deux modèles à champ moyen présentés dans la partie III.4 de ce chapitre. Le premier modèle testé est le modèle de Burke et Turnbull [90]. Pour vérifier la cohérence entre les résultats expérimentaux et ce modèle, les courbes $\log(\bar{R}^2 - \bar{R}_0^2) = f(\log(t))$ sont tracées pour chaque température. La validité du modèle est vérifiée si la pente p de l'Équation 2.15 est égale à 1.

$$\bar{R}^2 - \bar{R}_0^2 = \frac{1}{2} m \gamma t^p \tag{Équation 2.15}$$

Cette loi permet d'ajuster correctement tous les points expérimentaux avec un coefficient de corrélation de la régression linéaire proche de 1 sauf pour une température de 1090°C, Tableau 2.11. La pente est cependant très dépendante de la température et ce modèle n'est vérifié que pour une température de 1050°C.

T (°C)	1010	1050	1090	1130
R ² *	0,96	0,93	0,77	0,95
Pente (p)	1,94	1,05	0,42	0,28

Tableau 2.11 : Traitement des points expérimentaux selon le modèle de Burke et Turnbull. (*) Coefficient de corrélation de la régression linéaire.

Il a en effet été montré qu'expérimentalement l'exposant 2 dans la loi de Burke et Turnbull n'est pas constant et varie selon le matériau et la température [84]. D'une façon plus générale, l'Équation 2.12 s'écrit donc sous la forme de l'Équation 2.16 même si aucune justification théorique n'a été apportée.

$$\bar{R}^n - \bar{R}_0^n = \frac{1}{2} m \gamma t \quad \text{Équation 2.16}$$

Cette loi permet d'ajuster correctement tous les points expérimentaux et une forte dépendance en température de l'exposant n est observée, Figure 2.33. Les valeurs calculées sont cependant très différentes de l'étude de Mizera et al. [97]. Afin de vérifier la validité de ces calculs, la mobilité m des joints de grains est calculée à partir de l'Équation 2.16 en prenant l'énergie γ des joints de grains égale à 0,6J/m². Cette valeur correspond à une énergie de joint de grains standard d'un acier austénitique [84]. Les valeurs de mobilité calculées n'ont aucune signification physique et l'évolution en température est de plus aberrante. La mobilité des joints de grains diminue lorsque la température augmente or, normalement, l'inverse se produit puisque la mobilité suit une loi d'Arrhenius. Le modèle de Burke et Turnbull n'est donc pas valide pour le matériau de l'étude.

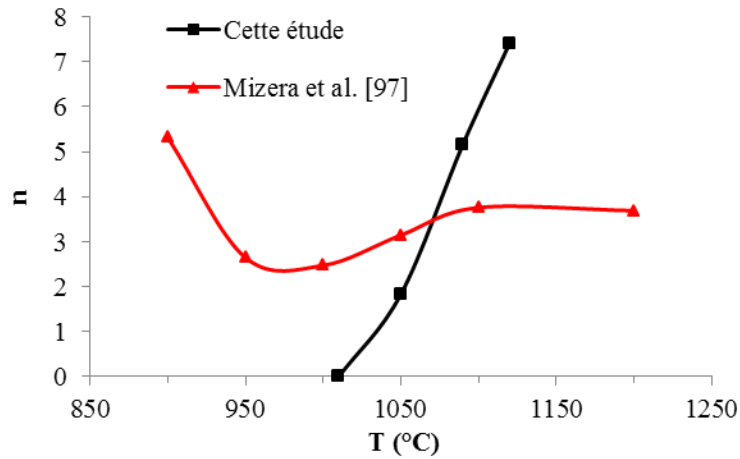


Figure 2.33 : Dépendance en température de l'exposant « n » de l'Équation 2.16 des résultats de cette étude et de l'étude de Mizera et al. [97] sur un acier 316L forgé.

Le deuxième modèle testé est le modèle d'Abbruzzese et al. [94–96] qui devrait être plus représentatif de la microstructure puisque celui-ci prend en compte l'interaction des grains entre eux. Ce modèle est effectivement en très bon accord avec des résultats obtenus par une approche champ complet sur un acier 304L dans des conditions idéales (mobilité et énergie des joints de grains isotropes et sans effet Zener) [92]. Le protocole d'analyse des données selon ce modèle et les résultats sont détaillés dans l'Annexe C.

La mobilité des joints de grains est ajustée afin de minimiser l'erreur entre les résultats expérimentaux et numériques. Les calculs sont réalisés à partir d'une distribution de taille de grains initiale et les résultats sont traités par couple température/temps. La validité du modèle est vérifiée si les valeurs de mobilité m des joints de grains obtenues sont constantes pour une température donnée. Une variation importante en fonction du temps de palier est cependant observée, Figure 2.34. De plus, l'erreur est importante entre les résultats expérimentaux et numériques, Annexe C. Pour les matériaux de l'étude, le modèle d'Abbruzzese ne permet pas de décrire correctement la croissance des grains à partir d'une distribution initiale de taille de grains. Ceci laisse donc penser, par comparaison avec les travaux de thèse de Cruz Fabiano [92], qu'il existe un ou des effets inhibant la croissance normale des grains. Ce point est traité dans la partie suivante. A noter toutefois que contrairement au modèle de Burke et Turnbull, l'ordre de grandeur des valeurs de mobilité est correct et leur évolution en température est également cohérente avec une loi d'Arrhenius.

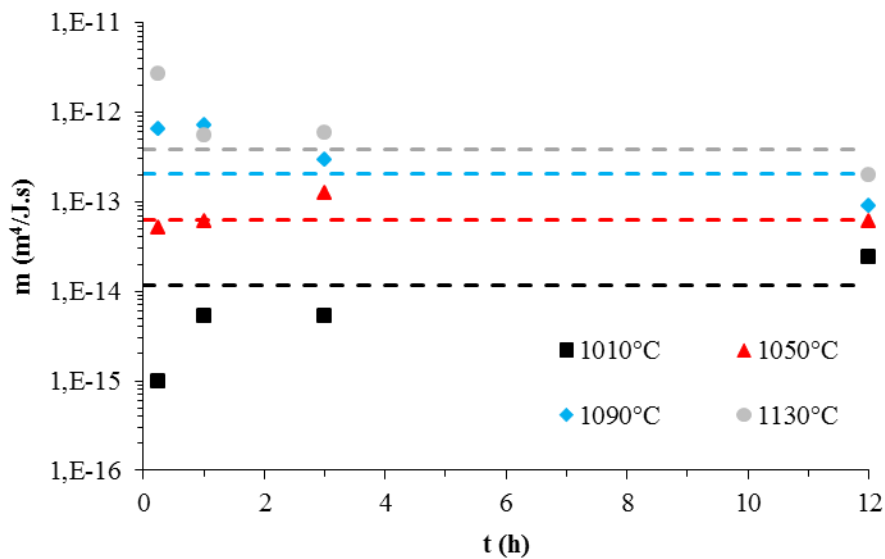


Figure 2.34 : Evolution de la valeur de la mobilité des joints de grains optimisée selon le modèle d'Abbruzzese en fonction de la température. Les traits en pointillés correspondent à la valeur de la mobilité des joints de grains obtenue en optimisant directement tous les résultats expérimentaux pour une température donnée.

IV.3. Etude de la croissance anormale des grains

IV.3.1. Croissance anormale dans les aciers 1.4404

La croissance anormale est étudiée pour deux couples température/temps caractéristiques du domaine de croissance anormale des grains : 1010°C/12h et 1050°C/3h. Ces analyses sont réalisées pour les trois aciers de l'étude, Tableau 2.12. Une différence notable de microstructure (taille de grains moyenne et aire de croissance anormale) est constatée selon la nuance d'acier. L'aire de croissance anormale est importante pour les aciers 1.4404 2B et 1.4404 2R par rapport à l'acier 1.4404 1mm pour lequel l'aire de croissance anormale est inférieure à 10% dans les deux cas. Une différence significative est également observée entre les aciers 1.4404 2B et 1.4404 2R, la croissance anormale étant environ deux fois plus importante pour le premier.

Acier	Brut	1010°C/12h		1050°C/3h	
	D _{moy} (µm)	D _{moy} (µm)	A _{ab} (%)	D _{moy} (µm)	A _{ab} (%)
1.4404 2B	16,8±0,2	74,3±6,1	39,5±2,9	61,1±1,9	24,5±5,5
1.4404 2R	16,5±0,2	65,8±2,4	21,9±1,6	60,4±0,5	14,7±3,2
1.4404 1mm	11,7±0,4	40,2±4,1	9,6±2,1	40,6±1,8	6,7±3,2

Tableau 2.12 : Taille de grains moyenne et aire de croissance anormale pour un traitement thermique de 1010°C/12h et 1050°C/3h selon la nuance d'acier dans le plan ST-TC.

Une aire de croissance anormale globale ne permet pas de révéler une éventuelle hétérogénéité de microstructure dans l'épaisseur des tôles. L'évolution de l'aire de croissance anormale des grains dans la section ST-TC est alors tracée, Figure 2.35 (a,b). Pour un traitement thermique de 1010°C/12h, la surface des tôles est caractérisée par la présence de très gros grains alors qu'au cœur des tôles il y a coexistence de gros grains et de petits grains, Figure 2.35 (c,d). Pour un traitement thermique de 1050°C/3h, la croissance anormale est moins prononcée mais le profil est similaire au cas précédent. Dans les deux cas, la croissance anormale est plus marquée pour l'acier 1.4404 2B. La microstructure étant très hétérogène pour cet acier, une très forte dispersion de résultats est obtenue selon les zones analysées. La microstructure de l'acier 1.4404 2R peut être considérée comme « homogène » pour un traitement thermique de 1050°C/3h en tenant compte des incertitudes de mesure.

IV.3.1. Facteurs d'apparition de la croissance anormale

Les conditions d'apparition de la croissance anormale sont passées en revue afin d'expliquer le comportement en température des aciers de l'étude. L'hétérogénéité en taille des grains à l'état de réception, la présence de phases minoritaires (ferrite δ , inclusions) et l'effet d'un écrouissage résiduel de surface (skin-pass, planage sous traction) sont discutés. L'influence d'une texture sur l'apparition de la croissance anormale est écartée puisqu'il a été montré que l'acier 1.4404 2B est faiblement texturé (voir Figure 2.11).

Hétérogénéité de la taille de grains

Une hétérogénéité de la taille de grains à l'état de réception n'est pas un facteur prépondérant pour la croissance anormale des grains [92]. Une structure bimodale à l'état de départ va, en effet, naturellement évoluer vers une distribution monomodale à condition qu'aucun facteur inhibant la croissance normale des grains ne soit présent, Figure 2.36 (a-c). Cependant, si le temps de maintien en température n'est pas suffisamment long pour permettre une homogénéisation de la microstructure, la structure peut alors conserver les traces de l'hétérogénéité de l'état de départ, Figure 2.36 (a,b). Cela pourrait être une explication pour les aciers 1.4404 2B et 1.4404 2R puisque lorsque le temps de maintien est prolongé dans un domaine de croissance anormale, la microstructure tend effectivement à s'homogénéiser. Cette hypothèse semble se confirmer en observant le comportement en température de l'acier 1.4404 1mm. Cet acier possède effectivement une microstructure homogène à l'état de réception (voir Figure 2.10) et aucune croissance anormale de grains n'a été observée pour cet acier au cours des traitements thermiques.

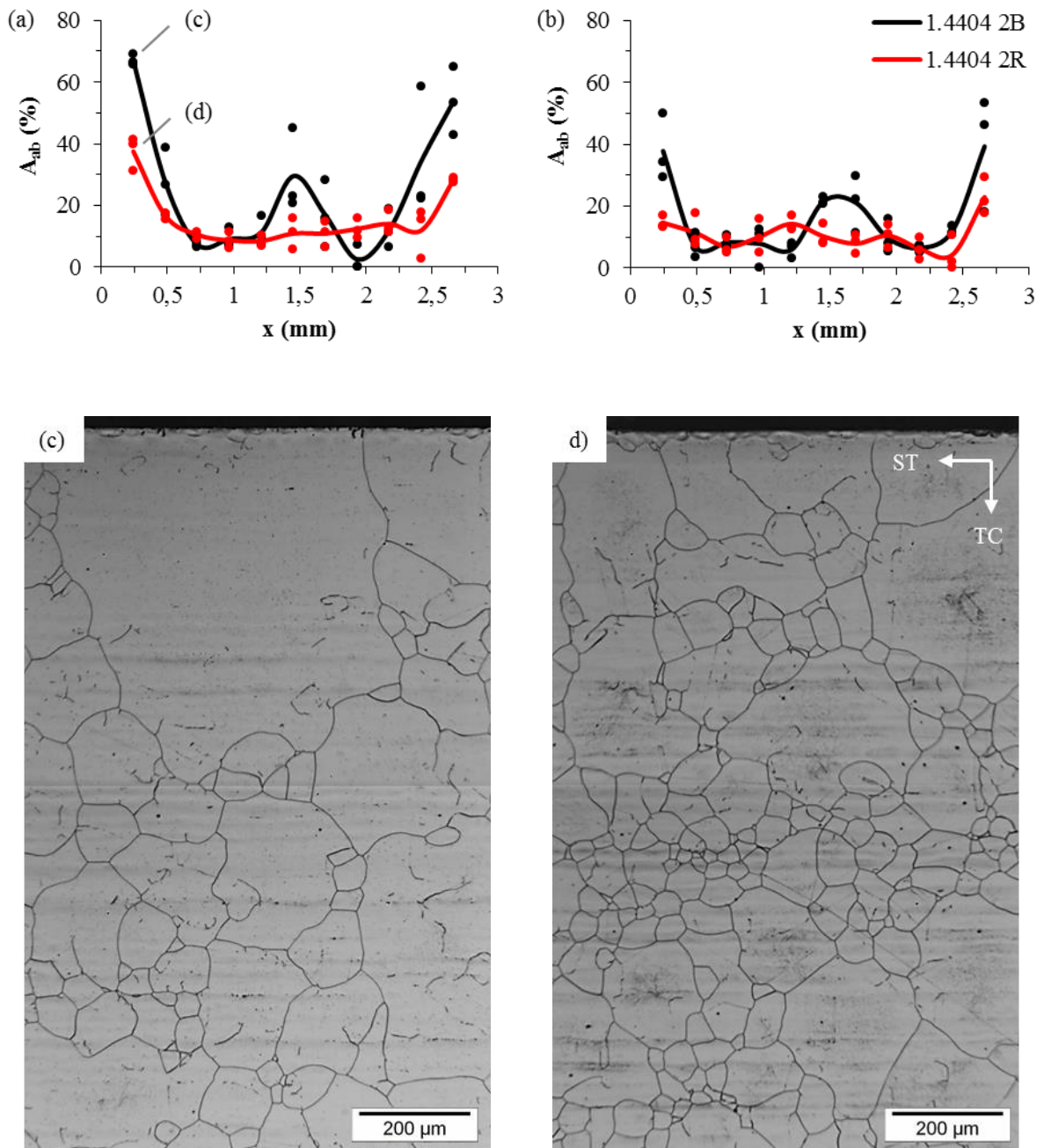


Figure 2.35 : Distribution de la taille de grains dans le plan ST-TC de l'acier 1.4404 2B et 1.4404 2R après les traitements thermiques à 1010°C/12h (a) et à 1050°C/ 3h (b) et les observations au MO associées pour les aciers 1.4404 2B (c) et 1.4404 2R (d).

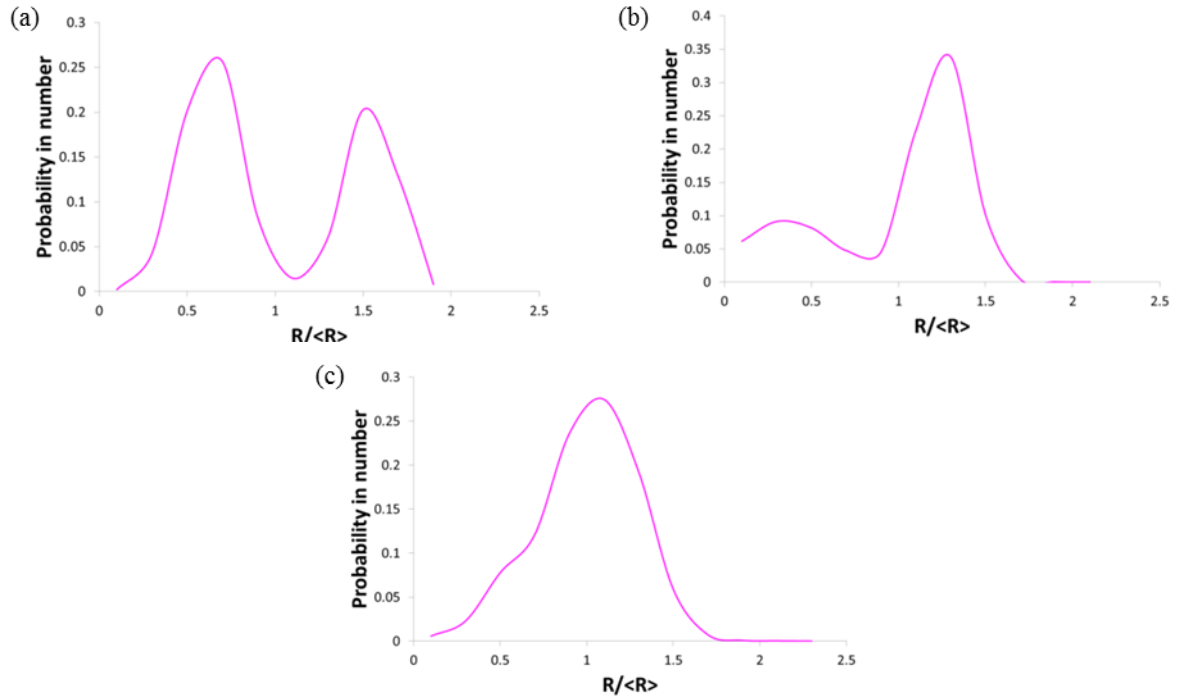


Figure 2.36 : Distribution de la taille de grains d'un acier 304L à $t=4\text{min}$ (a), $t=73\text{min}$ (b) et $t=180\text{min}$ (c) d'une structure bimodale à 1050°C [92].

Malgré une évolution de taille de grains identique à l'état de réception pour les aciers 1.4404 2B et 1.4404 2R, le comportement en température de ces deux aciers est cependant différent, Tableau 2.12. L'hétérogénéité de la taille de grains à l'état de réception ne peut donc pas expliquer, ou en tout cas pas à elle seule, la croissance anormale des grains dans les aciers de l'étude. De plus, si c'était le cas, le modèle d'Abbruzzese devrait être en meilleure adéquation avec les résultats expérimentaux. La présence d'une phase minoritaire exerçant une pression de traînage sur certains joints de grains et/ou un écrouissage résiduel de surface sont également des facteurs pour obtenir de la croissance anormale.

Phases minoritaires

Les phases minoritaires *observées* dans les aciers de l'étude qui sont susceptibles d'entraîner une croissance anormale des grains, sont la ferrite δ et les inclusions d'aluminosilicates. Au cours des traitements thermiques, ces particules peuvent gêner le déplacement des joints de grains (pression de traînage) entraînant une croissance anormale de certains grains.

L'acier 1.4404 2B présente, par rapport aux deux autres aciers de l'étude, une proportion de ferrite δ plus importante ce qui pourrait expliquer la différence de microstructure constatée. Pour les températures de traitement thermique considérées la dissolution de la ferrite δ est cependant très rapide, Tableau 2.13 et aucune corrélation n'est observée entre l'apparition de la croissance anormale des grains et la présence de ferrite δ , puisque de très gros grains apparaissent en surface, hors de la zone riche en ferrite δ (voir Figure 2.35). La structure de l'acier conserve néanmoins les traces de la ferrite δ même après un traitement thermique de $1010^\circ\text{C}/3\text{h}$, Figure 2.37 (a).

Etat	Brut	1010°C/15min	1010°C/1h	1050°C/15min
Taux de ferrite δ (%)	2,2 \pm 0,4	0,6 \pm 0,1	0,5 \pm 0,1	0,1 \pm 0,1

Tableau 2.13 : Taux de ferrite δ résiduelle selon le traitement thermique appliqué sur l'acier 1.4404 2B dans le plan SL-TC.

La microstructure de l'acier 1.4404 2B est également caractérisée par la présence d'alignements d'aluminosilicates stables à haute température. A faible température (typiquement 1010°C), ces alignements gênent la migration des joints de grains, Figure 2.37 (b). Au contraire, à plus haute température (supérieure à 1050°C), la mobilité des joints de grains est suffisamment importante pour que la croissance puisse se produire à travers les alignements d'aluminosilicates. Ces inclusions pourraient donc participer à la croissance anormale des grains mais, encore une fois, aucune corrélation n'a été mise en évidence.

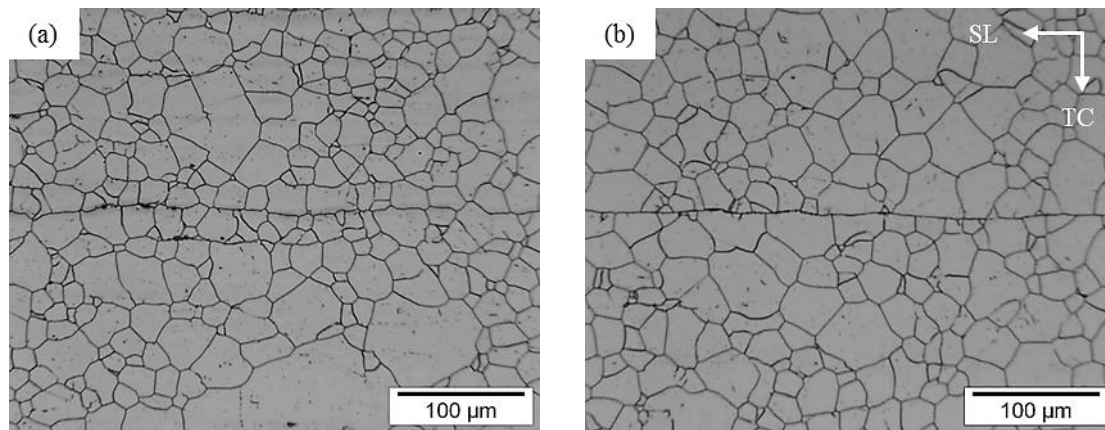


Figure 2.37 : Observations au MO dans le plan SL-TC de l'acier 1.4404 2B après un traitement thermique de 1010°C/3h. Mise en évidence de l'effet de la ferrite δ (a) et des alignements d'aluminosilicates (b) sur la microstructure.

Ecrouissage résiduel

Un écrouissage résiduel induit lors du laminage skin-pass [81] et/ou du planage sous traction des tôles [82] est également un facteur pouvant favoriser une croissance anormale des grains. Selon le taux de déformation lors du laminage skin-pass, les contraintes résiduelles dans l'épaisseur de la tôle sont hétérogènes avec des maxima en surface et au cœur de la tôle [81]. Ceci pourrait alors expliquer une croissance anormale dans ces zones.

L'effet d'un écrouissage sur la microstructure des aciers de l'étude est mis en évidence en découpant une même tôle par sciage et avec une scie à fil diamanté puis en soumettant les échantillons au traitement thermique, Figure 2.38 (a,b). L'écrouissage induit par la découpe par sciage a provoqué une croissance anormale prononcée en surface. Les grains anormaux apparaissent en sombre sur les micrographies.

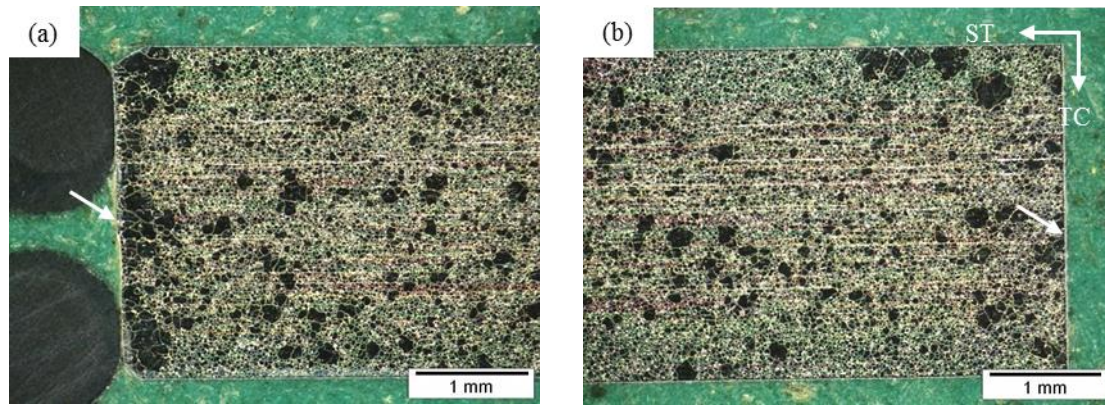


Figure 2.38 : Observations à la loupe binoculaire dans le plan ST-TC de l'acier 1.4404 2B après un traitement thermique de 1010°C/3h selon la technique de découpe : les bords découpés par sciage (a) et avec une scie à fil diamanté (b) sont indiqués par une flèche.

Afin de tester ces différences hypothèses (présence de ferrite δ et d'un écrouissage résiduel de surface), un traitement thermique de détensionnement (TTD) de 950°C/6h a été réalisé. Ce traitement permet de détensionner le matériau d'un éventuel écrouissage résiduel [116] et il est suffisamment long pour permettre la dissolution totale de la ferrite δ tout en évitant une croissance des grains pour les aciers 1.4404 2B et 1.4404 2R. De la croissance anormale est cependant observée dans l'acier 1.4404 1mm après le TTD, Figure 2.39. Or jusqu'à présent, la croissance anormale n'avait jamais été observée dans cet acier. Les aciers 1.4404 2B et 1.4404 2R ont ensuite été traités thermiquement à 1010°C/12h ou 1050°C/3h. Ces traitements thermiques ont été réalisés successivement après le TTD. Aucun bénéfice sur la microstructure n'a été apporté par le TTD. La taille de grains moyenne, l'aire de croissance anormale et leurs évolutions dans l'épaisseur des tôles sont identiques avec ou sans TTD.

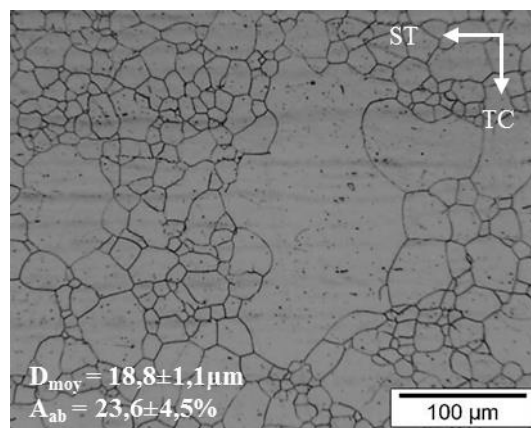


Figure 2.39 : Observation au MO dans le plan ST-TC de l'acier 1.4404 1mm après un traitement thermique de détensionnement de 950°C/6h.

Au vu de l'ensemble de ces résultats et ne connaissant pas précisément l'histoire thermomécanique des tôles (laminage skin-pass, planage sous traction...), il s'avère délicat de conclure sur les causes exactes de l'apparition de la croissance anormale dans ces aciers, d'autant plus que plusieurs facteurs intervenant simultanément au cours des traitements thermiques peuvent être responsables de la croissance anormale. La présence de fins carbures, non visibles aux échelles observées, n'est pas à exclure pour expliquer l'apparition de la croissance anormale malgré le choix d'aciers avec un bas taux de carbone. Ces carbures peuvent provenir d'éléments entrant dans la

composition chimique de l'acier tels que le chrome et/ou d'éléments minoritaires, ajoutés intentionnellement ou par pollution. Certains élaborateurs d'aciers ajoutent, par exemple, intentionnellement du titane dans les aciers type 316L afin de limiter la croissance des grains par la formation de carbures de titane, Tableau 2.14. La présence de ces carbures a cependant pour effet de favoriser la croissance anormale des grains dans l'acier par rapport à un acier ne contenant pas de titane, Figure 2.40 (a,b). Ce type de carbure ne semble cependant pas être la cause de la croissance anormale dans les aciers de l'étude puisque la quantité de titane est proche de zéro dans ces aciers. La présence de carbures de niobium, de vanadium voire de tungstène semble probable au vue de leurs concentrations dans les aciers de l'étude (voir Tableau 2.3), d'autant plus que la concentration de ces éléments est plus faible dans l'acier 1.4404 1mm ce qui pourrait expliquer une croissance anormale moins prononcée dans cet acier par rapport aux deux autres.

Acier	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	N	Ti
1.4404 2B	0,021	0,290	1,279	0,035	0,002	16,744	2,063	10,132	0,035	<3ppm*
1.4435	0,024	0,46	1,68	0,020	0,002	17,7	2,53	12,6	0,03	300ppm

Tableau 2.14 : Composition chimique (% masse) des tôles approvisionnées en acier 1.4404 et en acier 1.4435 d'après les certificats d'inspection donnés par les fournisseurs. (*) Dosage par fluorescence X.

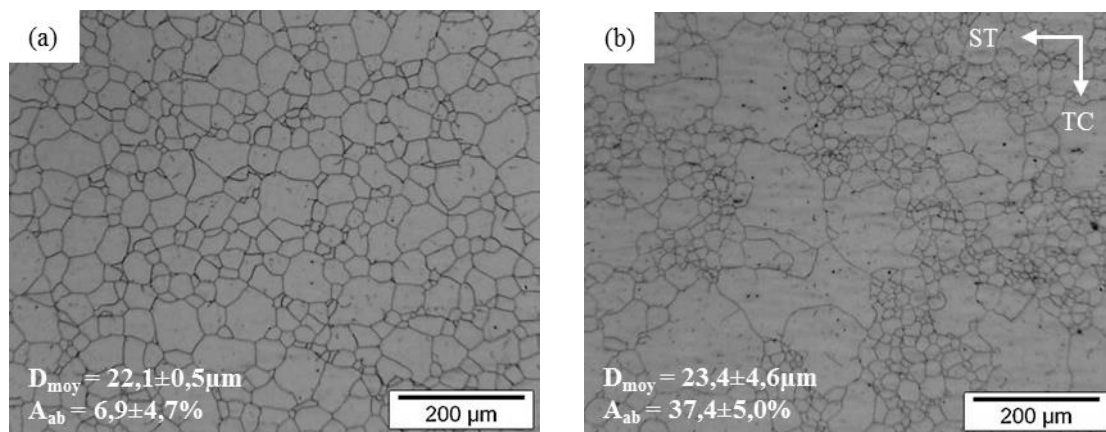


Figure 2.40 : Observations au MO dans le plan ST-TC d'un acier 1.4404 (a) et d'un acier 1.4435 (b) après un traitement thermique identique à 1010°C/3h.

IV.3.2. Rampe de chauffage

La rampe de chauffage peut avoir un impact significatif sur la microstructure [117] et le choix d'un couple température/temps pour l'obtention d'une microstructure homogène peut s'avérer inefficace. Pour le vérifier, différentes rampes de chauffage sont réalisées pour un traitement thermique de 1100°C/3h, Tableau 2.15. Ce traitement est choisi car il permet l'obtention d'une microstructure homogène avec seulement 5% d'aire de croissance anormale lorsque la rampe de chauffage est rapide (600°C/h).

Rampe de chauffage (°C/h)	D _{moy} (µm)	A _{ab} (%)
600	88,1±1,5	4,1±2,4
300	86,2±3,1	5,1±1,0
60	90,2±2,9	8,6±0,5

Tableau 2.15 : Influence de la rampe de chauffage sur la taille de grains moyenne et l'aire de croissance anormale des grains dans le plan ST-TC de l'acier 1.4404 2B après un traitement thermique de 1100°C/3h.

Il apparaît donc que la rampe de chauffage n'a pas une influence significative sur la croissance des grains dans la gamme testée. L'aire de croissance anormale est légèrement plus importante pour une rampe de chauffage de 60°C/h par rapport à une rampe de 300 et 600°C/h. Un temps de passage plus long dans le domaine de la croissance de grains anormale pour la rampe de chauffage de 60°C/h explique la légère augmentation de l'hétérogénéité de la microstructure. Le temps de passage entre 1010 et 1070°C est de 60, 12 et 6min pour une rampe de chauffage de 60, 300 et 600°C/h respectivement. Tous les résultats présentés précédemment ont été réalisés avec une rampe de chauffage de 600°C/h.

IV.4. Synthèse

L'étude de l'évolution en température de la microstructure des aciers approvisionnés permet de tirer les conclusions suivantes :

- Trois régimes de croissance de grains sont identifiés pour l'acier 1.4404 2B dont un domaine de **croissance anormale** entre 1010 et 1070°C. Dans ce domaine, la microstructure est caractérisée par la coexistence de gros grains et de petits grains. La croissance anormale est un **phénomène transitoire** puisque une microstructure homogène est finalement obtenue lorsque la durée de maintien est prolongée. Lorsque la température est suffisamment élevée (supérieure à 1070°C), une croissance normale des grains intervient.
- Les modèles de **Burke et Turnbull** et d'**Abbruzzese** ne sont pas adaptés pour décrire correctement la croissance des grains pour les matériaux de l'étude du fait de la présence de la croissance anormale des grains.
- Dans les conditions de l'étude (acier et température de traitement thermique), l'**homogénéité de la taille de grains** à l'état de réception est le critère déterminant pour obtenir une **microstructure homogène**. Des critères sur l'homogénéité de la taille de grains sont donc à définir lors de l'approvisionnement des tôles.
- Le couple température/temps retenu pour réaliser les assemblages CIC est **1100°C/3h**. Ce traitement thermique permet d'obtenir une **microstructure homogène** pour les trois aciers de l'étude, Tableau 2.16, tout en respectant la taille de grains limite fixée afin de garantir la tenue mécanique des assemblages selon le code RCC-MRx. La durée du traitement thermique peut être augmentée si besoin puisque la cinétique de croissance de grains est lente voire nulle au-delà d'un palier de 3h. Ceci est notamment intéressant pour la fabrication de composants de grande dimension pour garantir un temps de soudage

suffisant au cœur de l'assemblage sans entraîner d'hétérogénéité de microstructure entre la périphérie et le cœur de la pièce. Une condition de soudage dans le domaine de croissance anormale des grains sera également utilisée afin d'identifier l'**influence du mode de croissance des grains sur la formation de l'interface**. Dans ce cas, le couple température/temps retenu est **1040°C/3h**.

Acier	D _{moy} (µm)	A _{ab} (%)
1.4404 2B	88,1±1,5	4,1±2,4
1.4404 2R	84,7±2,8	5,4±1,6
1.4404 1mm	63,4±2,0	5,2±2,2

Tableau 2.16 : Taille de grains moyenne et aire de croissance anormale dans le plan ST-TC après un traitement thermique de 1100°C/3h.

- La **taille de grains plus fine** à l'état de réception pour l'acier 1.4404 1mm permet de conserver une **taille de grains plus faible** pour un traitement thermique donné par rapport aux aciers 1.4404 2B et 1.4404 2R. La taille de grains initiale est donc un critère crucial afin de maîtriser la taille de grains lors du traitement de CIC. Afin d'étudier l'influence de la taille de grains initiale sur la formation de l'interface, un assemblage avec une taille de grains augmentée va être réalisé à partir des tôles en acier 1.4404 2B.
- La fabrication d'échangeurs de chaleur compacts nécessite la **gravure des canaux** dans les tôles. Selon la procédure retenue, la matière peut être fortement **écrouie** au niveau des canaux entraînant l'apparition d'une **croissance anormale** des grains.
- La **rampe de chauffage** doit être maîtrisée afin d'obtenir une microstructure homogène. Lorsque celle-ci est **trop réduite**, un passage trop long dans le domaine de croissance anormale des grains entraîne l'apparition d'une **microstructure hétérogène**. La question se pose notamment au cœur des assemblages, lors de fabrication de pièces de grandes dimensions.

V. Conclusions

A l'issue de la caractérisation des aciers approvisionnés à l'état de réception et après traitement thermique, un certain nombre de différences ont été constatées entre les aciers de l'étude au niveau de la microstructure en volume (phases minoritaires, taille de grains), en surface (topologie, chimie) et de l'évolution de la microstructure en température (phases minoritaires, taille de grains).

En considérant les critères microstructuraux, définis dans l'introduction, que doit respecter un assemblage soudé-diffusé et d'après la revue bibliographique réalisée au chapitre 1, un bilan peut être tiré sur l'aptitude au soudage par diffusion de ces aciers selon ces points, Tableau 2.17. Il apparaît que l'acier 1.4404 1mm possède la meilleure aptitude au soudage par diffusion, le principal point négatif des aciers 1.4404 2B et 1.4404 2R est respectivement la présence d'un domaine de croissance anormale des grains et la présence d'aluminium et de nitrures de bore en surface des tôles.

Acier	Etat de réception				Après traitement thermique	
	Phases minoritaires	Taille de grains	Topologie	Composition chimique de la surface	Phases minoritaires	Taille de grains
1.4404 2B	--	+	+	++	+	--
1.4404 2R	-	+	++	--	+	+
1.4404 1mm	-	++	++	++	+	++

Tableau 2.17 : Comparaison de l'aptitude au soudage par diffusion des aciers de l'étude. Le signe « + » représente un aspect positif et le signe « - » un aspect négatif.

Ces nombreux résultats seront essentiels afin de discuter des assemblages soudés-diffusés présentés dans le chapitre suivant. Il devra permettre d'identifier les paramètres clés de la formation d'une interface lors d'un procédé d'assemblage par CIC. Pour cela, les conditions de soudage vont être modifiées ainsi que la composition chimique de la surface et la taille de grains initiale des tôles à souder.

Chapitre 3 : Etude paramétrique du procédé de soudage par diffusion CIC

I. Introduction	84
II. Elaboration des assemblages.....	84
III. Microstructure des assemblages.....	85
III.1. Méthodologie.....	85
III.2. Assemblage référence.....	87
III.3. Influence des paramètres « procédé ».....	88
III.3.1. Température de soudage.....	89
III.3.2. Pression de soudage.....	91
III.4. Influence de l'état de surface.....	92
III.5. Influence de la taille de grains initiale.....	95
III.6. Synthèse.....	99
IV. Propriétés mécaniques des assemblages	100
IV.1. Essais de traction.....	100
IV.1.1. Influence de l'orientation de sollicitation.....	101
IV.1.2. Influence de la géométrie des éprouvettes.....	106
IV.2. Essais de flexion par choc sur éprouvette Charpy V.....	107
IV.2.1. A température ambiante.....	108
IV.2.2. A froid.....	110
IV.3. Essais de fluage.....	111
IV.4. Synthèse.....	115
V. Conclusions	116

I. Introduction

Suite à l'étude des matériaux à l'état de réception et traités thermiquement, une étude paramétrique du procédé de soudage par diffusion CIC est réalisée et présentée dans ce chapitre.

L'étude paramétrique se divise en trois parties distinctes afin d'étudier l'influence des paramètres du procédé de soudage par diffusion (température, pression de soudage), de l'état de surface et de la taille de grains initiale des tôles sur la fabrication d'assemblages soudés-diffusés. L'analyse de la microstructure des assemblages est tout d'abord réalisée afin de caractériser au mieux la microstructure globale, à l'échelle de la pièce, et locale, au niveau des jonctions soudées-diffusées. Pour cela, les techniques expérimentales utilisées sont variées et des protocoles spécifiques de mesure ont été mis en place. Les propriétés mécaniques des assemblages sont ensuite présentées et discutées afin de mettre en évidence le mode d'endommagement en regard de la microstructure des assemblages soudés-diffusés.

II. Elaboration des assemblages

L'élaboration des assemblages est réalisée au sein du laboratoire. Les tôles ont été découpées aux dimensions voulues, 100x150mm², par sciage et fraisage à sec en conservant le film PVC et les chants sont ébavurés. Après retrait du film de protection, les tôles sont ensuite nettoyées par lots dans une succession de bains puis finalement séchées en utilisant une soufflette d'azote. Si nécessaire, les traces résiduelles sont éliminées avec un chiffon blanc au solvant ternaire (mélange équimoléculaire d'éther, d'éthanol et d'acétone). La procédure utilisée a été mise au point au sein du laboratoire lors d'une étude précédente [118] et permet d'éliminer les résidus présents en surface (huile de coupe, colle...) tout en évitant une action mécanique sur la surface des tôles.

Les tôles sont empilées au fur et à mesure de leur nettoyage, sous hotte à flux laminaire, puis recouvertes par le conteneur, Figure 3.1 (a). Les conteneurs ont été réalisés en acier 1.4404 2B d'épaisseur 2mm par pliage. Le conteneur est fermé par soudage TIG (Tungsten Inert Gas) du couvercle. Afin d'éviter tout risque lié au soudage (échauffement de la matière, pollution...), la soudure est déportée sur des lèvres de largeur 10mm. Un test d'étanchéité à l'hélium est ensuite réalisé et les conteneurs sont finalement dégazés par pompage sous vide pendant une nuit dans un bain d'eau chauffé à 50°C avant obturation du queusot. A la fin du dégazage, le vide atteint au niveau du groupe de pompage est de 10⁻⁵mbar, ce qui correspond à un niveau de vide d'environ 10⁻³mbar dans le conteneur.

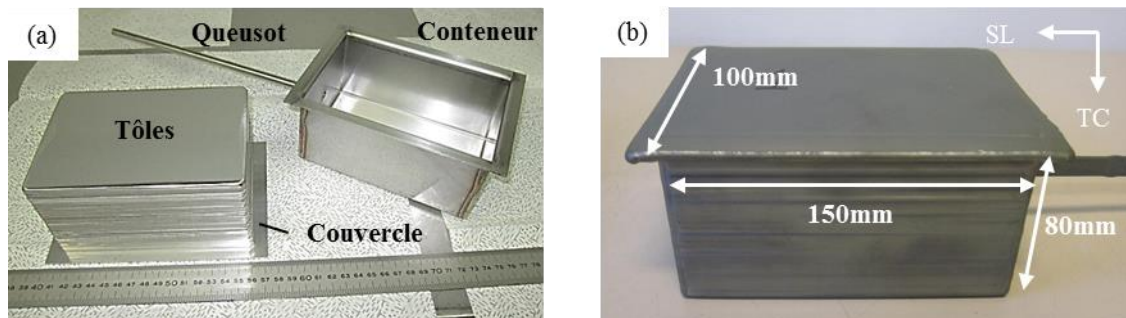


Figure 3.1 : Photos d'un conteneur avant (a) et après un cycle de soudage par CIC (b).

Les cycles de CIC sont réalisés par Bodycote Magny Cours car l'enceinte CIC disponible au laboratoire est trop petite pour contenir les pièces. Pour tous les cycles réalisés, la montée en température et en pression est couplée avec une rampe de chauffage de 300°C/h (rampe standard d'une enceinte industrielle de CIC). Les assemblages réalisés sont suffisamment grands, Figure 3.1 (b) pour d'une part, s'affranchir des effets de bord induits par la rigidité du conteneur et, d'autre part, permettre l'usinage des différentes éprouvettes.

III. Microstructure des assemblages

La microstructure des assemblages soudés-diffusés est présentée et discutée dans cette partie. L'assemblage référence est introduit puis, à partir de cet assemblage, les paramètres du procédé de soudage par diffusion, l'état de surface et la taille de grains initiale des tôles sont modifiés afin de réaliser d'autres assemblages. La méthodologie des caractérisations métallographiques, qui est commune à tous les assemblages, est tout d'abord présentée.

III.1. Méthodologie

L'influence de la position des analyses (en coin ou à cœur de l'assemblage) est étudiée sur un assemblage, Figure 3.2. Quelle que soit la position, la taille de grains moyenne et l'aire de croissance anormale des grains sont identiques, tableau sur la Figure 3.2. Le coefficient d'échange étant très bon entre le gaz et le conteneur [20], le gradient thermique entre le cœur et l'extrémité de l'assemblage est faible, environ 5°C lorsque la température de palier est atteinte au niveau du conteneur. Cette valeur est obtenue par des calculs 1D selon le sens travers de l'assemblage. Ce résultat est donc conservatif.

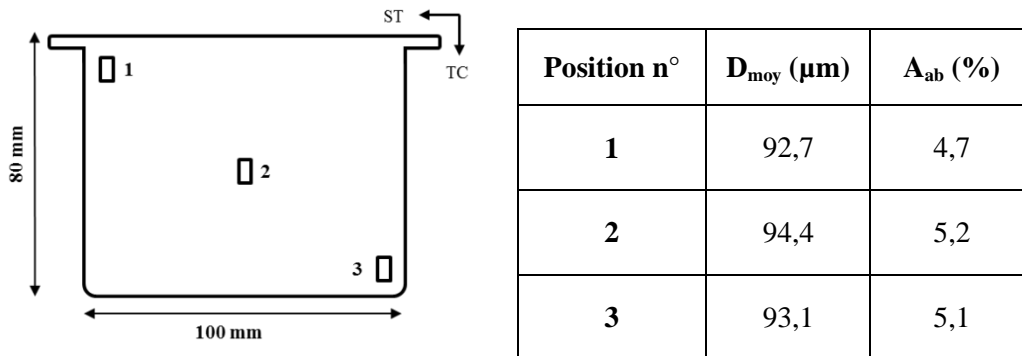


Figure 3.2 : Influence de la position des analyses sur la microstructure dans le plan ST-TC de l'assemblage référence.

Un effet de bord est cependant visible à proximité du conteneur, Figure 3.3. Les interfaces sont en effet toujours visibles sur une longueur d'environ 1mm à partir du bord du conteneur. Cet effet n'est pas lié à un problème de thermique mais à une mauvaise transmission de la pression en bord de conteneur, du fait de sa rigidité et du frottement qu'il exerce sur les tôles en empêchant leur rapprochement. L'ébavurage des tôles accentue cet effet. Pour la suite de l'étude, les analyses sont donc réalisées uniquement au cœur des assemblages.

La **microstructure globale des assemblages** est caractérisée en réalisant des analyses sur une hauteur de deux tôles, soit sur une hauteur de 6mm au total, afin d'obtenir des mesures représentatives de l'ensemble de l'assemblage (cœur d'une tôle et zone d'interface). La mesure est répétée trois fois

pour finalement obtenir une taille moyenne de grains sur au minimum 6000 grains. Ces analyses ont été menées dans les deux orientations (plan ST-TC et plan SL-TC) et aucune différence de microstructure n'a été observée. Pour la suite, seules des analyses selon le plan ST-TC sont donc réalisées.

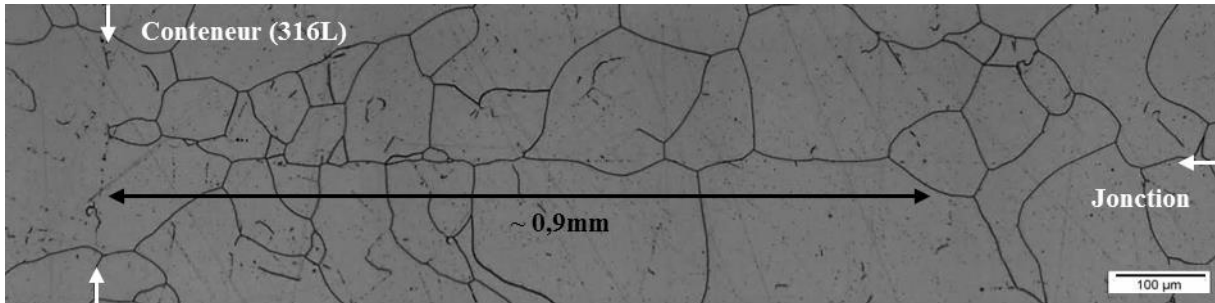
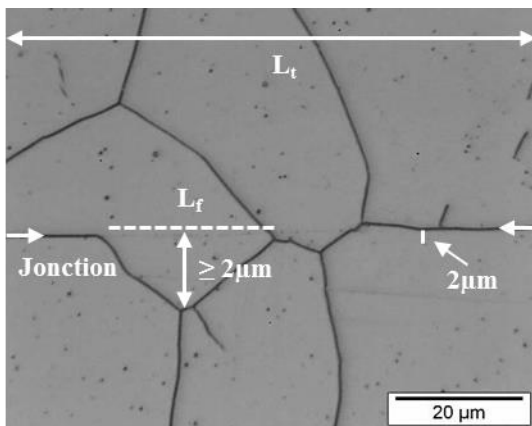


Figure 3.3 : Observation au MO en extrême bord du conteneur de l'assemblage référence. L'interface et le conteneur sont symbolisés par des flèches.

La caractérisation de la **microstructure locale au niveau des interfaces soudées-diffusées** se concrétise par des mesures de la porosité résiduelle¹ et du taux de franchissement. Pour la mesure du taux de franchissement, un protocole spécifique de mesure est mis en place puisqu'à ce jour, aucune donnée dans la littérature traitant cet aspect microstructural n'a été trouvée. Le critère doit permettre de rendre compte du caractère singulier qu'est une interface dans une microstructure d'un assemblage soudé-diffusé. Pour la suite de l'étude, une interface est considérée franchie lorsque le décrochement des joints de grains par rapport à la ligne d'interface est supérieur à 2µm, Figure 3.4. Cette hauteur de décrochement correspond à la limite raisonnable de ce qui peut être observable au microscope optique tout en garantissant l'observation d'une grande zone d'analyse afin d'être représentatif. Une longueur de franchissement L_f est mesurée et un taux de franchissement F est alors calculé selon l'Équation 3.1 avec L_t la longueur totale d'analyse. La mesure est répétée trois fois, sur trois interfaces différentes, pour finalement obtenir un taux de franchissement sur une longueur totale de 60mm.



Équation 3.1

$$\% \text{ franchissement } (F) = \frac{\sum L_f}{L_t} \times 100$$

Figure 3.4 : Critère de franchissement utilisé dans le cadre de cette étude avec L_t longueur totale de l'analyse et L_f longueur franchie.

¹ Le protocole de mesure sera défini ultérieurement.

III.2. Assemblage référence

La nuance d'acier et les paramètres de soudage de l'assemblage référence sont récapitulés dans le Tableau 3.1. Le couple température/temps utilisé a été défini à partir des analyses précédentes effectuées dans le chapitre 2. Un cycle dit « haute pression » est réalisé afin de s'affranchir au maximum de l'influence de la fermeture de la porosité sur la migration des joints de grains au niveau des interfaces soudées-diffusées.

Acier	Etat de surface	Taille de grains initiale	Paramètres de soudage T, t, P (°C, h, MPa)
1.4404 2B	2B	Brut ($16,8 \pm 0,2 \mu\text{m}$)	1100, 3, 100

Tableau 3.1 : Tableau récapitulatif des données de l'assemblage référence.

Après assemblage par CIC, la taille de grains moyenne a été multipliée par 5,5 par rapport à l'état de réception et la présence de grains anormaux est similaire à l'état de réception, Figure 3.5. Ces résultats sont en bon accord avec les analyses effectuées précédemment lors de l'étude de l'évolution microstructurale en température (voir Chapitre 2 § IV.1). Quelques gros grains sont néanmoins observés. Ils occupent environ 6% de la surface totale analysée alors qu'ils représentent seulement 0,5% en nombre des grains.

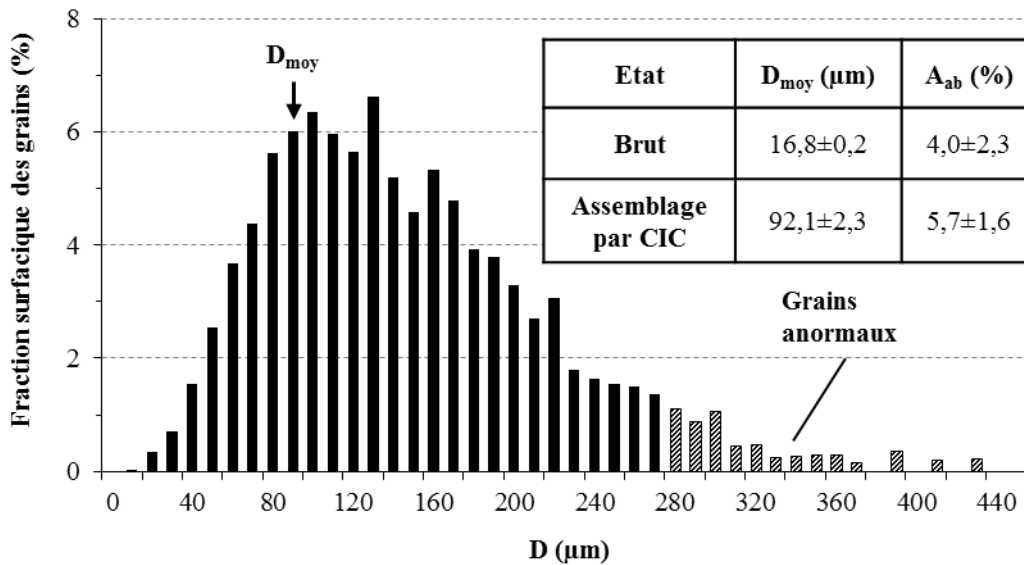


Figure 3.5 : Fraction surfacique des grains en fonction de leur diamètre équivalent dans le plan ST-TC de l'assemblage référence.

En considérant le critère de franchissement défini auparavant, le franchissement des interfaces par les joints de grains est généralisé, Figure 3.6. La croissance des grains au cours du procédé d'assemblage par CIC a été suffisamment importante pour permettre le franchissement de celles-ci. La position exacte des jonctions soudées-diffusées est, de ce fait, délicate à déterminer puisqu'aucun signe distinctif n'est présent. La position des interfaces a été estimée à partir des effets de bord en extrême bord du conteneur (voir Figure 3.3). Comme cela peut être constaté sur la micrographie de la Figure 3.6, la ferrite δ a complètement été dissoute au cours du procédé de soudage par diffusion.

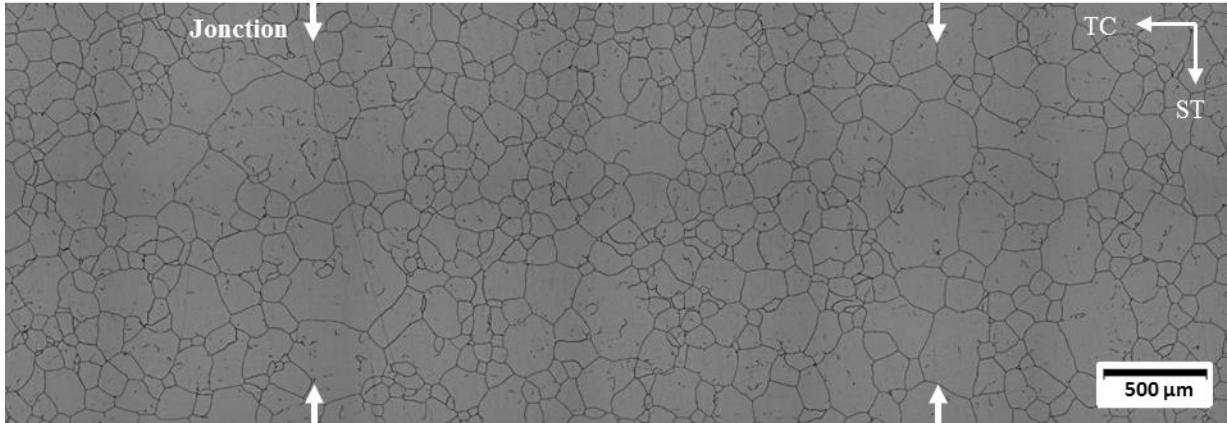


Figure 3.6 : Observation au MO dans le plan ST-TC de l'assemblage référence.

La zone dans laquelle se trouve l'interface est seulement visible lorsque l'évolution de la taille de grains à travers l'épaisseur de l'assemblage est tracée, Figure 3.7. La taille des grains est en effet plus importante au niveau des interfaces qu'au cœur des tôles. Ce phénomène a également été observé sur les tôles à l'état de réception (voir Figure 2.8) et le rapport creux sur pic est constant entre ces deux états. De plus, la distribution de la taille de grains d'une tôle ayant subi le même traitement thermique que l'assemblage par CIC (sans pression) est identique à cet assemblage. La mobilité des joints de grains n'est donc pas affectée par la pression isostatique, en tout cas dans la gamme de pression considérée. Une pression trop haute peut en effet réduire significativement la mobilité des joints de grains [119]. L'augmentation de la taille de grains au niveau des interfaces n'est donc pas liée au procédé de soudage par diffusion mais à une évolution « normale » du matériau en température. Des analyses EBSD ont finalement été menées et aucune texture particulière, au cœur des tôles ou au niveau des interfaces, n'a été observée.

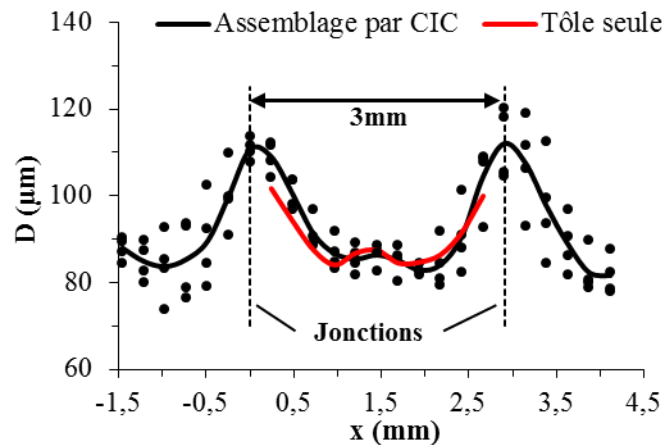


Figure 3.7 : Evolution de la taille de grains de l'assemblage référence et d'une tôle ayant subi le même traitement thermique dans le plan ST-TC.

III.3. Influence des paramètres « procédé »

A partir de l'assemblage référence, les paramètres « procédé » (température et pression de soudage) ont été modifiés afin de réaliser deux nouveaux assemblages, Tableau 3.2. Pour le premier, la température de soudage a été choisie dans le domaine de croissance de grains anormale afin d'étudier l'influence de la cinétique de croissance des grains sur la formation d'une interface. Pour le second, la pression de soudage de 10MPa utilisée correspond à la pression minimale possible dans les

enceintes industrielles, la température du BLOC référence ayant été conservée. Cet assemblage est réalisé afin de mettre en évidence l'influence des pores sur la microstructure au niveau des interfaces.

Pour la suite de l'étude, l'assemblage avec une température de soudage de 1040°C est noté BLOC A-1 et l'assemblage avec une pression de soudage réduite est noté BLOC A-2. L'assemblage référence est quant à lui appelé BLOC référence.

Acier	Paramètres de soudage			Notation Assemblage
	T (°C)	t (h)	P (MPa)	
1.4404 2B	1100	3	100	BLOC référence
1.4404 2B	1040	3	100	BLOC A-1
1.4404 2B	1100	3	10	BLOC A-2

Tableau 3.2 : Tableau récapitulatif des assemblages réalisés selon les paramètres « procédés ».

III.3.1. Température de soudage

Suite à la diminution de la température de soudage dans le domaine de croissance anormale des grains, la microstructure de l'assemblage est, logiquement, très hétérogène avec une aire de croissance anormale d'environ 35%, Figure 3.8. La microstructure est caractérisée par la présence importante de petits grains, 77% des grains sont inférieurs à 40µm de diamètre, et de gros grains, supérieurs à 200µm de diamètre. Ces derniers ont une distribution et une taille similaires aux gros grains du BLOC référence malgré une diminution de la température de soudage de 60°C entre ces deux assemblages. Ces grains correspondent aux grains qui ont grossi de façon anormale. Comme précédemment, la ferrite δ a été complètement dissoute au cours du procédé de soudage. Des mesures EBSD ont été réalisées au niveau d'une interface et aucune texture particulière n'est observée. La texture n'est donc pas une cause de l'apparition de la croissance anormale dans l'acier. Ce résultat confirme la discussion dans le chapitre 2 sur l'étude de la croissance anormale des grains (voir Chapitre 2 § IV.3).

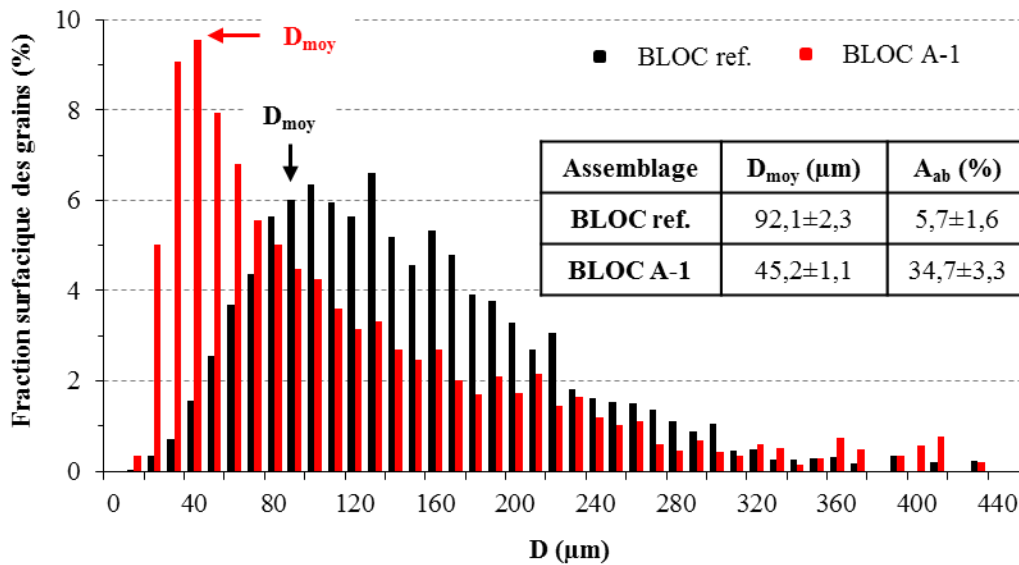


Figure 3.8 : Fraction surfacique des grains dans le plan ST-TC du BLOC référence et du BLOC A-1.

Les grains anormaux sont majoritairement présents au niveau des interfaces, Figure 3.9. Comme précédemment, la croissance anormale de ces grains n'est pas liée à l'application d'une pression lors du procédé d'assemblage par CIC mais à une évolution « normale » du matériau en température. Cet effet a effectivement été observé après un traitement thermique d'une tôle seule (voir Figure 2.35).

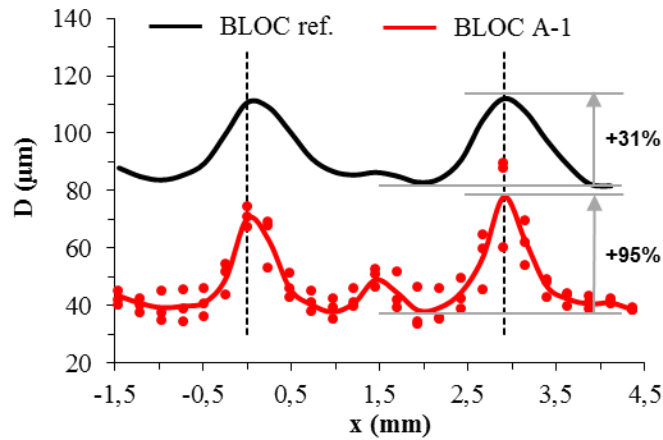


Figure 3.9 : Evolution de la taille de grains dans le plan ST-TC du BLOC référence et du BLOC A-1.

La croissance anormale localisée au niveau des interfaces a permis un franchissement généralisé de celles-ci par les joints de grains, Figure 3.10, alors que la taille de grains moyenne a seulement été multipliée par 2,5 par rapport à l'état de réception. Une cinétique de croissance des grains plus élevée au niveau des interfaces est donc bénéfique pour le franchissement. Cependant, la microstructure à l'échelle de la pièce est, de ce fait, très hétérogène entre le cœur des tôles et au niveau des jonctions soudées-diffusées. La taille de grains au niveau des interfaces est deux fois plus importante qu'au cœur des tôles.

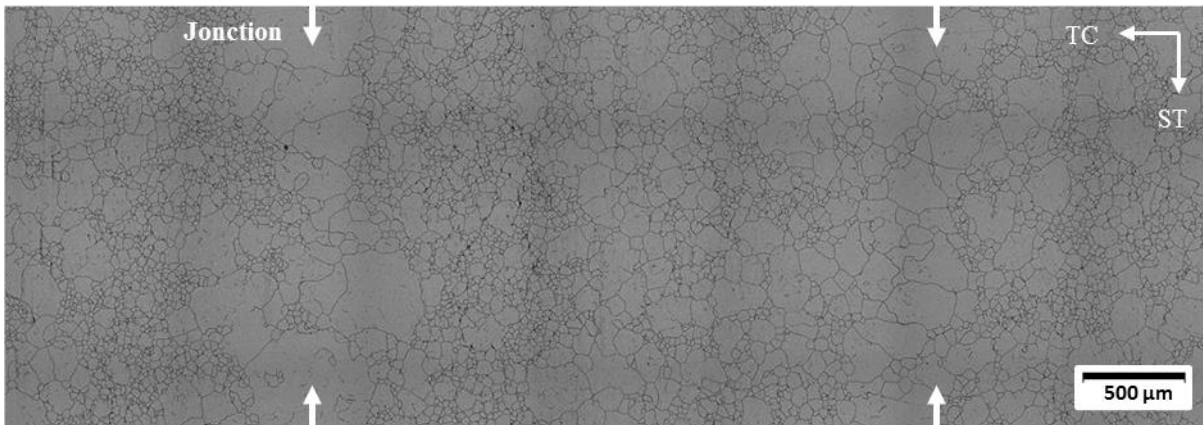


Figure 3.10 : Observation au MO dans le plan ST-TC du BLOC A-1.

Il y aurait donc un intérêt d'augmenter la cinétique de croissance des grains au niveau des interfaces afin de faciliter le franchissement. Cela pourrait être réalisé par un léger écrouissage de surface par exemple. Le principal problème serait d'optimiser le franchissement tout en obtenant une microstructure homogène à l'échelle de la pièce. Cela peut s'avérer délicat puisque c'est l'ensemble de la pièce qui est traité thermiquement lors d'un assemblage par CIC et une croissance plus importante au niveau de l'interface entrainera probablement une hétérogénéité de microstructure à l'échelle de la pièce. Ce point sera développé et discuté dans le chapitre suivant.

III.3.2. Pression de soudage

La formation des interfaces au cours du procédé de soudage par diffusion s'établit en deux grandes étapes (voir Chapitre 1 § III.2.1) : la fermeture de la porosité et le franchissement des interfaces par les joints de grains. En réalisant des cycles dits « haute pression », il est possible d'étudier spécifiquement le franchissement des interfaces comme c'est le cas pour les deux assemblages présentés précédemment. En réalité, ces deux stades peuvent s'enchevêtrer et influencer l'un sur l'autre. Ce phénomène est clairement visible lorsque la pression de soudage est basse, 10MPa (dix fois moindre que la pression de soudage du BLOC référence) et que la température de soudage est haute (1100°C/3h), Figure 3.11 (a). Dans ce cas, l'élimination de la porosité est incomplète alors que le franchissement des interfaces par les joints de grains est fortement avancé, $F=64\pm 2\%$.

Les pores ont majoritairement une géométrie sphérique ce qui est caractéristique du dernier stade de fermeture de la porosité [24] et leur diamètre apparent est inférieur à $1\mu\text{m}$, Figure 3.11 (b). Cette valeur est cependant à prendre avec précaution car la dimension des pores est mesurée après un polissage mécanique des surfaces et il a été mis en évidence que la taille des pores dépend fortement du protocole de polissage. Un agrandissement des pores est en effet constaté lors des dernières étapes de polissage et également après attaque chimique. Les mesures sont réalisées au MEB en mode ER après un polissage « minimal » pour permettre les observations. Les techniques usuelles de mesure de la porosité (poussée d'Archimède, pycnométrie hélium, porosimétrie à intrusion de mercure...) ne sont pas applicables dans ce cas, du fait de la taille et de la quantité des pores présents.

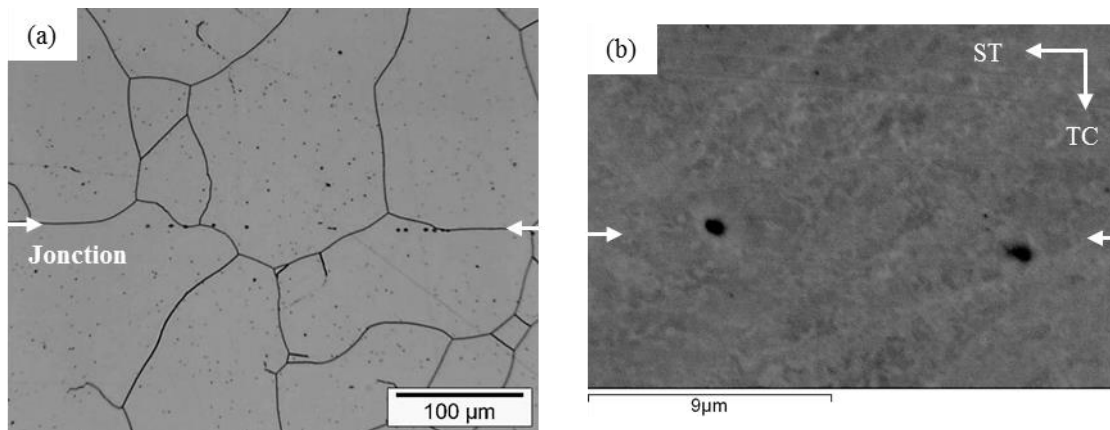


Figure 3.11 : Observations au MO (a) et au MEB en mode ER (b) dans le plan ST-TC d'une jonction soudée-diffusée du BLOC A-2.

La fermeture non complète des pores s'explique logiquement par une pression de soudage trop faible. Dans le domaine des hautes pressions, le principal mécanisme entraînant la fermeture de la porosité est la déformation viscoplastique alors que pour une faible pression les mécanismes prépondérants sont les mécanismes diffusifs qui nécessitent un temps de maintien plus long pour atteindre le même état [24]. Les derniers pourcents de la porosité sont généralement les plus difficiles à fermer et dans ce cas, les mécanismes prépondérants sont les mécanismes diffusifs qui dépendent de la pression isostatique également. Or, la pression de soudage pour cet assemblage a été diminuée d'un facteur 10 par rapport au BLOC référence ce qui explique la porosité résiduelle.

L'évolution de la taille des grains au cours du cycle de soudage n'est pas la cause du franchissement limité des interfaces par les joints de grains puisque la taille de grains et son évolution dans l'épaisseur de l'assemblage sont identiques à celles du BLOC référence. Le franchissement limité

des interfaces par les joints de grains est à relier à une mise en contact « intime » tardive des tôles et à la présence des pores qui exercent une pression de traînage sur les joints de grains, Figure 3.12 (a). La présence de pores n'est pas observée systématiquement au niveau des interfaces non franchies. Ce phénomène peut être un effet 3D qu'on ne peut distinguer avec des observations 2D des interfaces. Les pores ne sont cependant pas un blocage permanent puisque du franchissement est observé à travers des pores, Figure 3.12 (b).

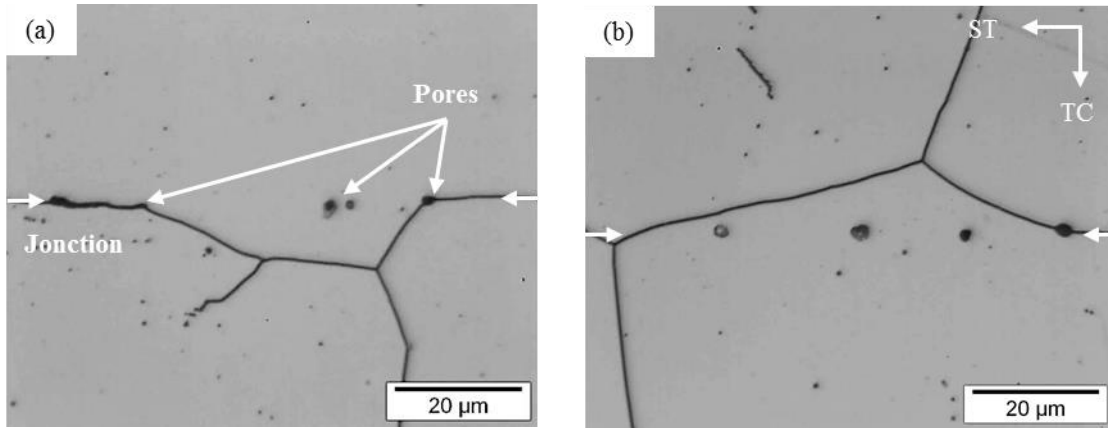


Figure 3.12 : Observations au MO dans le plan ST-TC d'une jonction soudée-diffusée du BLOC A-2 (a,b). Les pores apparaissent plus gros sur les micrographies car ils ont été élargis par l'attaque chimique.

III.4. Influence de l'état de surface

Deux états de surface industriels ont été étudiés, en plus de l'état de surface 2B du BLOC référence en conservant les mêmes paramètres de soudage, Tableau 3.3.

Acier	Etat de surface	Paramètres de soudage T, t, P (°C, h, MPa)	Notation assemblage
1.4404 2B	2B	1100, 3, 100	BLOC référence
1.4404 2B	PE	1100, 3, 100	BLOC B-1
1.4404 2R	2R	1100, 3, 100	BLOC B-2

Tableau 3.3 : Tableau récapitulatif des assemblages réalisés selon l'état de surface.

L'état de surface PE (Polissage Electrolytique) est réalisé à partir de tôles en acier 1.4404 2B. Cette opération a été sous-traitée à la société Mayet. La réalisation du PE enlève en moyenne une épaisseur de 25µm sur chaque face des tôles soit environ un grain. La rugosité des tôles n'a pu être mesurée avec l'InfiniteFocus® comme précédemment car la surface des tôles est trop réfléchissante pour une mesure par ce moyen optique. Les mesures de rugosité ont donc été réalisées avec un rugosimètre à contact. La rugosité a fortement été diminuée par le PE ($R_{a(PE)}=0,07\pm0,01\mu\text{m}$) par rapport à l'état de surface 2B initial ($R_{a(2B)}=0,25\pm0,02\mu\text{m}$). Des analyses SDL sont également réalisées après le PE et la composition chimique de la surface est identique à celle d'un état de surface 2B. Cet état de surface permet donc d'étudier spécifiquement l'influence de la rugosité sur la formation d'une interface. L'assemblage de tôles avec un état de surface 2R permet, quant à lui, d'étudier spécifiquement l'influence de la composition chimique de la surface. Ces différents états de surface se caractérisent par un aspect propre à chacun, Figure 3.13. L'état de surface 2B a un aspect mat alors

que les états de surface 2R et PE ont un aspect brillant mais pas autant qu'un état de surface poli miroir (état non traité dans cette étude).

Pour la suite de l'étude, l'assemblage avec un état de surface PE est noté BLOC B-1 et l'assemblage avec un état de surface 2R est noté BLOC B-2.

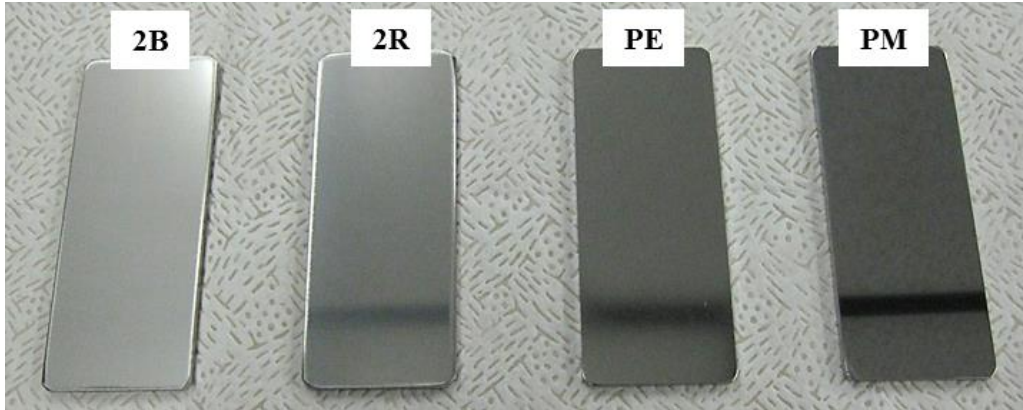


Figure 3.13 : Photo des différents états de surface : Etat de surface 2B, 2R et PE et surface polie miroir (PM) mécaniquement par rodage.

La microstructure du BLOC B-1 est semblable en tout point à celle du BLOC référence (taille de grains, aire de croissance anormale et taux de franchissement). A partir de ce résultat, il n'est donc pas possible de conclure sur un possible effet de la diminution de la rugosité pour le procédé de soudage par diffusion.

Les caractéristiques microstructurales du BLOC B-2 sont récapitulées dans le tableau de la Figure 3.14. A l'échelle de la pièce, la microstructure est identique à celle du BLOC référence ce qui est en accord avec les résultats obtenus précédemment dans le chapitre II. Cependant, contrairement au BLOC référence, l'évolution de la taille de grains à travers l'assemblage est homogène, Figure 3.14. Ceci est expliqué par un franchissement limité ($F=39\pm6\%$) et par la présence de petits grains aux niveaux des interfaces, Figure 3.15 (a). Le franchissement limité des interfaces par les joints de grains est à mettre en relation avec la présence importante de précipités dans ces zones, Figure 3.15 (b).

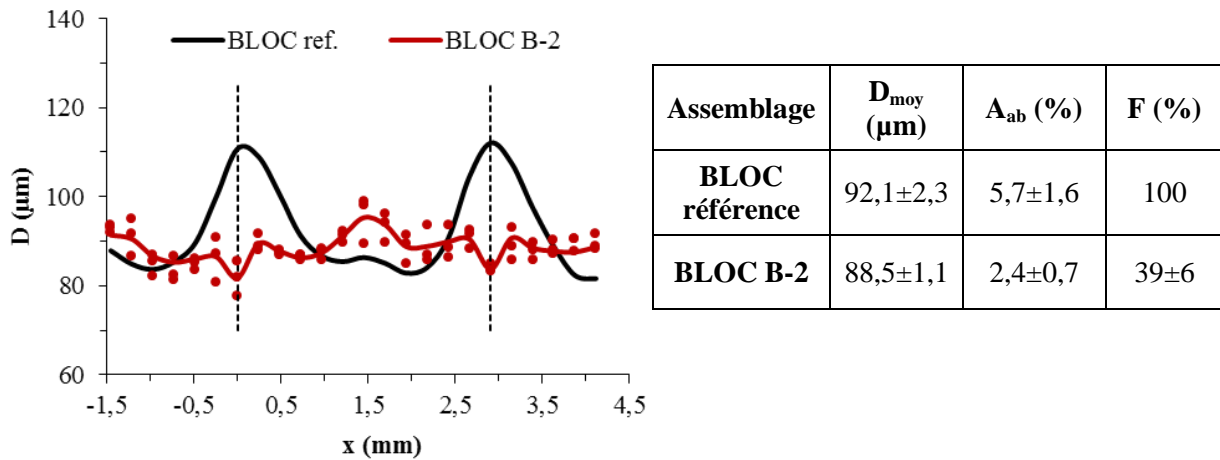


Figure 3.14 : Evolution de la taille de grains dans le plan ST-TC du BLOC référence et du BLOC B-2.

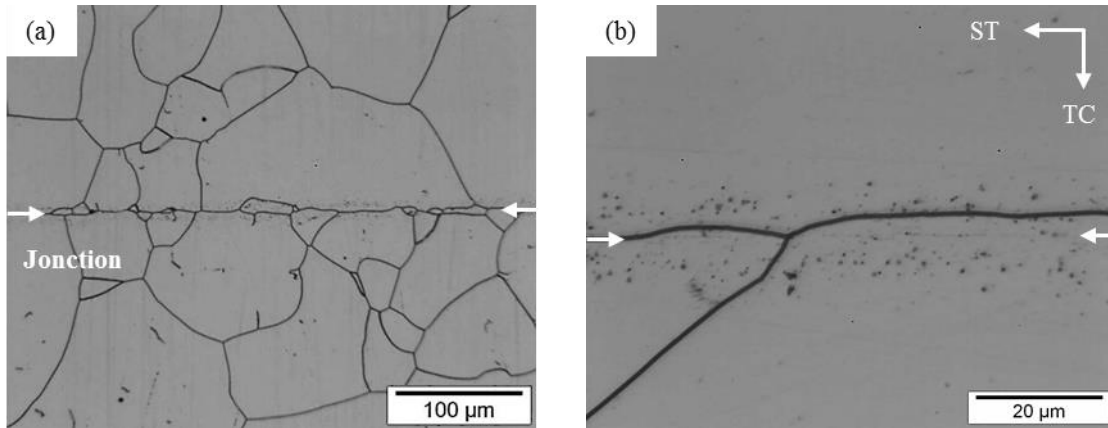


Figure 3.15 : Observations au MO dans le plan ST-TC d'une jonction soudée-diffusée du BLOC B-2 (a,b).

A partir d'observations au MEB-FEG sur un échantillon non attaqué, une schématisation de la microstructure au niveau des interfaces a été effectuée, Figure 3.16. Une première zone (notée (1) sur la Figure 3.16) de précipités sphériques très fins, inférieurs à 50nm de diamètre, est identifiée sur la jonction soudée-diffusée. Ces précipités apparaissent plus gros sur la micrographie de la Figure 3.15 (b) car l'attaque électrochimique les déchausse et élargit le trou résiduel. La microstructure est ensuite caractérisée par la présence sur une zone de 6µm d'épaisseur de part et d'autre du plan d'interface de précipités sphériques plus grossiers qu'au niveau des interfaces, mais de taille tout de même inférieure à 100nm de diamètre (notée (3) sur la Figure 3.16). Entre ces deux domaines, une zone avec moins de précipités est observée sur environ 2µm d'épaisseur (notée (2) sur la Figure 3.16).

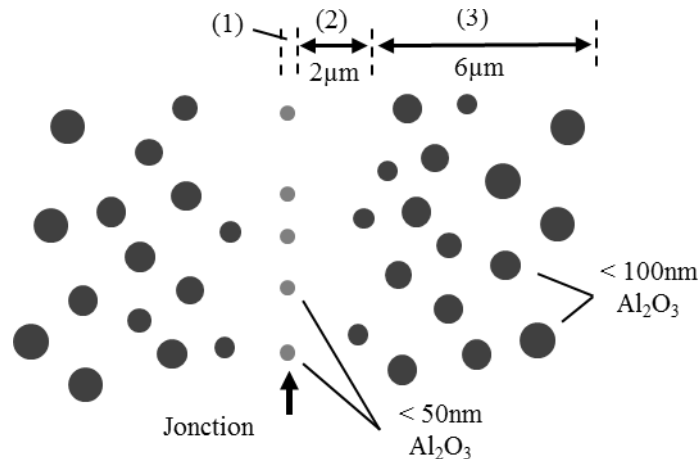


Figure 3.16 : Schématisation des précipités au niveau d'une jonction soudée-diffusée du BLOC B-2.

Ces précipités sont identifiés comme étant de l'oxyde d'aluminium. La présence d'aluminium au niveau des interfaces n'est pas surprenante puisque cet élément avait d'ores et déjà été détecté en surface de ces tôles avant soudage (voir Figure 2.18). L'oxygène provient probablement des oxydes présents à l'état de départ. Ceux-ci ont été dissous au cours du procédé de soudage par diffusion pour former des oxydes plus stables thermodynamiquement. Enfin, des traces résiduelles de vapeur d'eau dans l'atmosphère du conteneur peuvent également expliquer cette présence. Les autres éléments identifiés avant soudage (S, B, N et Mn) n'ont pas été détectés au niveau des interfaces après assemblage par CIC. La présence d'aluminium en surface des tôles à l'état de réception est donc la cause du franchissement limité des interfaces par les joints de grains en exerçant un effet Zener dessus.

III.5. Influence de la taille de grains initiale

L'influence de la taille de grains initiale sur la microstructure est étudiée par le biais de deux assemblages, Tableau 3.4. L'influence d'une taille de grains plus fine à l'état de réception par rapport à l'acier référence est étudiée en utilisant les tôles d'épaisseur 1mm, l'acier 1.4404 1mm. Un assemblage avec une taille de grains augmentée est obtenu en réalisant un traitement thermique pré-CIC sur un assemblage entier, conteneur et tôles. Les tôles utilisées pour cet assemblage sont les tôles en acier 1.4404 2B. Après l'étape de queusotage, le conteneur est traité thermiquement dans un four sous air à 1060°C/1,5h. La taille de grains moyenne est multipliée par 3,8 par rapport à l'état de réception. Comme précédemment, la microstructure entre le cœur et la surface des tôles est hétérogène. Afin de mettre en évidence l'influence de la taille de grains avant soudage par CIC sur le taux de franchissement, la taille de grains en surface des tôles doit être considérée. C'est pourquoi les tailles de grains indiquées dans le Tableau 3.4 correspondent à la taille de grains équivalente moyenne en extrême surface des tôles.

Pour la suite de l'étude, l'assemblage réalisé avec l'acier 1.4404 1mm est noté BLOC C-1 et l'assemblage avec un traitement thermiquement pré-CIC est noté BLOC C-2.

Acier	Taille de grains en surface	Paramètres de soudage T, t, P (°C, h, MPa)	Notation assemblage
1.4404 2B	20,5±0,5	1100, 3, 100	BLOC référence
1.4404 1mm	11,7±0,4	1100, 3, 100	BLOC C-1
1.4404 2B	78,7±0,7	1100, 3, 100	BLOC C-2

Tableau 3.4 : Tableau récapitulatif des assemblages réalisés selon la taille de grains initiale en extrême surface.

La microstructure globale de l'assemblage BLOC C-1 est très homogène avec une aire de croissance anormale des grains inférieure à 4%, Figure 3.17.

Quelques gros grains, supérieurs à 200µm de diamètre, sont encore observés mais ils représentent une minorité, 0,6% en nombre. La microstructure fine à l'état de départ, $D_{init}=11,7\pm 0,4\mu m$, permet de conserver une taille de grains modérée après soudage par CIC, $D_{fin}=69,9\pm 0,4\mu m$, tout en obtenant un franchissement généralisé des interfaces par les joints de grains, Figure 3.18. En réalité, la taille des grains de cet assemblage a évolué d'un facteur comparable au BLOC référence par rapport à leur état de réception respectif, environ d'un facteur 6, ce qui explique le franchissement généralisé des interfaces. De plus, l'évolution de la taille de grains à travers l'assemblage est parfaitement homogène, sans distinction possible des jonctions soudées-diffusées.

Comme précédemment, ces résultats sont en bon accord avec les analyses effectuées auparavant lors de l'étude de l'évolution microstructurale en température (voir Tableau 2.16). La taille de grains et l'homogénéité de la microstructure à l'état de réception sont donc des critères importants afin d'obtenir un assemblage homogène avec une taille de grains modérée lorsque la température de soudage est correctement définie. La microstructure de cet assemblage est considérée comme « idéale ». Ces résultats sont en bon accord avec ce qui était pressenti après la caractérisation des matériaux à l'état de réception (voir Tableau 2.17).

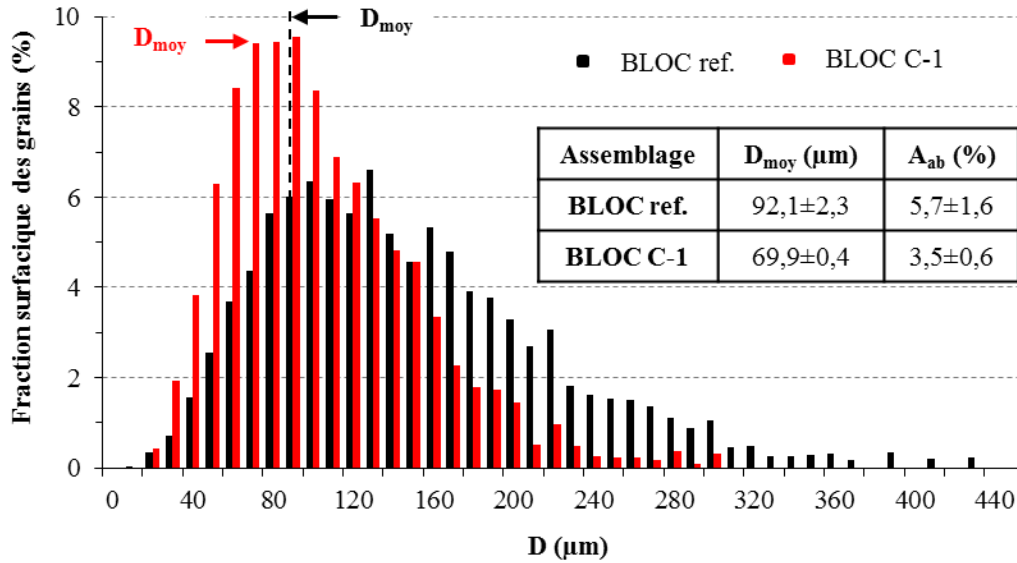


Figure 3.17 : Fraction surfacique des grains dans le plan ST-TC du BLOC référence et du BLOC C-1.

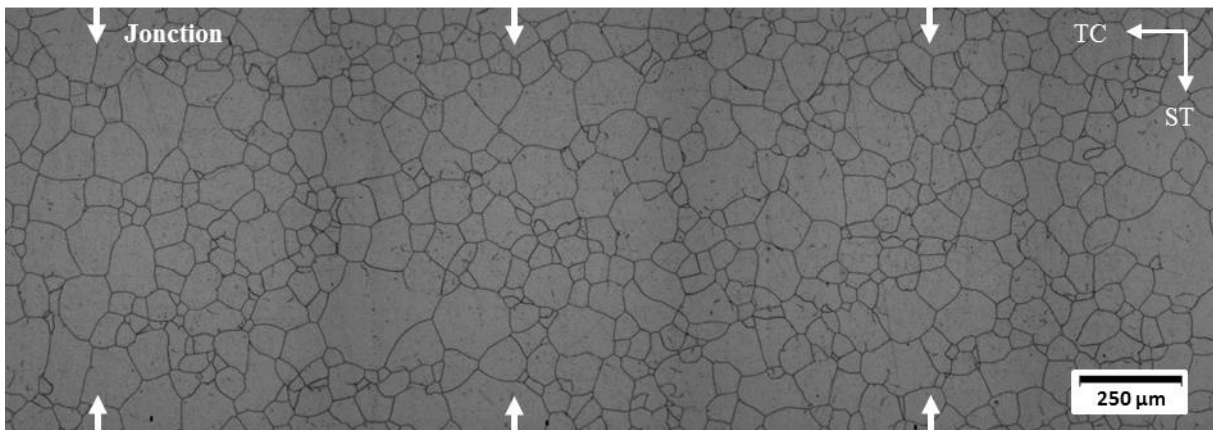


Figure 3.18 : Observation au MO dans le plan ST-TC du BLOC C-1.

Les caractéristiques microstructurales (taille de grains moyenne, aire de croissance anormale et taux de franchissement) du BLOC C-2 sont récapitulées dans le tableau de la Figure 3.19. A l'échelle de la pièce, la microstructure est homogène avec une aire de croissance anormale des grains inférieure à 5% et la taille de grains moyenne est légèrement supérieure à celle du BLOC référence puisque l'état de départ n'est plus le même. L'évolution de la taille de grains à travers l'assemblage est identique au BLOC référence mais avec un léger décalage sur l'axe y, Figure 3.19.

La microstructure locale au niveau des interfaces est par contre très différente du BLOC référence avec un franchissement limité des interfaces par les joints de grains ($F=38\%$), Figure 3.20 (a), ce qui explique l'écrêtage du pic de la courbe sur la Figure 3.19 au niveau de la position des interfaces. Deux hypothèses sont mises en avant pour expliquer le franchissement limité des interfaces :

- Une migration faible des grains au cours du procédé CIC. La croissance des grains est en effet modérée avec une multiplication de la taille de grains au niveau des interfaces d'un facteur 1,5 seulement par rapport à l'état de départ.
- Le blocage des joints de grains au niveau des interfaces par une couche d'oxyde formée lors du traitement thermique pré-CIC.

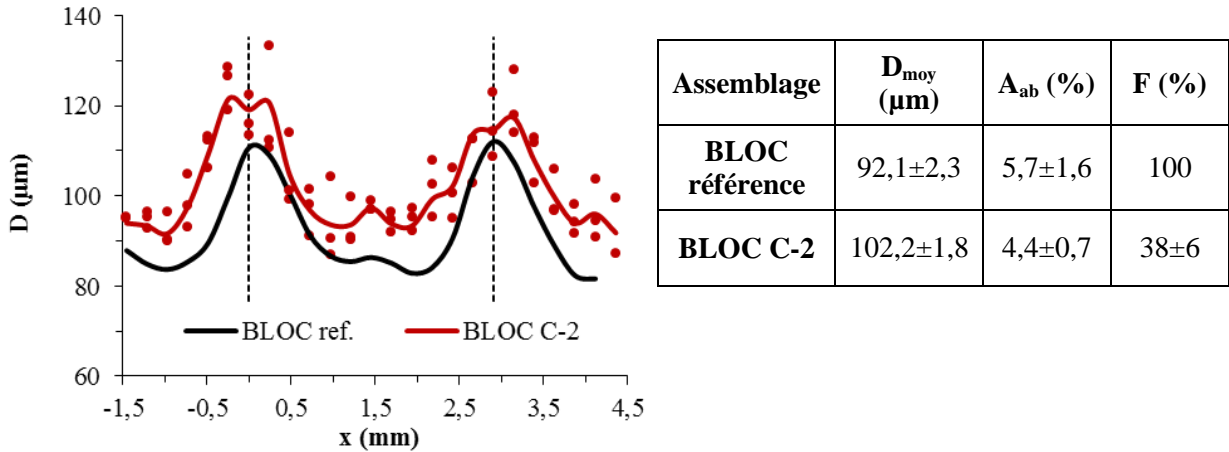


Figure 3.19 : Evolution de la taille de grains dans le plan ST-TC du BLOC référence et du BLOC C-2.

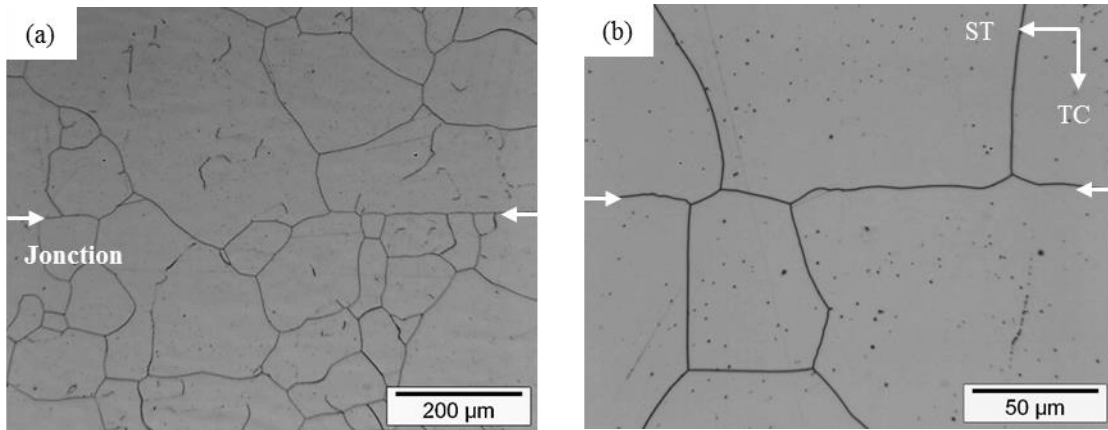


Figure 3.20 : Observations au MO dans le plan ST-TC d'une jonction soudée-diffusée du BLOC C-2 (a,b).

La deuxième hypothèse est réfutée par des analyses SDL sur des tôles issues d'un empilement après le traitement thermique pré-CIC et par des analyses au MET (Microscopie Electronique en Transmission) sur une interface.

Un deuxième empilement, identique à celui du BLOC C-2, a été réalisé jusqu'à l'étape de traitement thermique pré-CIC comprise puis il a été ouvert. Lors de l'ouverture du conteneur, il a été difficile de détacher certaines tôles les unes des autres. Une légère compression est généralement effectuée sur l'assemblage lors du soudage du couvercle et cela a pu favoriser un soudage par diffusion « naturel » par endroits. Les analyses SDL des tôles montrent uniquement un enrichissement des surfaces en Mn, S et B, Figure 3.21. Le vide dans le conteneur est donc suffisamment « bon » pour éviter la formation d'oxydes de chrome et de fer bien que le vide statique se soit détérioré au fil du traitement thermique par le dégazage en température d'espèces telles que CO et CO₂. La présence de soufre en surface des tôles dans une zone de non-contact a déjà été reportée par Ohashi et al. [46] lors du soudage par diffusion d'un acier 304. Quoi qu'il en soit, la caractérisation du BLOC B-2 a montré que ces éléments ne sont pas nocifs pour la formation d'une interface soudée-diffusée.

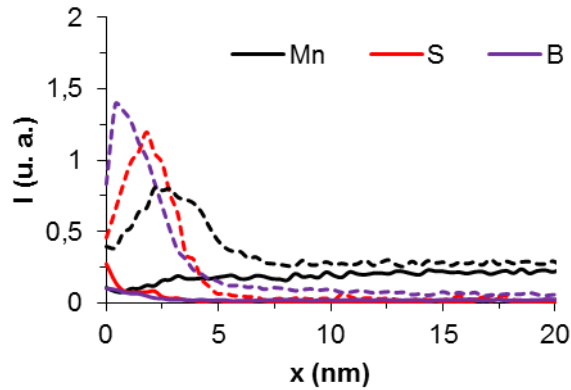


Figure 3.21 : Profils en intensité, obtenus par SDL, des éléments Mn, S et B pour un acier 1.4404 2B à l'état brut (courbes pleines) et après le traitement thermique pré-CIC (courbes en pointillé).

Afin de mettre en évidence un éventuel blocage des joints de grains au niveau des interfaces par ces éléments présents en surface des tôles, des analyses en MET sont réalisées sur une interface soudée-diffusée. Le protocole de préparation de la lame mince est détaillé en Annexe A. Les observations sont effectuées sur un microscope JEOL – JEM 2100. Une cartographie d'une interface soudée-diffusée est présentée sur la Figure 3.22. Aucune précipitation n'est observée et le joint d'interface peut donc être considéré comme un joint de grains « standard » du matériau.

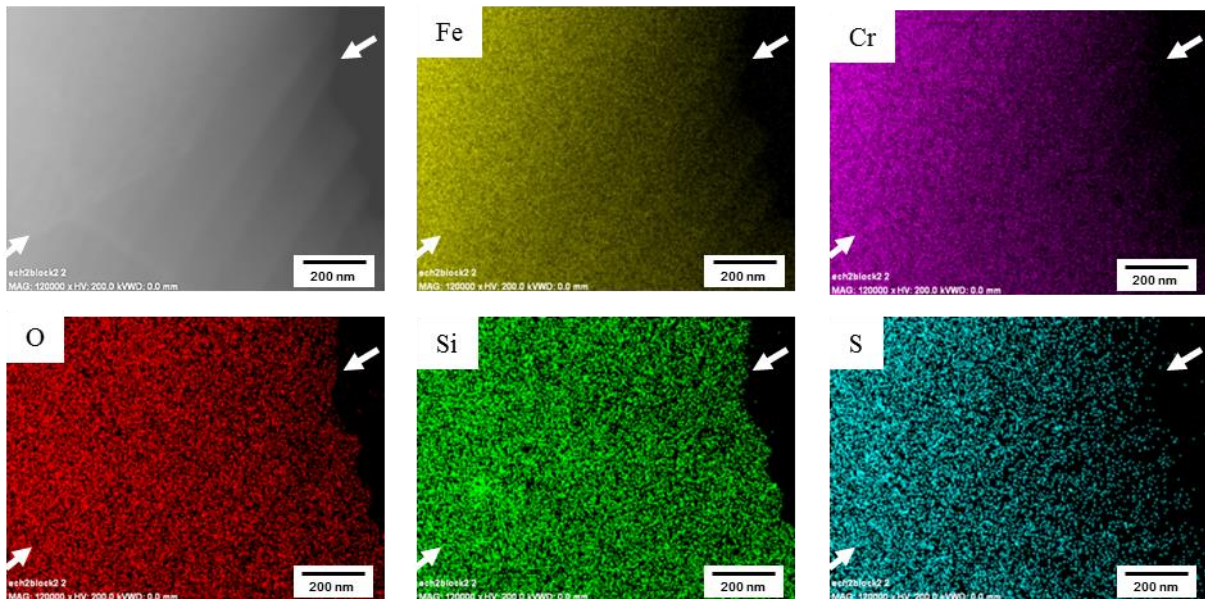


Figure 3.22 : Cartographies chimiques d'une jonction soudée-diffusée du BLOC C-2 réalisées au MET. Les flèches indiquent la position de la jonction soudée-diffusée.

Ces deux analyses complémentaires confirment que la faible croissance des grains au cours du procédé CIC est responsable du franchissement limité des interfaces. Un minimum de croissance de grains est donc nécessaire pour obtenir un franchissement généralisé des interfaces par les joints de grains.

Une observation plus fine des interfaces montre que le franchissement s'initie par les points triples, Figure 3.20 (b). Les points triples peuvent donc être considérés comme des germes pour le franchissement, d'où l'importance d'avoir une taille de grains faible à l'état de départ afin de le généraliser plus facilement.

III.6. Synthèse

L'étude paramétrique du procédé de soudage par diffusion CIC a permis de mettre en évidence l'influence des paramètres du procédé de soudage ainsi que l'état de surface et la taille de grains initiale des tôles sur la fabrication d'assemblages soudés-diffusés. Ces différents points ont une influence directe sur la microstructure locale au niveau des interfaces et/ou globale à l'échelle de la pièce.

La microstructure locale au niveau des interfaces dépend de :

- La **pression de soudage**. Lorsque la pression de soudage est trop faible, des **pores** peuvent subsister après assemblage. Le franchissement des interfaces est, de plus, limité par la présence de ces pores qui exercent une pression de traînage sur les joints de grains.
- La **composition chimique de la surface** des tôles. La présence d'éléments ayant une forte affinité avec l'oxygène en surface des tôles avant soudage, tel que l'aluminium, sont néfastes pour l'obtention d'une microstructure homogène. D'une part, des précipités peuvent se former au cours du procédé de soudage et, d'autre part, ces précipités limitent le franchissement des interfaces en exerçant une pression de traînage (**effet Zener**) sur les joints de grains.
- La **taille de grains initiale** des tôles. Lorsque l'évolution de la taille de grains au cours du procédé de soudage est faible, le franchissement des interfaces est limité. Un **minimum de croissance de grains** est donc nécessaire afin de garantir un franchissement généralisé. Ce point a été mis en avant en augmentant la taille de grains initiale des tôles mais le même résultat aurait pu être obtenu en diminuant la température de soudage dans un domaine de croissance des grains faible, hors du domaine de croissance anormale des grains.

Ces différents points étant maintenant connus, une microstructure homogène à l'échelle de la pièce peut finalement être obtenue en maîtrisant :

- La **température de soudage**. Une microstructure très hétérogène est effectivement obtenue lorsque la température de soudage est située dans le **domaine de croissance anormale** des grains.
- La **taille de grains initiale** des tôles. Le franchissement des interfaces s'initie par les points triples, d'où l'importance d'avoir une **taille de grains faible** à l'état de départ afin de l'optimiser et de conserver une taille de grains fine après assemblage. Au cours du cycle de soudage, les interfaces doivent donc être mises en « contact intime » le plus tôt possible afin de conserver un potentiel de franchissement, l'idéal étant de découpler les processus de fermeture de la porosité et de franchissement des interfaces.
- L'**homogénéité de la taille de grains initiale** des tôles. Lorsque les paramètres de soudage sont optimaux, l'homogénéité de la microstructure après assemblage est directement reliée à l'homogénéité de la microstructure à l'état de réception des tôles.

Suite à l'étude de la microstructure, la partie suivante s'intéresse aux propriétés mécaniques de ces assemblages. Les propriétés mécaniques seront notamment discutées en regard de ces résultats afin de mettre en évidence le mode d'endommagement.

IV. Propriétés mécaniques des assemblages

L'étude paramétrique a permis d'obtenir plusieurs assemblages avec des microstructures très différentes les unes des autres à l'échelle de la pièce ou au niveau des interfaces, Tableau 3.5. Les propriétés mécaniques de ces assemblages sont étudiées en réalisant trois types d'essais mécaniques, considérés comme « courants » pour les assemblages soudés-diffusés : des essais de traction sur éprouvettes axisymétriques lisses, des essais de flexion par choc sur éprouvette Charpy (fréquemment appelé essai de résilience) et des essais de fluage. Les plans des éprouvettes sont présentés dans l'Annexe B (Figure B.2 à Figure B.5) Toutes les éprouvettes ont été prélevées à au moins 20mm du bord du conteneur afin d'éviter les effets de bord. Les propriétés mécaniques du BLOC B-1 ne sont pas présentées dans cette étude puisque les résultats sont similaires au BLOC référence, la microstructure étant identique en tout point entre ces deux assemblages.

Assemblage	Acier	Paramètres de soudage T, t, P (°C, h, MPa)	Particularité microstructurale
BLOC ref.	1.4404 2B	1100, 3, 100	Microstructure « homogène » ($D_{moy}=92\mu m$ et $A_{ab}=4\%$)
BLOC A-1	1.4404 2B	1040 , 3, 100	Microstructure très hétérogène ($A_{ab}=35\%$)
BLOC A-2	1.4404 2B	1100, 3, 10	Présence de pores et franchissement limité des interfaces ($F=64\%$)
BLOC B-1	1.4404 PE	1100, 3, 100	Identique au BLOC référence (<i>non traité dans cette partie</i>)
BLOC B-2	1.4404 2R	1100, 3, 100	Présence de précipités et franchissement limité des interfaces ($F=39\%$)
BLOC C-1	1.4404 1mm	1100, 3, 100	Microstructure homogène ($D_{moy}=70\mu m$)
BLOC C-2	1.4404 2B	Traitement thermique pré-CIC + 1100, 3, 100	Franchissement limité des interfaces ($F=38\%$)

Tableau 3.5 : Tableau récapitulatif des assemblages soudés-diffusés.

IV.1. Essais de traction

Le protocole expérimental est identique à celui des essais réalisés sur les tôles à l'état de réception (voir Chapitre 2 § II.4). L'influence de l'orientation de sollicitation (SL, ST et TC) est tout d'abord étudiée en utilisant des éprouvettes de diamètre 4mm. Puis, l'influence de la géométrie des éprouvettes est testée en utilisant des éprouvettes de diamètre 8mm. Pour chaque condition testée (orientation et diamètre d'éprouvette), quatre essais sont réalisés à température ambiante.

Il est à noter que la géométrie des éprouvettes pour déterminer les propriétés mécaniques des tôles à l'état de réception et après assemblage est différente. Cela peut avoir un effet sur les résultats obtenus notamment sur l'allongement à rupture et la striction [120] mais devrait peu affecter la limite d'élasticité et la résistance à la traction.

IV.1.1. Influence de l'orientation de sollicitation

Le comportement général des assemblages en traction est tout d'abord présenté puis le mode d'endommagement est discuté en regard de la microstructure des assemblages.

Comportement général des assemblages

Les résultats des essais de traction sont résumés dans le Tableau 3.6. De manière générale, les résultats sont très satisfaisants et comparables aux données de la littérature [39]. Après assemblage, la limite d'élasticité a baissé en moyenne de 20% par rapport à l'état de réception pour tous les assemblages et quelle que soit l'orientation. La limite d'élasticité calculée, à partir de l'Équation 2.6, selon l'orientation TC est comparable aux valeurs expérimentales à plus ou moins 5MPa en moyenne. La formation des jonctions par le procédé de soudage par diffusion n'a donc pas affecté la limite d'élasticité par rapport à un matériau massif avec la même microstructure. Ceci montre que la diminution de la limite d'élasticité provient bien d'un adoucissement des matériaux du fait de la croissance des grains et également de la dissolution de la ferrite δ au cours du procédé de soudage par diffusion.

La résistance à la traction selon les orientations SL et ST a faiblement diminué par rapport à l'état de réception, 5% en moyenne. Irvine [77] a effectivement montré que la résistance à la traction dépend uniquement de la composition chimique et de la quantité de plans de macle et non de la taille des grains, Équation 3.2. La composition chimique est en pourcentage massique, le taux de ferrite est en pourcent volumique et t est la quantité de plans de macle par millimètre.

$$R_m = 449,5 + 852,5N + 542,5C + 34,2Si - 1,5Ni + 18,6Mo + 77,5Nb + 46,5Ti + 18,6Al + 2,2\delta + 7,1t^{-1/2} \quad \text{Équation 3.2}$$

La résistance à la traction est plus faible selon l'orientation TC, 40MPa en moyenne par rapport à l'orientation SL. Un léger fibrage est donc présent dans les assemblages qui est caractéristique du format tôle utilisée pour les réaliser. D'après l'Équation 3.2, les plans de macle seraient à l'origine de cet effet puisque la ferrite a totalement été dissoute au cours des cycles de soudage.

Le comportement en traction des assemblages, sauf quelques cas dans l'orientation TC, est très ductile avec un allongement à rupture et une striction supérieurs à 70%. Le mode d'endommagement des assemblages est détaillé dans la partie suivante.

Assemblage	Orientation	R _{p0,2%} (MPa)	R _m (MPa)	A _r (%)	Z (%)
BLOC ref.	SL	228±3	584±3	79±4	87±1
	ST	234±3	606±1	82±3	84±1
	TC	223±2	555±2	78±2	72±5
BLOC A-1	SL	235±2	603±1	78±2	87±1
	ST	241±4	621±1	75±2	82±2
	TC	228±3	566±7	71±6	62±6
BLOC A-2	SL	225±2	591±1	76±5	87±1
	ST	241±2	613±1	78±2	83±3
	TC*	225	549	50	42
BLOC B-2	SL	232±4	588±3	76±1	88±2
	ST	245±4	621±4	81±5	84±3
	TC	235±1	560±3	88±3	85±2
BLOC C-1	SL	228±4	596±2	74±4	84±1
	ST	241±4	631±1	79±3	81±1
	TC	226±1	559±3	75±5	64±4
BLOC C-2	SL	225±2	589±2	79±1	88±2
	ST	236±4	611±2	75±2	84±3
	TC	219±9	535±10	55±7	67±9
Spec. RCC-MRx		>220	>525	>45	-

Tableau 3.6 : Tableau récapitulatif des essais de traction à température ambiante des assemblages soudés-diffusés selon les orientations SL, ST et TC avec une éprouvette de diamètre 4mm. Les valeurs indiquées sont des moyennes réalisées à partir de quatre essais. (*) Mesure sur une éprouvette car trois éprouvettes présentent une rupture prématurée sur un défaut au niveau du rayon de raccordement.

Les légères différences de limite d'élasticité et de résistance à la traction entre les assemblages peuvent être attribuées à la composition chimique des aciers et/ou à la taille de grains. Concernant ce dernier point, il est intéressant de développer le comportement en traction du BLOC A-1.

Malgré une taille de grains moyenne plus fine pour cet assemblage, les propriétés mécaniques sont du même ordre de grandeur que celles du BLOC référence. Cet effet s'explique par la microstructure de cet assemblage qui est très hétérogène (voir Chapitre 3 § III.3.1). Une coupe transversale d'une éprouvette permet de visualiser l'effet de cette hétérogénéité sur le comportement en traction, Figure 3.27. Au niveau des « anciennes » jonctions où la taille de grains est la plus grande, la déformation est très importante, de l'ordre de 107%, alors qu'au cœur des tôles où la taille de grains est plus fine, la déformation est deux fois moins importante. La déformation au niveau des jonctions provient d'un ou de deux grains maximum. Ces valeurs de déformation ont été mesurées à partir de la micrographie de

la Figure 3.23. Les deux zones ont été délimitées en prenant comme repère les « traces noires » qui sont les anciennes zones de la ferrite δ . La ferrite a été totalement dissoute lors du procédé de soudage par diffusion mais la subsistance d'une hétérogénéité de composition chimique pourrait expliquer ces traces. Connaissant l'épaisseur de ces zones avant assemblage, il est possible de remonter à une valeur de déformation locale. En additionnant la contribution de chaque zone, la déformation totale calculée est en bon accord avec la valeur obtenue par métrologie. Cet assemblage se comporte finalement comme un matériau multicouche avec des propriétés différentes selon la taille des grains, la zone à gros grains se déformant plus fortement que la zone à petits grains, d'où l'importance d'obtenir une microstructure homogène à l'échelle de la pièce. Cet exemple permet de mettre en évidence que la taille de grains moyenne n'est pas suffisante pour caractériser un assemblage soudé-diffusé. Le critère de croissance anormale, défini dans cette étude, doit également être considéré.

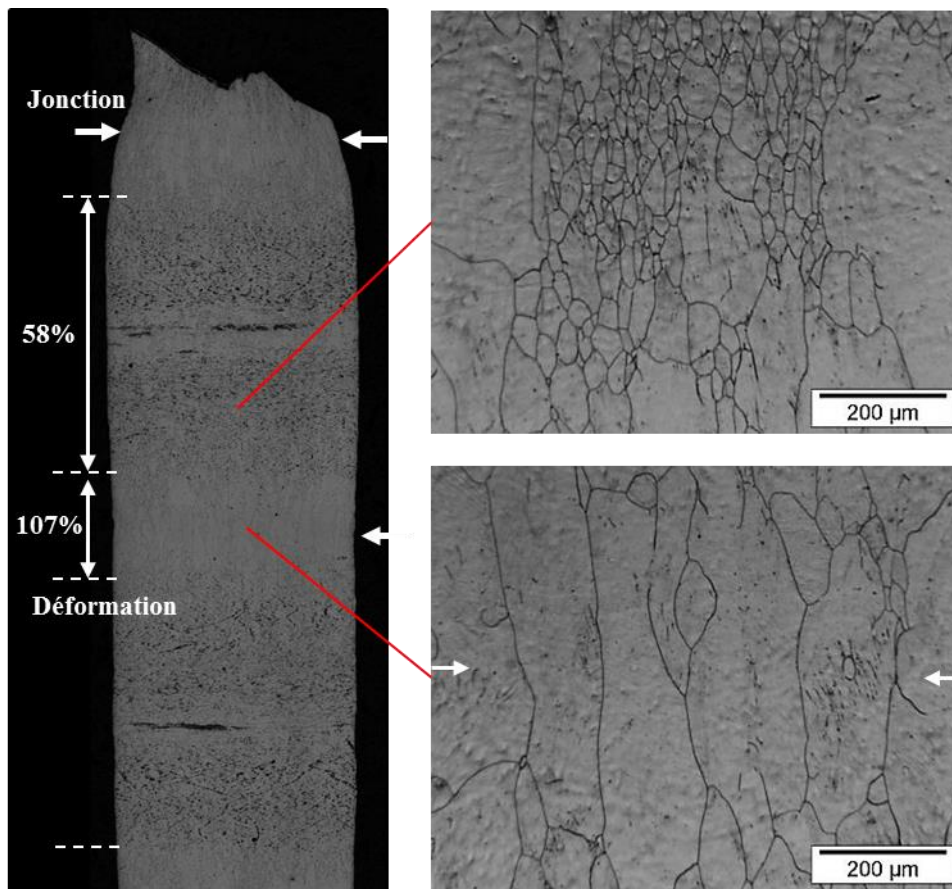


Figure 3.23 : Observations au MO d'une coupe transverse d'une éprouvette de traction du BLOC A-1 testée selon l'orientation TC.

Par rapport à la spécification du code RCC-MR, la limite d'élasticité des assemblages est proche du minimum recommandé alors que la résistance à la traction est au-dessus, en moyenne de 30MPa selon l'assemblage et l'orientation. Cependant, la nuance d'acier retenue pour le démonstrateur ASTRID est un 316L(N) et l'augmentation de la teneur en azote par rapport aux nuances utilisées ici permettra d'améliorer les propriétés mécaniques des assemblages à taille de grains équivalente [78,79]. De plus dans ce domaine de taille de grains, 60-120 μm de diamètre, la taille des grains a une influence réduite sur la limite d'élasticité par rapport à l'augmentation de la teneur en éléments durcissants en solution solide tels que l'azote.

Mode d'endommagement des assemblages

Une rupture ductile est observée pour tous les assemblages selon les orientations SL et ST. Les faciès de rupture sont logiquement caractérisés par la présence de nombreuses cupules, Figure 3.24 (a). Ce type de rupture est également constaté pour l'assemblage présentant une porosité résiduelle aux interfaces, le BLOC A-2, bien que ce type de défaut soit très néfaste pour la tenue mécanique des assemblages soudés-diffusés [43]. Seule une légère ouverture au niveau d'une interface est observée sur le faciès de rupture, Figure 3.24 (b). Les jonctions soudées-diffusées sont donc peu sollicitées mécaniquement au cours de ces essais.

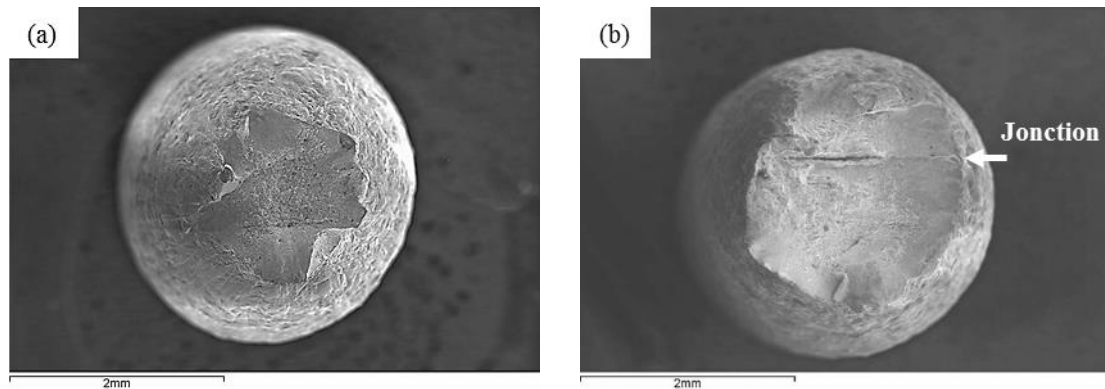


Figure 3.24 : Observations au MEB d'un faciès de rupture d'une éprouvette du BLOC référence (a) et du BLOC A-2 (b) selon l'orientation SL. La flèche indique une ouverture au niveau d'une jonction soudée-diffusée.

Les essais de traction selon l'orientation TC permettent, quant à eux, de solliciter les jonctions plus sévèrement puisque deux types de rupture sont observés : des ruptures hors jonctions et des ruptures à une jonction. Un exemple de courbe type pour ces deux comportements est présenté sur la Figure 3.25. Pour comparaison, les courbes de traction du BLOC référence selon les orientations SL et ST sont ajoutées.

Une rupture nette et brutale à une jonction est observée pour toutes les éprouvettes du BLOC A-2 mais la rupture intervient tout de même près de la contrainte maximale. Un éventuel endommagement progressif n'est pas observable sur la courbe de la Figure 3.25 dans la mesure où il n'y a pas de striction. Le faciès de rupture est lisse et homogène sur toute la surface de l'éprouvette, Figure 3.26 (a) mais le fût de l'éprouvette n'est plus cylindrique ce qui est révélateur d'une anisotropie des tôles². A plus fort grossissement, le faciès de rupture est caractérisé par la présence de cupules, Figure 3.26 (b). Il n'est donc pas possible de parler de rupture fragile à cette échelle mais ce type de faciès peut être considéré comme macroscopiquement fragile. La présence des pores aux interfaces soudées-diffusées est la cause de cette fragilité malgré le franchissement avancé des interfaces par les joints de grains. Le franchissement des interfaces est, bien entendu, secondaire pour obtenir des assemblages résistants par rapport à l'élimination de la porosité aux interfaces.

² Cet effet est également visible sur les courbes de traction du BLOC référence, Figure 3.25.

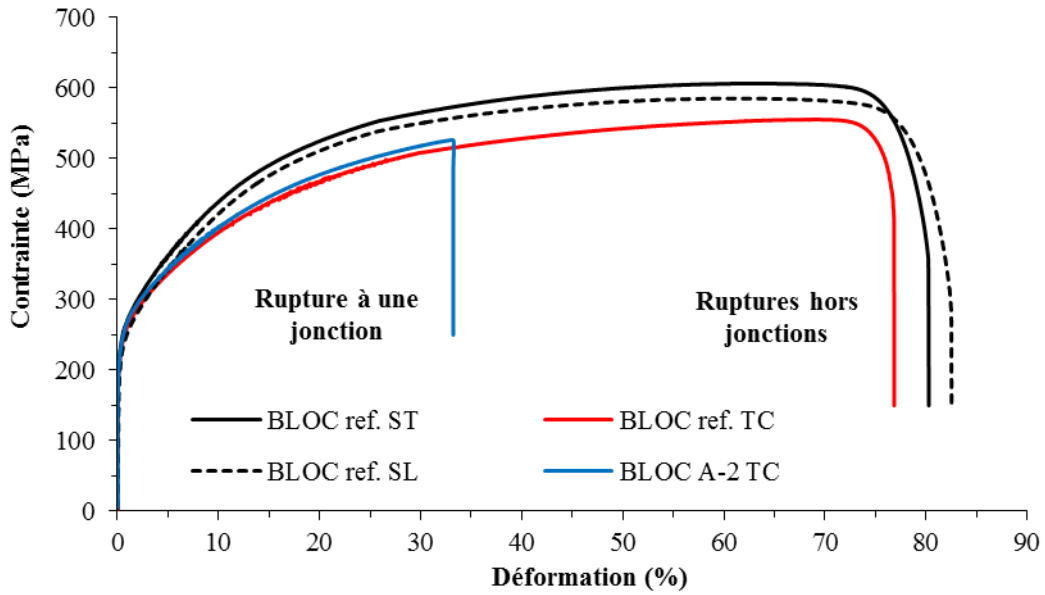


Figure 3.25 : Courbes de contrainte-déformation du BLOC référence selon les orientations SL, ST et TC et du BLOC A-2 selon l'orientation TC.

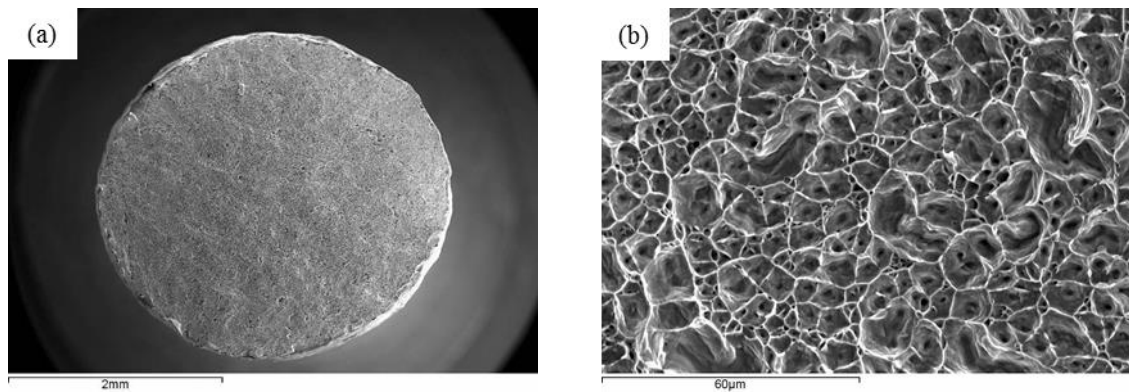


Figure 3.26 : Observations au MEB d'un faciès de rupture d'une éprouvette du BLOC A-2 selon l'orientation TC (a,b).

Une rupture ductile hors jonctions est observée pour toutes les éprouvettes des autres assemblages et cela même pour les assemblages présentant une hétérogénéité de microstructure au niveau des jonctions (BLOC B-2 et BLOC C-2), Figure 3.27 (a,b). La rupture s'est produite au cœur des tôles voire près d'une jonction. Les jonctions ne sont donc pas le point faible de ces assemblages, pour ce type de sollicitation.

Le faciès de rupture du BLOC B-2 est « propre », sans signe distinctif d'une rupture amorcée sur un défaut. A contrario, les alignements d'aluminosilicates initialement présents dans les tôles en acier 1.4404 2B constituant le BLOC C-2 (voir Tableau 2.6) ont servi de sites préférentiels d'amorçage de la rupture des éprouvettes, Figure 3.28 (a). Des inclusions sont également présentes dans les tôles en acier 1.4404 2R constituant le BLOC B-2 mais la nocivité de ce défaut provient de leur alignement ce qui n'est pas le cas dans ces tôles.

Ces inclusions sont observées en fond d'ouverture sur les faciès de rupture et seulement à cet emplacement, Figure 3.28 (b). Le même mode d'endommagement est observé pour les assemblages en acier 1.4404 2B (BLOC référence et BLOC A-2) et en acier 1.4404 1mm (BLOC C-1). La distribution de ces inclusions a été étudiée et les résultats sont présentés en Annexe D. Il apparait effectivement

que les assemblages réalisés à partir des tôles en acier 1.4404 2B et en acier 1.4404 1mm présentent une quantité non négligeable d'alignements d'inclusions. Il s'agit d'aluminosilicates qui avaient d'ores et déjà été observés dans les tôles à l'état de réception. De plus, attribuer l'origine de la rupture à ces inclusions permet d'expliquer la ductilité plus faible de ces assemblages, selon l'orientation TC, par rapport au BLOC B-2 qui ne contient pas ou peu d'alignements d'inclusions.

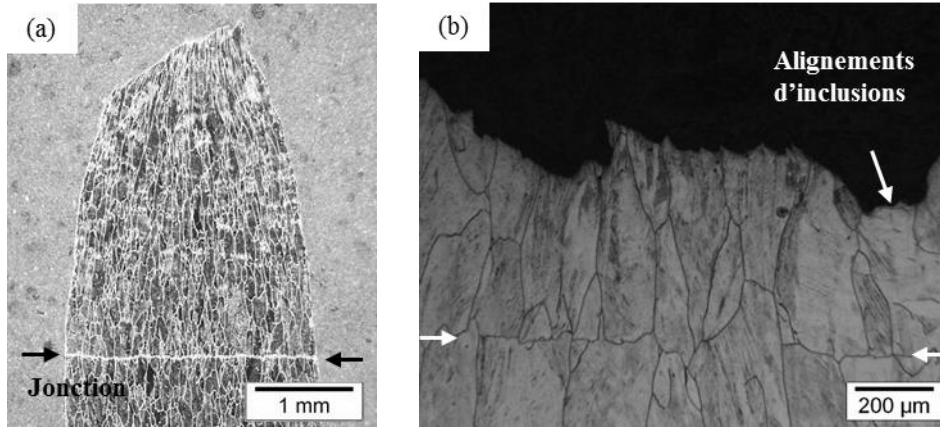


Figure 3.27 : Observations d'une coupe transverse d'une éprouvette de traction du BLOC B-2 à la loupe binoculaire (a) et du BLOC C-2 au MO (b) testée selon l'orientation TC.

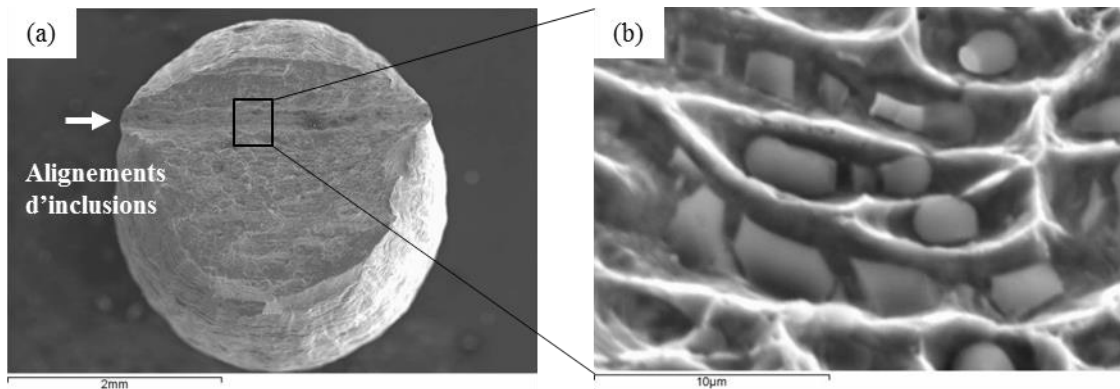


Figure 3.28 : Observations au MEB d'un faciès de rupture d'une éprouvette du BLOC C-2 selon l'orientation TC (a,b).

IV.1.2. Influence de la géométrie des éprouvettes

L'influence de la géométrie des éprouvettes est étudiée en réalisant des éprouvettes proportionnelles de diamètre 8mm. Une relation entre le diamètre et la longueur utile des éprouvettes est spécifiée dans la norme ISO 6892-1 :2009 pour les éprouvettes proportionnelles, Équation 3.3 avec L_0 longueur utile initiale et D_0 diamètre initial de la partie utile. Seules des éprouvettes selon l'orientation TC ont été réalisées puisque cette orientation permet de solliciter plus sévèrement les jonctions par rapport aux deux autres orientations. Les résultats sont récapitulés dans le Tableau 3.7.

$$L_0 = 5D_0 \quad \text{Équation 3.3}$$

De manière générale, la section initiale des éprouvettes n'a pas d'influence sensible sur le comportement en traction des assemblages et le comportement est identique au précédent. La limite d'élasticité a toutefois légèrement diminué par rapport aux essais précédents, 20MPa en moyenne, bien que cette grandeur soit normalement insensible à l'effet dimensionnel [120]. Des résultats

similaires ont été obtenus dans les études suivantes [121,122]. La limite d'élasticité est, de ce fait, en dessous des spécifications du code RCC-MRx. La dispersion des résultats (résistance à la traction et allongement à rupture) s'explique par une distribution non homogène des alignements d'inclusions d'une tôle à une autre, Annexe D. Pour ces éprouvettes, le nombre total de jonctions est deux fois plus important que dans les éprouvettes de 4mm de diamètre ce qui augmente la probabilité de présence d'une tôle avec une densité importante d'alignement d'inclusions. Ce phénomène n'est pas observé pour le BLOC B-2.

Assemblage	$R_{p0,2\%}$ (MPa)	R_m (MPa)	A_r (%)	Z (%)	Rupture
BLOC ref.	205±1	554±2	79±7	66±8	Hors jonctions
BLOC A-1	204±8	564±4	86±5	65±6	Hors jonctions
BLOC A-2	203±12	541±4	61±1	43±1	Jonction
BLOC B-2	209±2	553±1	98±2	82±3	Hors jonctions
BLOC C-1	197±2	534±16	66±19	54±4	Hors jonctions
BLOC C-2	196±3	538±16	79±14	69±7	Hors jonctions
Spec. RCC-MRx	>220	>525	>45	-	-

Tableau 3.7 : Tableau récapitulatif des essais de traction à température ambiante des assemblages soudés-diffusés selon l'orientation TC avec une éprouvette de diamètre 8mm. Les valeurs indiquées sont des moyennes réalisées à partir de quatre essais.

L'essai de traction n'a pas permis de mettre en évidence l'influence des différentes hétérogénéités de microstructure observées dans la première partie de ce chapitre. Seul un assemblage avec présence de pores aux interfaces présente une rupture prématurée par rapport aux autres assemblages. L'essai de traction peut donc être vu comme un premier test pour éliminer les assemblages les plus fragiles.

Des essais de flexion par choc sur éprouvette Charpy sont réalisés par la suite. Ce type d'essai à la particularité, contrairement à l'essai de traction, de solliciter spécifiquement une interface soudée-diffusée si la jonction est placée à l'endroit adéquat de l'éprouvette. Il est donc plus sensible pour caractériser la qualité des assemblages [123]. Cet effet est obtenu grâce à l'entaille qui permet un confinement des contraintes.

IV.2. Essais de flexion par choc sur éprouvette Charpy V

Ces essais sont réalisés sur une machine Zwick/Roell avec un mouton de capacité maximum 300J. Les éprouvettes sont usinées selon la norme ISO 148-1 :2006 et l'entaille en V est placée sur une interface. La position de l'entaille est vérifiée sur plusieurs éprouvettes et dans tous les cas, l'interface est comprise dans le rayon de courbure en fond d'entaille ($R_c=0,25\text{mm}$). Quatre essais sont réalisés par orientation de sollicitation (SL et ST) à température ambiante et pour certains assemblages à froid ($T=-155^\circ\text{C}$). Les essais à froid sont effectués en trempant les éprouvettes dans de l'azote liquide ($T=-196^\circ\text{C}$) et l'essai est lancé 30s après la sortie de l'éprouvette (temps de mise en place de l'éprouvette sur la machine de résilience et de l'obtention de la température désirée).

IV.2.1. A température ambiante

Les résultats des essais à température ambiante sont résumés dans le Tableau 3.8. Comme attendu, une rupture macroscopiquement fragile est observée pour l'assemblage contenant des pores aux jonctions soudées-diffusées, BLOC A-2. L'énergie absorbée est d'environ 50J quelle que soit l'orientation de sollicitation et le faciès de rupture est lisse et homogène, Figure 3.29 (a). Une expansion latérale est tout de même visible ce qui témoigne d'une certaine ductilité de l'assemblage.

Assemblage	Orientation de sollicitation	KV (J)	Rupture
BLOC ref.	SL	>300*	0/4
	ST	>300*	0/4
BLOC A-1	SL	263±14	4/4
	ST	235±29	4/4
BLOC A-2	SL	53±2	4/4
	ST	52±2	4/4
BLOC B-2	SL	>300*	0/4
	ST	>300*	0/4
BLOC C-1	SL	239±19	2/4
	ST	165±12	4/4
BLOC C-2	SL	>300*	0/4
	ST	>300*	0/4

Tableau 3.8 : Tableau récapitulatif des essais de résilience à température ambiante des assemblages soudés-diffusés selon les orientations SL et ST. Les valeurs indiquées sont des moyennes réalisées à partir de quatre essais. (*) Valeurs par défaut (La capacité limite du mouton pendule est de 300J).

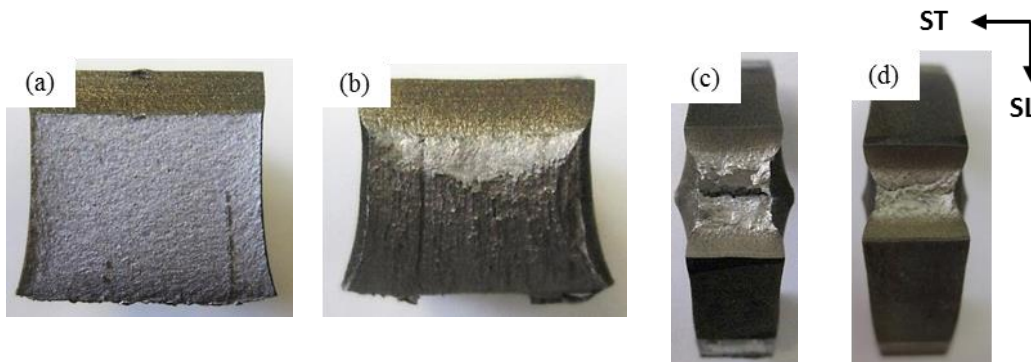


Figure 3.29 : Photos d'un faciès de rupture d'éprouvettes du BLOC A-2 (a), du BLOC C-1 (b), du BLOC référence (c) et du BLOC B-2 (d) sollicitées selon l'orientation SL.

Pour tous les autres assemblages, un comportement très ductile est observé avec une énergie absorbée supérieure à 230J, Figure 3.29 (b), sauf un cas qui sera traité dans le paragraphe suivant. Trois assemblages (BLOC référence, BLOC B-2 et BLOC C-2) ont même atteint la capacité limite du mouton Charpy et les éprouvettes ne se sont pas rompues, Figure 3.29 (c,d). Ce résultat n'est pas surprenant pour le BLOC référence mais il l'est plus pour les deux autres assemblages puisqu'une

hétérogénéité de microstructure au niveau des jonctions a été mise en évidence. Ces hétérogénéités ne sont donc pas fragilisantes pour ce type de sollicitation. Par rapport aux données de la littérature [39], ces jonctions sont bien meilleures avec une augmentation de la résilience de plus de 80%.

Une baisse importante de l'énergie absorbée est constatée pour le BLOC C-1 selon l'orientation ST, environ 75J par rapport à l'orientation SL. Cet effet est attribué à la présence des alignements d'inclusions selon SL dans les tôles du BLOC C-1. La propagation de la fissure est, en effet, facilitée par ces alignements qui sont alors perpendiculaires au sens de sollicitation des éprouvettes, la fissure se propageant d'un alignement d'inclusions à un autre et ainsi de suite. Les faciès de rupture témoignent de ce mode d'endommagement avec une distinction nette selon l'orientation de sollicitation, Figure 3.29 (b) et Figure 3.30 (a). Les faciès ressemblent à « des marches d'escalier » avec la présence d'inclusions en quantité importante sur chacune d'entre elles, Figure 3.30 (b). Des analyses EDS ont permis de montrer que deux types d'inclusions sont présents : des aluminosilicates de forme irrégulière et des sulfures de manganèse plus fins de forme sphérique. Ces derniers n'avaient jamais été observés jusqu'à présent du fait de leur petite taille, inférieure à 1µm de diamètre. Des zones avec la présence d'aluminosilicates sous forme de plaques ont également été observées, Figure 3.30 (c).

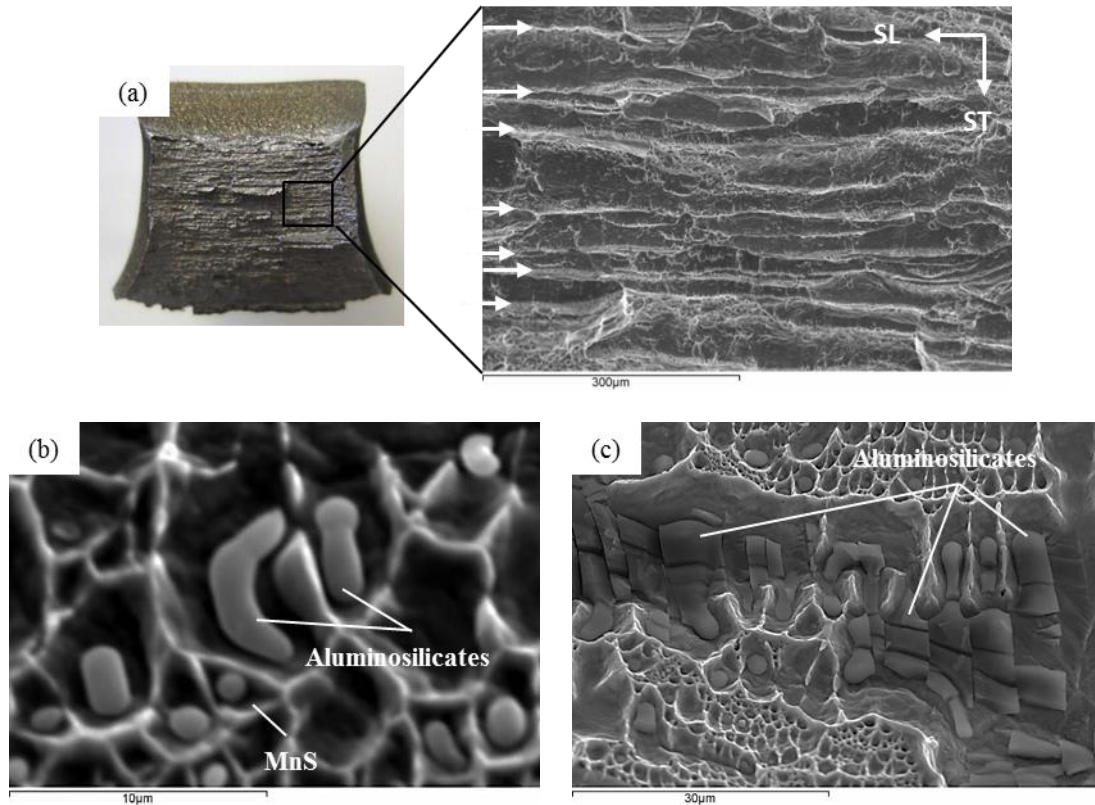


Figure 3.30 : Observations au MEB d'un faciès de rupture d'une éprouvette du BLOC C-1 (a,c) sollicitée selon l'orientation ST. Les flèches indiquent la position d'alignements d'inclusions.

Des alignements d'inclusions sont également présents dans les assemblages en acier 1.4404 2B (BLOC référence, BLOC A-1 et BLOC C-2) mais cet effet n'a pas été observé car la quantité d'inclusions est plus faible que dans les tôles en acier 1.4404 1mm, environ deux fois moins (Annexe D). Ceci explique néanmoins le début de propagation de la fissure pour le BLOC référence et le BLOC C-2, Figure 3.29 (c) par rapport au BLOC B-2 où aucune fissure n'est apparue au niveau de l'entaille, Figure 3.29 (d).

IV.2.2. A froid

Des essais à froid (-155°C) sont réalisés sur les trois assemblages qui ont atteint la capacité limite du mouton Charpy (BLOC référence, BLOC B-2 et BLOC C-2). Les aciers de l'étude ne présentent pas de transition ductile-fragile à basse température comme les aciers ferritiques. Pour autant, une fragilité est tout de même observée puisque toutes les éprouvettes ont été rompues. Ces essais sont donc plus discriminants que les essais réalisés à température ambiante. Les résultats sont récapitulés dans le Tableau 3.9.

Assemblage	Orientation de sollicitation	KV (J)	Rupture
BLOC ref.	SL	171±16	4/4
	ST	161±15	4/4
BLOC B-2	SL	128±9	4/4
	ST	108±11	4/4
BLOC C-2	SL	182±9	4/4
	ST	178±6	4/4

Tableau 3.9 : Tableau récapitulatif des essais de résilience à froid des assemblages soudés-diffusés selon les orientations SL et ST. Les valeurs indiquées sont des moyennes réalisées à partir de quatre essais.

Un comportement identique est observé pour le BLOC référence et le BLOC C-2 avec une énergie absorbée d'environ 170-180J. Aucune différence significative est observée entre les orientations SL et ST en considérant la dispersion des résultats. Les faciès de rupture de ces deux assemblages sont ductiles, Figure 3.31 (a,b), et ils témoignent du mode de rupture par la présence des alignements d'inclusions. La rupture ne s'est donc pas produite au niveau des jonctions soudées-diffusées pour le BLOC C-2, Figure 3.32 (a) mais près de celle-ci sur des alignements d'inclusions. La jonction n'est, encore une fois, pas le point faible de l'assemblage.

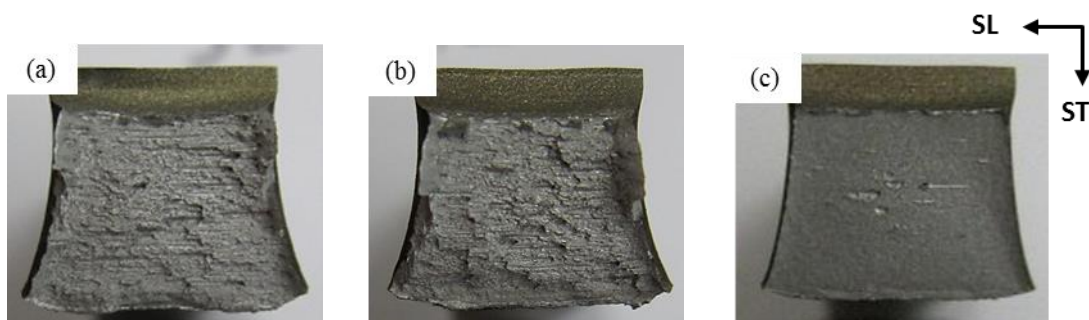


Figure 3.31 : Photos d'un faciès de rupture d'une éprouvette du BLOC référence (a), du BLOC C-2 (b), du BLOC B-2 (c) sollicitée selon l'orientation ST.

Une certaine fragilité pour le BLOC B-2 est observée avec une énergie absorbée inférieure aux deux précédents assemblages, environ 110J. Le faciès de rupture est macroscopiquement fragile, Figure 3.31 (c) et la rupture s'est produite au niveau de la jonction dans la zone des précipités, Figure 3.32 (b). Les essais de flexion par choc sur éprouvette Charpy à froid sont effectivement adaptés pour révéler la présence de phases fragiles telles que des carbures de chrome [9] ou, pour le cas présent, des

oxydes d'aluminium. Ceci explique également la baisse de ductilité, par rapport aux essais réalisés à température ambiante, pour le BLOC référence et le BLOC B-2 par la présence des inclusions d'aluminosilicates.

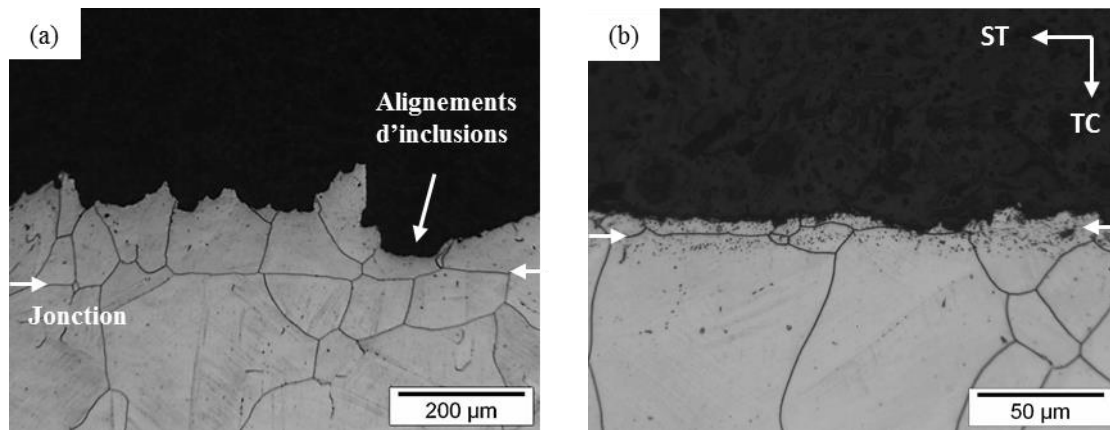


Figure 3.32 : Observations au MO d'une coupe transverse d'une éprouvette Charpy du BLOC C-2 (a) et du BLOC B-2 (b) testée selon l'orientation ST.

IV.3. Essais de fluage

Lors de l'utilisation normale du composant en conditions réelles, le fluage est le mode de sollicitation principal du fait du gradient thermique et de la différence de pression entre les circuits primaire et secondaire [124]. Des essais de fluage jusqu'à rupture ont donc été réalisés sous air, à force constante, sur des machines MAYES d'une capacité de 20kN ou 30kN et équipées de four résistifs pouvant atteindre 1000°C. Afin d'éviter toute perturbation du signal par des variations de température, la salle où sont placées les machines est climatisée à $\pm 1^\circ\text{C}$.

Les essais sont réalisés à une température de 650°C pour des contraintes comprises entre 150 et 180MPa. Durant l'essai, la température est contrôlée à l'aide de trois thermocouples placés en contact de la partie utile de l'éprouvette. La mise en température est effectuée avec une précharge d'environ 10N afin de tendre la ligne de charge sans pour autant déformer plastiquement l'éprouvette. Un système d'amplification de la charge à bras de levier de 10 ou de 15 est utilisé ce qui correspond à une contrainte de précharge de 5 ou de 7,5MPa respectivement. Une fois la température de consigne atteinte, la mise en charge est effectuée manuellement sans-à coup, par ajout de masses successives sur une durée de 30s. L'allongement de l'éprouvette est mesuré par la moyenne de deux capteurs LVDT placés en partie froide et fixés à la partie utile de l'éprouvette au niveau des collerettes. La course des capteurs LVDT est de $\pm 10\text{mm}$ avec une précision de 0,3 μm . Le signal de déformation ainsi que la température sont enregistrés sur un PC.

Les assemblages testés sont le BLOC référence, le BLOC A-1, le BLOC B-2 et le BLOC C-2. Le BLOC A-1 est testé afin de mettre en évidence l'influence de l'hétérogénéité de taille de grains sur le comportement en fluage, la taille des grains étant un paramètre clé pour ce type de sollicitation [125,126]. Le BLOC B-2 et le BLOC C-2 ont, jusqu'à présent, des propriétés mécaniques comparables à celles du BLOC référence malgré l'hétérogénéité de microstructure au niveau des jonctions soudées-diffusées. Le comportement en fluage de ces jonctions est étudié afin de déterminer la nocivité de ces hétérogénéités de microstructure sur la tenue mécanique en fluage.

Les courbes de fluage sont présentées sur la Figure 3.33. L'objectif principal de ces essais est d'arriver à rupture afin de pouvoir comparer l'endommagement des différents assemblages. Les essais de fluage ont débuté avec une contrainte de 150MPa et, au cours des essais, la contrainte a été augmentée afin d'accélérer la rupture des éprouvettes, Tableau 3.10. La contrainte a une première fois été augmentée de 10MPa puis une seconde fois de 20MPa pour finalement obtenir une contrainte totale de 180MPa. La vitesse de déformation a augmenté d'un facteur entre 2 et 4 selon l'assemblage pour la première augmentation de charge et d'un facteur supérieur à 20 pour la seconde.

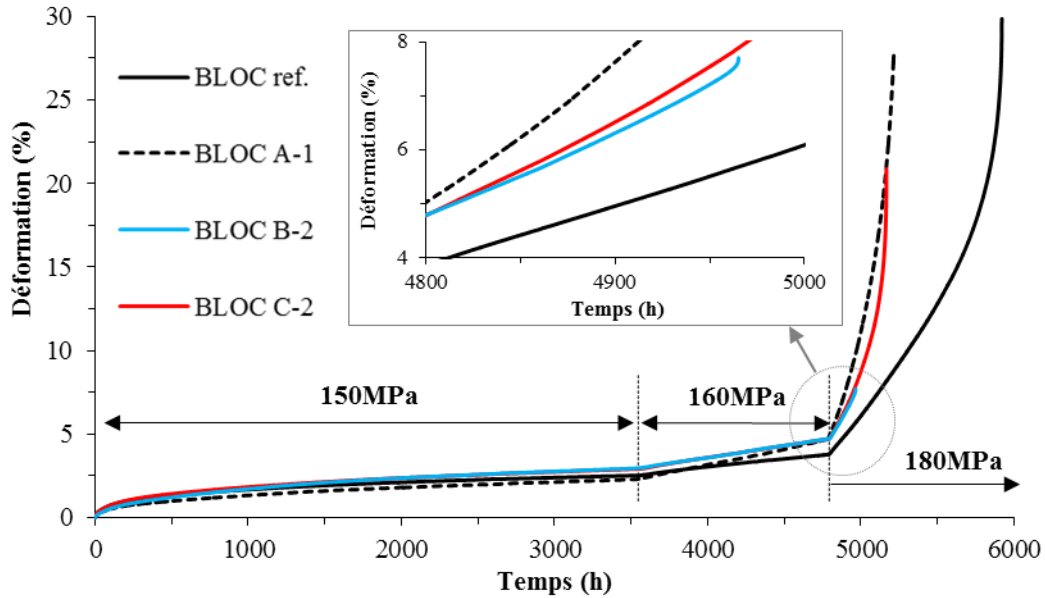


Figure 3.33 : Courbes de fluage du BLOC référence, du BLOC A-1, du BLOC B-2 et du BLOC C-2 à 650°C.

Assemblage	Vitesse de déformation (h ⁻¹)			Propriétés à rupture		
	150MPa	160MPa	180MPa*	t _{rupt. à180MPa} (h)	A _r (%)	Z (%)
BLOC ref.	4,5.10 ⁻⁶	9,5.10 ⁻⁶	1,2.10 ⁻⁴	1127	30	74
BLOC A-1	4,7.10 ⁻⁶	1,9.10 ⁻⁵	2,8.10 ⁻⁴	421	28	66
BLOC B-2	6,6.10 ⁻⁶	1,4.10 ⁻⁵	1,5.10 ⁻⁴	172	8	21
BLOC C-2	5,4.10 ⁻⁶	1,8.10 ⁻⁵	1,8.10 ⁻⁴	373	21	72

Tableau 3.10 : Tableau récapitulatif des vitesses de déformation et des propriétés à rupture des éprouvettes. (*) Ces valeurs sont des estimations car il est délicat de distinguer les stades secondaires et tertiaires.

Une déformation plastique a été observée lors de la mise en charge puisque la contrainte de fluage initiale (150MPa) est bien au-dessus de la limite apparente d'élasticité à 650°C des assemblages soudés-diffusés, environ 1,5 fois plus élevée (Tableau 3.11). La déformation de mise en charge a été en moyenne de 3%. Cette déformation a été enlevée pour tracer les courbes de fluage de la Figure 3.33.

Assemblage	R _e (MPa)	R _{p0,2%} (MPa)	R _m (MPa)
BLOC ref.	89	107	282
BLOC A-1	67	94	284
BLOC B-2	102	119	286
BLOC C-2	83	109	282

Tableau 3.11 : Tableau récapitulatif des essais de tractions à 650°C des assemblages soudés-diffusés selon l'orientation TC avec une éprouvette de type fluage ($v_{\text{déf}}=10^{-4}\text{s}^{-1}$).

A l'issue des essais, une rupture prématurée sans présence de cavité de fluage est observée pour le BLOC B-2 après seulement 172h à une contrainte de 180MPa. La rupture est brutale avec un stade de fluage tertiaire très court, Figure 3.33 et un allongement à rupture faible, 8%. Le faciès de rupture est lisse et homogène ce qui est caractéristique d'une rupture sur une jonction soudée-diffusée, Figure 3.34 (a). L'observation d'une coupe transverse de l'éprouvette montre une ouverture en périphérie de celle-ci sur une longueur de 100µm environ, Figure 3.34 (b). Ce phénomène est observé pour chaque interface et uniquement à cet endroit. L'ouverture forme une couronne sur le fût d'éprouvette ce qui augmente la contrainte du fait de la diminution de la section, l'augmentation de la contrainte est de 10% environ pour une ouverture de 100µm. Une fois l'ouverture initiée, la propagation se fait progressivement suivant l'interface jusqu'à rompre brutalement lorsque la contrainte devient trop importante. Le faciès de rupture témoigne de ce mode d'endommagement avec une zone plus oxydée en périphérie de l'éprouvette qu'au cœur, du fait de l'ouverture progressive de l'éprouvette et donc du temps d'exposition plus long à l'atmosphère. Ces deux zones sont délimitées par le trait en pointillé en jaune sur la Figure 3.34 (a).

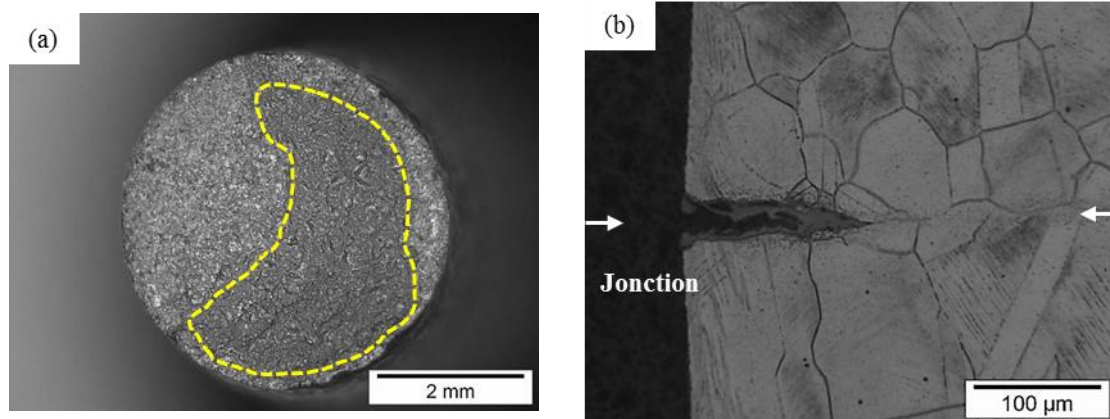


Figure 3.34 : Observations du faciès de rupture à la loupe binoculaire (a) et d'une coupe transverse au MO (b) d'une éprouvette de fluage du BLOC B-2.

Pour les trois autres assemblages, l'allongement à rupture est supérieur à 20% et une forte striction est présente, environ 70%. Ce dernier point se caractérise sur les courbes de fluage, Figure 3.33, par un stade de fluage tertiaire prononcé. Le BLOC A-1 et le BLOC C-2 ont un comportement au fluage semblable avec un temps à rupture de l'ordre de 400h à 180MPa. Le temps à rupture est environ trois fois supérieur pour le BLOC référence. La microstructure hétérogène pour le BLOC A-1 avec notamment la présence de petits grains peut expliquer une rupture plus rapide pour cet assemblage. La vitesse de déformation est en effet inversement proportionnelle à la taille des grains [126]. La fraction

plus importante de joint de grains a pour effet d'augmenter les mécanismes de fluage intergranulaire : glissement, diffusion et naissance des cavités.

Pour ces trois assemblages, la rupture s'est produite hors jonctions, Figure 3.35 (a,c). La présence de jonctions avec un franchissement limité n'est donc pas le point faible de l'assemblage soudé-diffusé même si un temps à rupture plus court est observé pour cet assemblage par rapport à celui du BLOC référence. Plusieurs essais sont nécessaires afin de déterminer si ce phénomène est uniquement un effet statistique ou non.

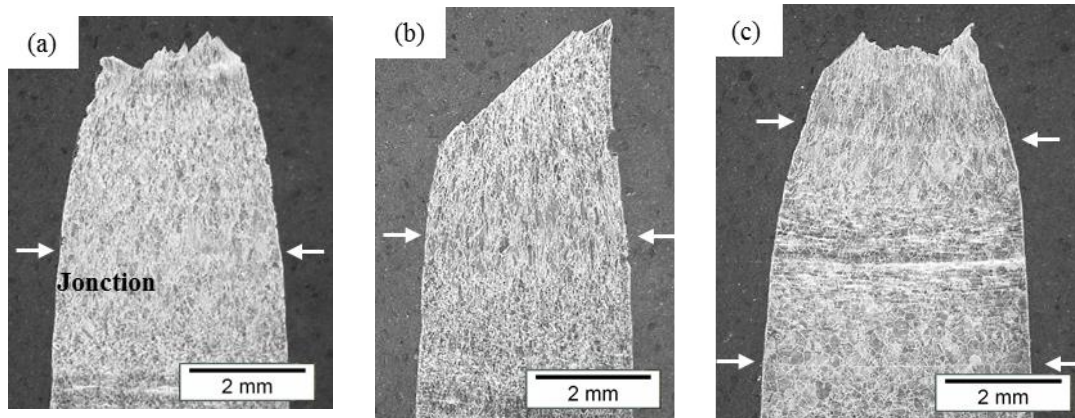


Figure 3.35 : Observations à la loupe binoculaire d'une coupe transverse d'une éprouvette de fluage du BLOC référence (a), du BLOC A-1 (b) et du BLOC C-2 (c).

Des cavités de fluage ont été observées dans les éprouvettes de ces trois assemblages, Figure 3.36 (a). Ces cavités sont cependant rares et de faible taille ce qui témoigne d'un endommagement limité. Aucune présence particulière de cavité de fluage au niveau des jonctions soudées-diffusées n'a été observée pour l'éprouvette du BLOC C-2, Figure 3.36 (b). Ce point confirme que les jonctions peuvent être assimilées à des joints de grains « standard » du matériau. La rupture prématurée du BLOC B-2 provient donc de la présence des oxydes d'aluminium qui sont alignés au niveau des interfaces.

Comme cela est constaté sur la Figure 3.36 (b), la microstructure des assemblages est caractérisée par une précipitation intragranulaire importante du fait du long temps de maintien à 650°C, supérieur à 5000h. Ces précipités n'ont pas été identifiés expérimentalement mais en considérant le diagramme TTT d'un acier 316L (voir Figure 1.3), la présence de carbures de chrome et des différentes phases intermétalliques possibles dans cet acier (phase sigma, phase Chi et phase de Laves) sont envisageables. La présence de ces précipités a effectivement été montrée dans l'étude de Padilha et al. [4] lors d'essais de fluage sur un acier 316L(N). Les différences de comportement en fluage ne sont pas imputables à cette précipitation puisque celle-ci est équivalente dans les différents assemblages.

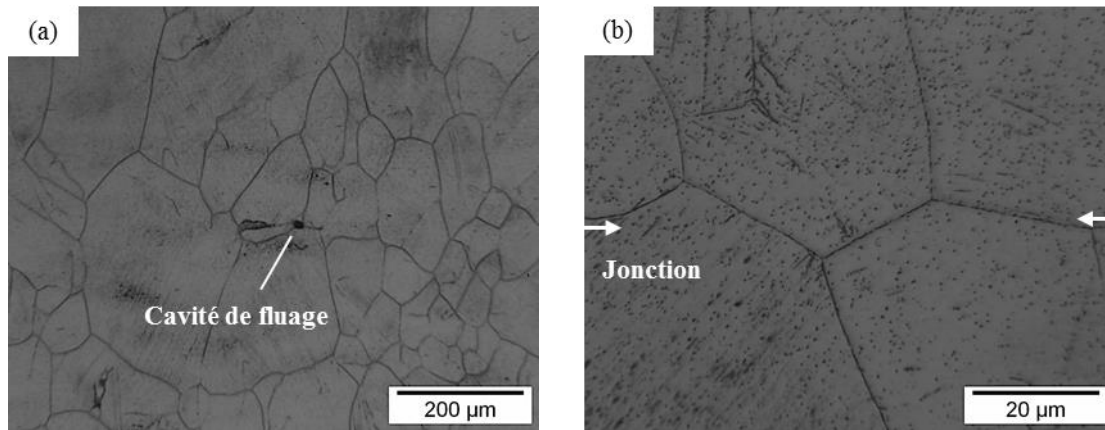


Figure 3.36 : Observations au MO d'une coupe transverse d'une éprouvette de fluage du BLOC C-2 (a,b).

Par rapport au minimum spécifié par le code RCC-MRx, les résultats de cette étude sont bien supérieurs, Figure 3.37. Ces résultats ont été comparés pour une contrainte de 150MPa afin d'être conservatifs. De plus, la fabrication des assemblages par le procédé CIC n'a eu aucun effet sur le comportement en fluage par rapport à un matériau massif avec une taille de grains identique.

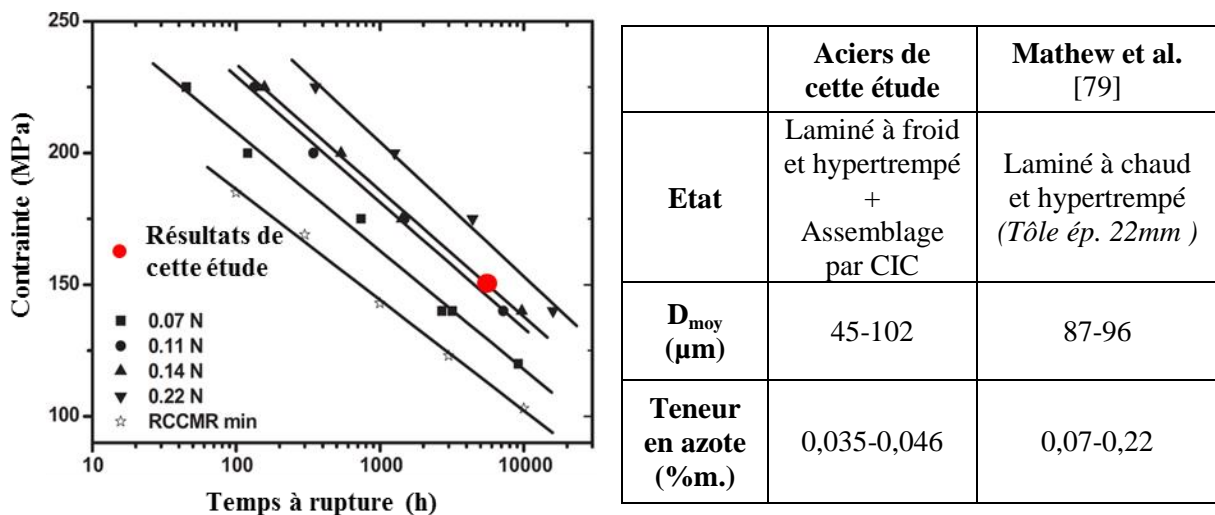


Figure 3.37 : Comparaison du temps à rupture d'un essai de fluage à 650°C du BLOC référence avec les résultats de l'étude de Mathew et al. [79] sur un acier 316L(N) avec différentes concentrations en azote.

IV.4. Synthèse

La nocivité des hétérogénéités de microstructure a été mise en évidence au cours de différents essais mécaniques et les conclusions suivantes peuvent être avancées :

- L'absence de **pores** est le **critère numéro un** à satisfaire afin de garantir des propriétés mécaniques satisfaisantes et, cela, même si le franchissement des interfaces par les joints de grains est avancé.
- Un **franchissement limité des interfaces** mais initié aux points triples est suffisant pour garantir des propriétés mécaniques comparables à celles d'un assemblage complètement homogène à condition que l'interface puisse être considérée comme un joint de grains « standard » du matériau. En effet, lorsque des oxydes d'aluminium sont présents au

niveau des jonctions, une fragilisation de l'assemblage est observée, notamment en fluage. Il faut néanmoins relativiser ce phénomène car les propriétés mécaniques de cet assemblage sont très satisfaisantes et comparables, en traction et en flexion par choc sur éprouvette Charpy, aux propriétés mécaniques d'un assemblage homogène. Il est donc tout à fait envisageable d'utiliser ce type d'assemblage pour un composant ne nécessitant pas de tenue mécanique spécifique au fluage. Ce type d'assemblage peut donc être considéré avec des **caractéristiques globales sans à avoir à affecter un coefficient** de joint malgré un franchissement limité des interfaces.

- Une **hétérogénéité de taille de grains** à l'échelle de l'assemblage ne permet pas de considérer des propriétés mécaniques globales, malgré un franchissement généralisé des interfaces, puisque l'assemblage se comporte comme un **matériau multicouche** selon les zones de taille de grains.
- La présence d'**inclusions** et de leurs **alignements** dans les tôles à l'état de réception est un défaut néfaste pour la tenue mécanique des assemblages et devient le **point faible** des assemblages. Ces alignements d'inclusions sont en effet un site préférentiel de rupture. Ceci est notamment très marqué pour le BLOC C-1 en acier 1.4404 1mm. Les propriétés mécaniques de cet assemblage sont décevantes en regard de l'homogénéité et la finesse de la microstructure. L'élimination des alignements d'inclusions dans les tôles à l'état de réception est finalement un critère plus important que l'obtention d'un franchissement généralisé des interfaces pour obtenir des propriétés mécaniques satisfaisantes.

Ces différents essais ont également permis de déterminer quel essai est le plus discriminant pour tester des assemblages soudés-diffusés. Les essais de traction lisse axisymétrique ne sont pas suffisants pour tester la tenue mécanique d'un assemblage soudé-diffusé. En effet dans la plupart des cas, la rupture est très ductile et hors jonction. Seules les jonctions très fragiles sont identifiées. Les essais de flexion par choc sur éprouvette Charpy permettent de localiser l'endommagement au joint rendant cet essai plus discriminant. La réalisation des essais à basse température permet d'accentuer ce phénomène. Les essais de fluage sont également très discriminants et permettent de solliciter l'ensemble de l'assemblage. Ces essais sont cependant très longs par rapport à un essai de flexion par choc sur éprouvette Charpy qui prend seulement quelques secondes.

V. Conclusions

A l'issue des caractérisations métallurgique et mécanique des assemblages soudés-diffusés, les paramètres clés de la formation d'une interface ont été identifiés. L'obtention d'un assemblage de qualité passe par le contrôle des paramètres « procédés » mais également par l'optimisation du matériau à souder pour le procédé de soudage par diffusion. Un certain nombre de recommandations peuvent être données pour l'approvisionnement de tôles spécifiques pour ce procédé. Ces caractéristiques peuvent être classées comme suit :

- **Caractéristiques de surface**
 - Etat de surface 2B ou PE,
 - Composition chimique de la surface sans oxydes stables tels que des oxydes d'aluminium et/ou de titane par exemple.

- **Caractéristiques de volume**

- Eviter la présence d'éléments ségrégeant aux joints de grains et/ou en surface dans la composition chimique de la nuance telle que le titane³ et/ou l'aluminium [83],
- Réduire le taux inclusionnaire et notamment les alignements,
- Taille de grains homogène et fine.

Ces recommandations sont, bien entendu, non exhaustives et peuvent être applicables à d'autres nuances qu'à celles des aciers de l'étude.

Ces résultats sont riches de renseignements pour la compréhension de la formation d'une interface au cours du procédé de soudage par diffusion. Une information est cependant manquante pour une compréhension globale du phénomène. En effet, jusqu'à présent, seuls l'état de départ et l'état final ont été étudiés et cela ne permet pas d'accéder aux mécanismes et à la cinétique de formation des interfaces. Ce point est traité dans le chapitre suivant par l'intermédiaire d'assemblages par CIC interrompues et de modélisations numériques.

³ Des résultats complémentaires sont présentés en détail dans l'Annexe E.

Chapitre 4 : Formation d'une interface lors du procédé de soudage par diffusion CIC

I. Introduction	120
II. Processus de formation d'une interface soudée-diffusée	120
II.1. Mise en contact	121
II.2. Elimination des pores et des impuretés	123
II.3. Franchissement des interfaces	125
II.3.1. Amorçage	125
II.3.2. Généralisation	128
III. Etude de la cinétique de croissance des grains.....	130
III.1. Microstructure globale	130
III.2. Microstructure locale	134
IV. Modélisation du procédé de soudage par diffusion CIC	137
IV.1. Modèle de croissance des grains	137
IV.1.1. Généralités	137
IV.1.2. Méthode Level-Set	138
IV.1.3. Hypothèses de simulation.....	141
IV.2. Résultats préliminaires	141
IV.3. Discussion autour de la notion de franchissement.....	144
V. Conclusions	147

I. Introduction

Dans le chapitre précédent, l'étude paramétrique du procédé de soudage par diffusion a permis de déterminer les paramètres clés de la formation d'une interface.

Pour enrichir et compléter ces résultats, ce dernier chapitre est consacré spécifiquement à l'identification des différentes étapes de formation d'une interface au cours du procédé de soudage par diffusion. Les mécanismes physiques et la cinétique de formation d'une interface soudée-diffusée sont présentés et discutés. Jusqu'à présent seuls des cycles dits « complets », c'est-à-dire avec un temps de maintien en température et pression long (typiquement 3h pour le cas de l'étude), ont été réalisés. Ce type de cycle peut « gommer » certains phénomènes apparaissant en début de cycle de soudage notamment. Afin de pallier ce problème, des assemblages par CIC interrompus sont utilisés. L'intérêt d'une approche par la simulation numérique est finalement discuté et des résultats préliminaires sont présentés pour un cas simplifié.

II. Processus de formation d'une interface soudée-diffusée

La formation d'une interface au cours du procédé de soudage par diffusion est étudiée en utilisant les tôles en acier 1.4404 2B. D'autres états de surface que celui-ci sont également utilisés afin d'argumenter la discussion. A partir du cycle référence de l'étude (1100°C/3h/100MPa), des assemblages interrompus, au nombre de cinq, sont réalisés. Les cycles de CIC ont été interrompus aussi bien dans la montée que pendant le palier de température et de pression, Tableau 4.1. Le refroidissement est suffisamment rapide, supérieur à 2000°C/h entre 1100 et 400°C, afin de s'assurer qu'aucune évolution de microstructure (croissance des grains, franchissement et précipitation) n'intervienne durant cette étape. La microstructure (porosité, taille de grains et taux de franchissement) de ces assemblages est étudiée ainsi que leurs propriétés mécaniques. En ce qui concerne les essais mécaniques, seuls des essais de flexion par choc sur éprouvette Charpy ont été réalisés puisque ce type d'essai est rapide et relativement discriminant. Ces essais ont principalement été utilisés afin de mettre en évidence l'avancement de l'élimination des pores au cours du procédé de soudage par diffusion.

Temps (min)	Interruption
210	Montée en température à 980°C et pression à 87MPa
222	Montée en température à 1040°C et pression à 94MPa
242	Début de palier à 1100°C/100MPa
257	15min à 1100°C/100MPa
302	60min à 1100°C/100MPa
442	180min à 1100°C/100MPa (Cycle complet – BLOC référence)

Tableau 4.1 : Tableau récapitulatif des assemblages CIC interrompus.

Les résultats (taille de grains, taux de franchissement et résilience KV) sont synthétisés sur la Figure 4.1. Ces caractéristiques n_i sont tracées sous la forme d'un avancement, le point final $n_{i,f}$ étant la microstructure et les propriétés mécaniques de l'assemblage issu du cycle complet de CIC (BLOC référence). Le point initial $n_{i,0}$ correspond aux caractéristiques des tôles avant assemblage. Pour ce point, le taux de franchissement est donc nul ainsi que l'énergie absorbée KV. Les points expérimentaux ont été reliés sur la Figure 4.1 afin de faciliter la visualisation.

Ce type de figure permet d'avoir une vue globale de l'évolution de la microstructure et de la tenue mécanique lors du procédé de soudage par diffusion. La taille de grains au niveau des interfaces est considérée puisque ce sont ces grains qui participent au franchissement des interfaces soudées-diffusées. A noter que la discussion qui suit est tirée de résultats issus de cycles couplés pression/température, les conclusions qui en découlent sont donc uniquement valables pour ce type de cycle.

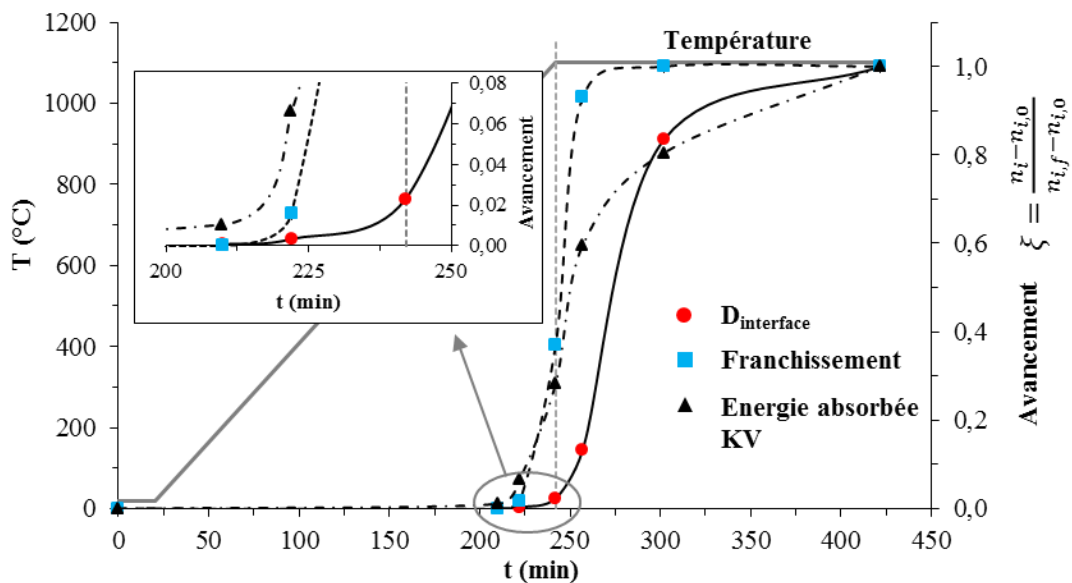


Figure 4.1 : Evolution de la taille des grains au niveau des jonctions soudées-diffusées, du franchissement et de la tenue à la résilience au cours d'un cycle de soudage par diffusion (1100°C/3h/100MPa) de l'acier 1.4404 2B.

A partir de la Figure 4.1 et des observations métallographiques, le processus de formation d'une interface au cours du procédé de soudage par diffusion peut être décrit en trois étapes :

- La mise en contact des surfaces,
- L'élimination des pores et des impuretés,
- Le franchissement des interfaces soudées-diffusées.

Le deuxième phénomène ne constitue pas réellement une étape en soi puisque l'élimination des pores et des impuretés se fait d'une manière continue au cours des deux autres processus.

II.1. Mise en contact

La première étape se caractérise par une **mise en contact « intime » des tôles** par des mécanismes de déformation plastique et viscoplastique sous l'effet conjugué de la pression et de la température. A ce stade, des pores grossiers sous forme de bandes de 10µm de longueur et 0,5µm d'épaisseur peuvent être observés au niveau des jonctions soudées-diffusées, Figure 4.2 (a). Comme précédemment, la

taille des pores n'est donnée qu'à titre indicatif car la procédure de polissage mécanique augmente artificiellement leur taille. Ceci est vrai pour l'ensemble des observations qui suivent. L'assemblage est tout de même suffisamment robuste pour permettre d'usiner des éprouvettes Charpy. La tenue mécanique reste cependant très faible avec une énergie absorbée de 3 ± 1 J. Certains pores ont de plus une forme atypique de « cintre » témoignant de l'état de surface des tôles avant assemblage. Cette forme est en effet caractéristique de l'aspect creusé des joints de grains en surface des tôles avant assemblage (voir Figure 2.13).

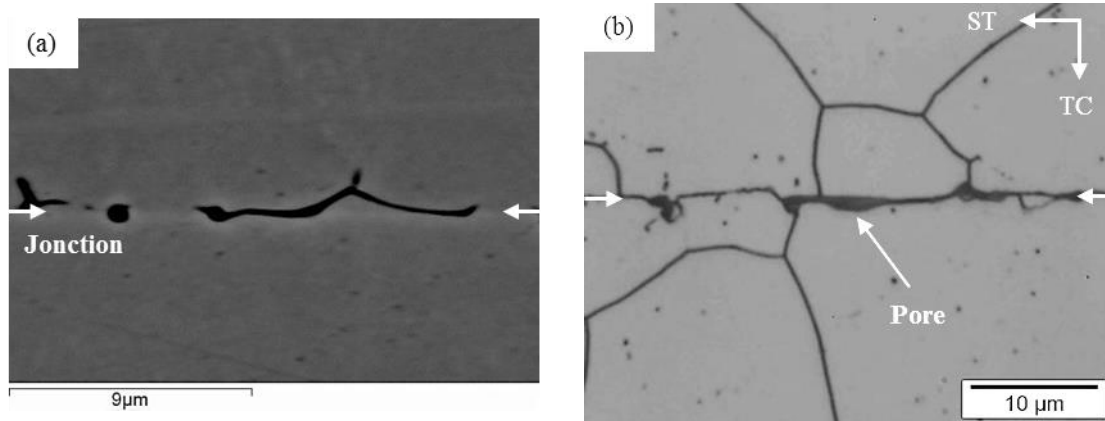


Figure 4.2 : Observations au MEB en mode ER (a) et au MO (b) dans le plan ST-TC d'une jonction soudée-diffusée en acier 1.4404 2B après un cycle de CIC interrompu dans la montée en température à 980°C.

Cette étape est atteinte rapidement au cours du cycle de soudage par diffusion, pendant la montée en température et en pression, du fait de l'utilisation d'une forte pression de soudage. Pour un cycle de CIC donné, cette étape sera atteinte d'autant plus rapidement que la rugosité des tôles sera faible [42–44]. Ce point est vérifié expérimentalement lors d'assemblage de tôles en acier 1.4404 avec un état de surface PE, Figure 4.3 (a,b). La mise en contact « intime » des tôles a été plus rapide puisque le processus d'élimination des pores est plus avancé. Les pores ont principalement une forme sphérique de diamètre $0,3 \mu\text{m}$ environ. La différence de topologie entre ces deux états de surface est clairement visible en comparant ces deux figures. La jonction est parfaitement rectiligne pour un état de surface PE alors que pour un état de surface 2B, elle est irrégulière.

A ce stade aucun franchissement n'est encore observé et cela, quel que soit l'état de surface (2B ou PE), Figure 4.2 (b) et Figure 4.3 (b). Les joints de grains forment uniquement des points triples avec les jonctions soudées-diffusées. La taille des grains n'a par ailleurs pas encore évolué par rapport à l'état avant assemblage. Le nombre de points triples formés avec la jonction correspond au nombre de joints de grains débouchant à la surface des tôles avant assemblage. Ce premier stade correspond finalement à l'étape d'accostage définie par Bienvenu [18].

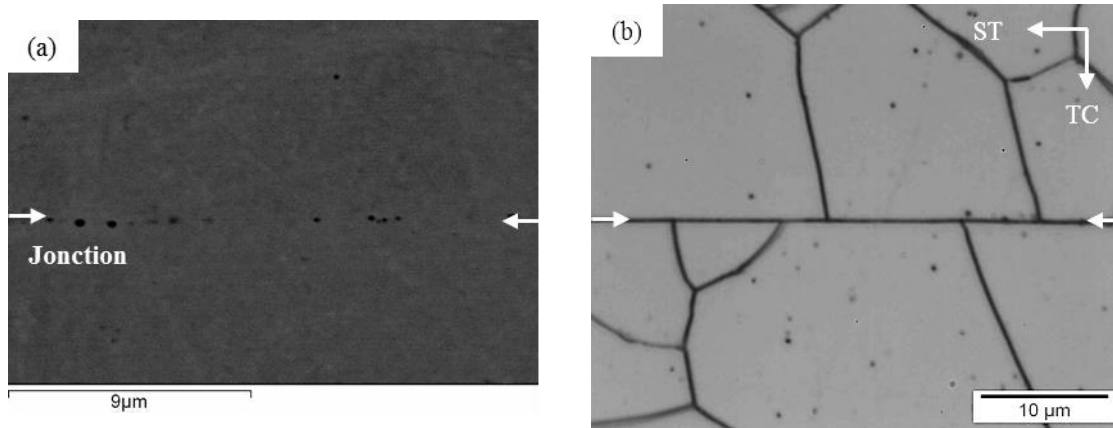


Figure 4.3 : Observations au MEB en mode ER (a) et au MO (b) dans le plan ST-TC d'une jonction soudée-diffusée en acier 1.4404 PE après un cycle de CIC interrompu dans la montée en température à 980°C.

II.2. *Élimination des pores et des impuretés*

L'élimination des pores et des impuretés se fait de manière continue au cours du procédé de soudage par diffusion. Ces « défauts » ont donc uniquement un effet transitoire sur le déplacement des joints de grains sauf si les impuretés sont de nature exogène telle que des particules de sablage, Figure 4.4. Dans ce cas, les impuretés ne sont pas dissoutes ou que partiellement au cours du cycle de soudage par diffusion. Ces différentes sources d'hétérogénéités peuvent être rencontrées lorsque le procédé de soudage par diffusion au sens large, c'est-à-dire la préparation des surfaces des tôles et le cycle de CIC, n'est pas adapté à l'état de surface (rugosité et couche d'oxyde) du matériau à souder.

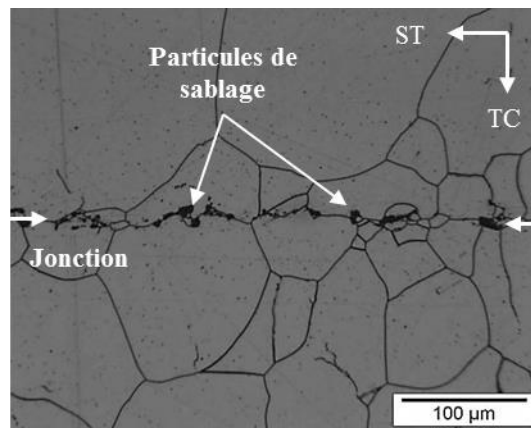


Figure 4.4 : Observation au MO dans le plan ST-TC d'une jonction soudée-diffusée en acier 1.4404 avec un état de surface sablé (Cycle de CIC : 1100°C/100MPa/3h).

L'utilisation d'une forte pression (100MPa) et d'une température élevée (1100°C) de soudage permet une élimination rapide des pores au cours du cycle de soudage par diffusion. Ce n'est, par exemple, pas le cas lorsque la pression de soudage est basse (10MPa), BLOC A-2. Des pores sont en effet encore présents malgré l'utilisation d'une température élevée (1100°C) pendant un temps de maintien de 3h. A ce stade, les pores sont principalement éliminés par des mécanismes diffusifs qui demandent du temps pour avoir une action significative. La cinétique d'élimination des pores sera d'autant plus réduite que la pression et la température de soudage seront faibles et également lorsque les pores se retrouvent isolés à l'intérieur d'un grain.

La cinétique rapide d'élimination des pores est confirmée par les essais de flexion par choc sur éprouvette Charpy, Figure 4.1 et Figure 4.5 (a-f). La tenue mécanique des jonctions soudées-diffusées augmente en effet très rapidement au cours du cycle de soudage par diffusion. Au début du palier de soudage, les faciès de rupture des éprouvettes sont d'ores et déjà caractérisés par des arrachements, Figure 4.5 (c), qui sont de plus en plus nombreux au cours de l'avancement du cycle de CIC. L'énergie absorbée dépasse 170J dès 15min de palier à 1100°C/100MPa mais des zones lisses caractéristiques d'une rupture à l'interface sont encore visibles, Figure 4.5 (d). Au bout de 1h de palier à 1100°C/100MPa, le faciès de rupture est caractéristique d'une rupture initiée sur des alignements d'inclusions, Figure 4.5 (e). La différence de propriétés mécaniques constatée entre cet assemblage et le BLOC référence (KV>300J) n'est pas significative du fait de l'hétérogénéité des alignements d'inclusions d'une tôle à une autre, Annexe D.

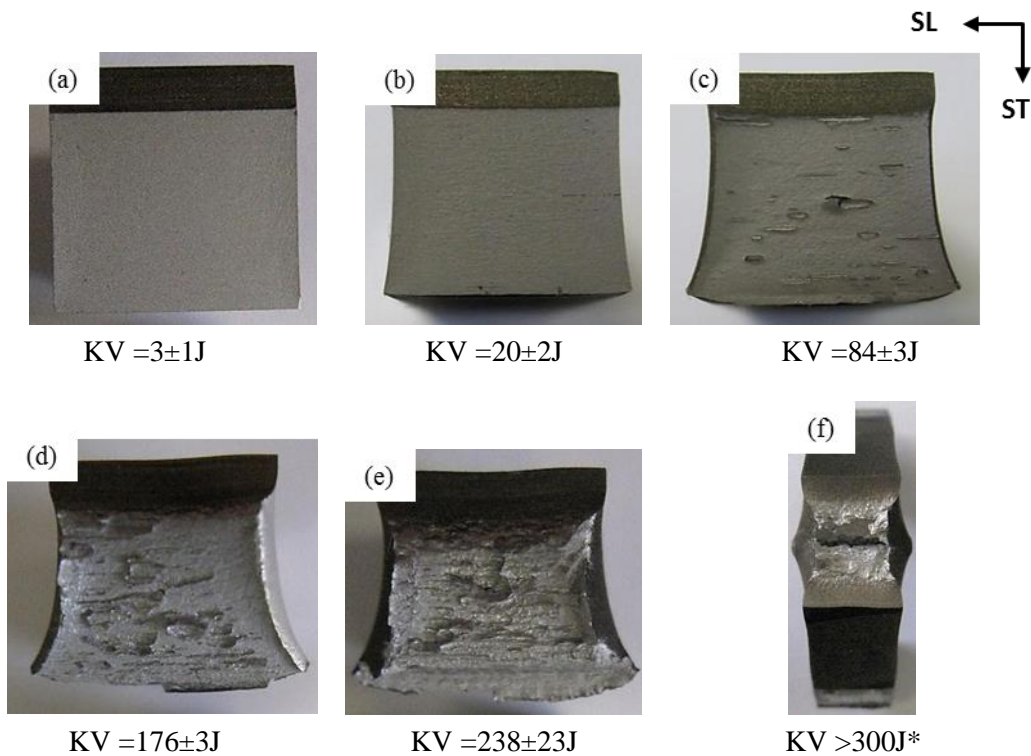


Figure 4.5 : Photos d'un faciès de rupture d'une éprouvette sollicitée selon l'orientation ST après des cycles de CIC interrompus dans la montée en température à 980°C (a), à 1040°C (b), au début du palier (c), à 15min (d), 60 min (e) et 180min (f) à 1100°C/100MPa. (*) Valeur par défaut (La capacité limite du mouton pendule est de 300J).

Les impuretés au niveau des jonctions soudées-diffusées peuvent se caractériser par la présence de particules exogènes et/ou d'une couche d'oxyde. Cette dernière peut être présente avant assemblage, couche d'oxyde natif de l'acier, et/ou apparaître au cours du procédé de soudage par diffusion lorsque l'atmosphère de soudage n'est pas exempte d'espèces oxygénées [46]. La présence d'une précipitation intervenant au cours du procédé de soudage est également un facteur d'hétérogénéité aux interfaces soudées-diffusées (BLOC B-2). Ce cas est traité ultérieurement.

La couche d'oxyde natif des tôles avec un état de surface 2B n'est pas un point rédhibitoire pour la formation des interfaces du fait de sa faible épaisseur (une dizaine de nanomètres) et de sa composition chimique (oxyde mixte de chrome et de fer). Sa faible plasticité lui permet de se fragmenter en raison de la rugosité des tôles, coalescer et/ou se dissoudre dans la matrice au cours du

procédé de soudage par diffusion. Dans le cadre de cette étude, ce phénomène semble être du second ordre par rapport à l'élimination des pores et leurs effets.

II.3. Franchissement des interfaces

Après la première étape, l'interface est grossièrement rectiligne où le long de celle-ci sont encore dispersés des pores et des impuretés. L'élimination de l'interface va alors se produire par croissance des grains au travers de cette dernière. Le franchissement peut être décrit en deux étapes : amorçage et généralisation à l'ensemble de la structure.

II.3.1. Amorçage

Le **franchissement des interfaces est initié** par les **points triples** au niveau des jonctions soudées-diffusées, Figure 4.6 (a). Ces points triples peuvent donc être vus comme des **germes** pour le franchissement des interfaces. Ce franchissement n'est cependant pas associé à une modification significative de la taille moyenne des grains, Figure 4.1, mais plutôt à un réarrangement local de la structure. Le terme de « croissance locale » peut également être utilisé puisque la pression motrice pour le mouvement des joints de grains provient de leur courbure locale. Ce premier stade de franchissement est observé pendant la montée en température et en pression dès 1040°C avant même d'atteindre la température et la pression de soudage. La question de l'influence du chemin suivi pour atteindre le palier en température et en pression est donc importante. A ce jour, la question reste ouverte et ce point est une perspective à court terme de l'étude.

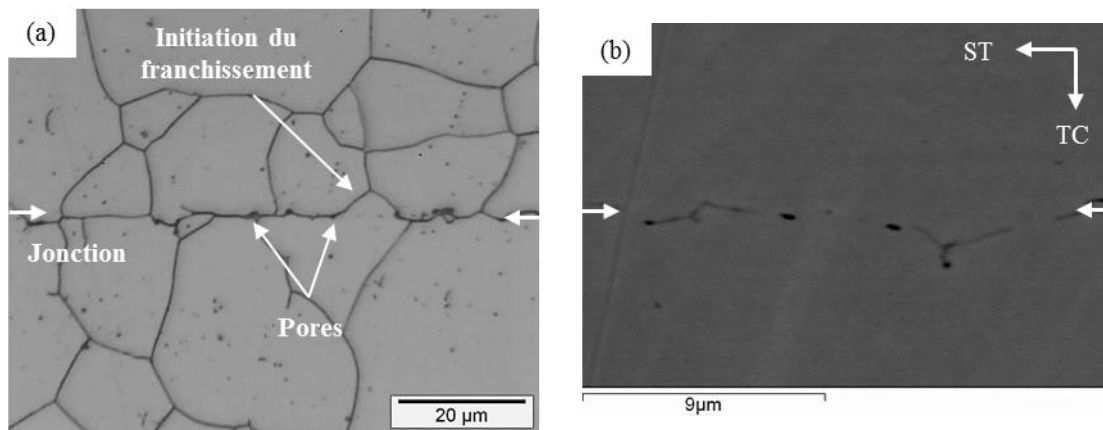


Figure 4.6 : Observations au MO (a) et au MEB en mode ER (b) dans le plan ST-TC d'une jonction soudée-diffusée en acier 1.4404 2B après un cycle de CIC interrompu dans la montée en température à 1040°C.

L'amorçage du franchissement aux points triples peut être expliqué par l'équation de Young [84], Équation 4.1.

$$\frac{\gamma_1}{\sin \theta_1} = \frac{\gamma_2}{\sin \theta_2} = \frac{\gamma_3}{\sin \theta_3} \quad \text{Équation 4.1}$$

avec γ l'énergie des joints de grains et θ l'angle entre deux joints de grains. D'après la relation de Read et Shockley [86], l'énergie d'un joint de grains dépend uniquement de l'angle de désorientation entre deux grains pour un matériau donné. Les aciers de l'étude étant isotropes, l'énergie des joints de grains peut donc être considérée comme constante ($\gamma_1 = \gamma_2 = \gamma_3 = \gamma$) impliquant des angles d'équilibre aux points triples de 120°. Une jonction type T comme schématisée sur la Figure 4.7 (a) est donc fortement

hors équilibre. Ce type de jonction n'est normalement pas observable dans un acier, pour des joints de grains isotropes, mais cela le devient au niveau des jonctions soudées-diffusées du fait du procédé d'assemblage. La minimisation de l'énergie d'un tel système va alors s'effectuer en obtenant des angles de 120° au point triple, engendrant un franchissement local, Figure 4.7 (b), sans pour autant affecter le reste de la structure du fait de « l'excès d'énergie » à ce point.

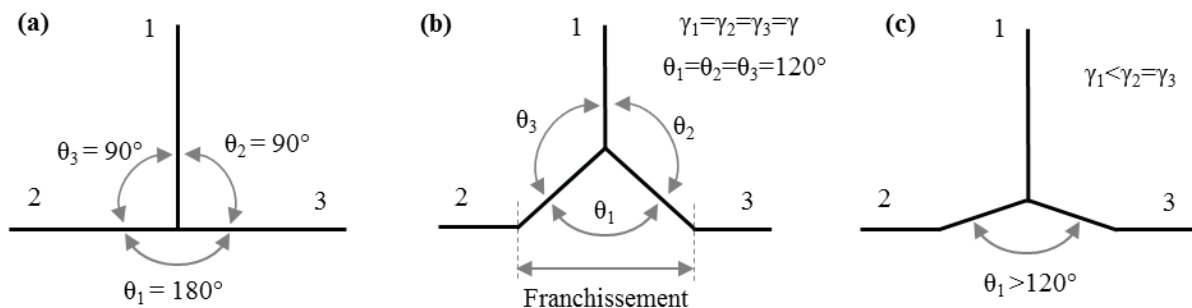


Figure 4.7 : Jonction de type T (a) et influence de l'énergie des joints sur les angles d'équilibre au point triple (b,c).

Le taux de franchissement associé pour maintenir l'équilibre d'un tel système peut être obtenu théoriquement, c'est-à-dire dans le cas d'une croissance de grains pure par capillarité, selon le modèle analytique de Garcke et al. [127]. Ce modèle est détaillé en Annexe F. Un décrochement h et un taux de franchissement sont associés au déplacement des joints de grains pour obtenir des angles de 120° au point triple, Figure 4.8. D'après ce modèle, le franchissement est égal au diamètre du grain D puisque la hauteur de décrochement h est supérieure au critère de l'étude ($2\mu\text{m}$), Figure 4.8. Cependant, en pratique, ce taux de franchissement n'est pas observé puisque des effets de traînage sur la migration du joint d'interface sont observés, Figure 4.6 (a,b).

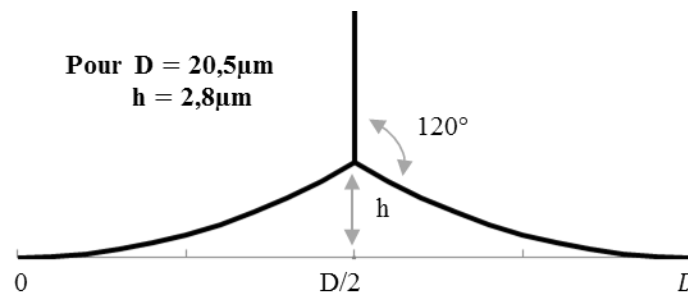


Figure 4.8 : Minimisation d'une jonction de type T par le mouvement des joints de grains.

La cinétique associée à la migration de ce type de système est très élevée dans les premiers instants [127], environ 3 fois supérieure à celle obtenue une fois le point triple à l'équilibre. La cinétique de migration des joints de grains ralentit ensuite au fur et à mesure que les angles du point triple se rapprochent de 120° pour finalement atteindre une cinétique de déplacement constante en fonction du temps.

L'énergie des joints de grains de l'acier de l'étude est isotrope mais la microstructure est également caractérisée par la présence importante de plans de macles mécaniques et thermiques, Figure 4.9 (a). Les plans de macle ont une énergie de joints de grains nettement inférieure à un joint de grains « normal » d'un acier (voir Tableau 2.10). L'angle formé au niveau de l'interface est donc supérieur à 120° , Figure 4.7 (c). Dans ce cas précis, l'angle d'équilibre entre un plan de macle et l'interface est compris entre 165° et 180° selon le type de plan de macle (cohérente ou incohérente). Ce

point est en effet vérifié expérimentalement, Figure 4.9 (b). La présence des plans de macles dans la structure de l'acier ne participe donc pas au franchissement des interfaces. Il est cependant délicat d'affirmer ou d'infirmer à ce stade si les plans de macles ont un effet néfaste sur le franchissement des interfaces.

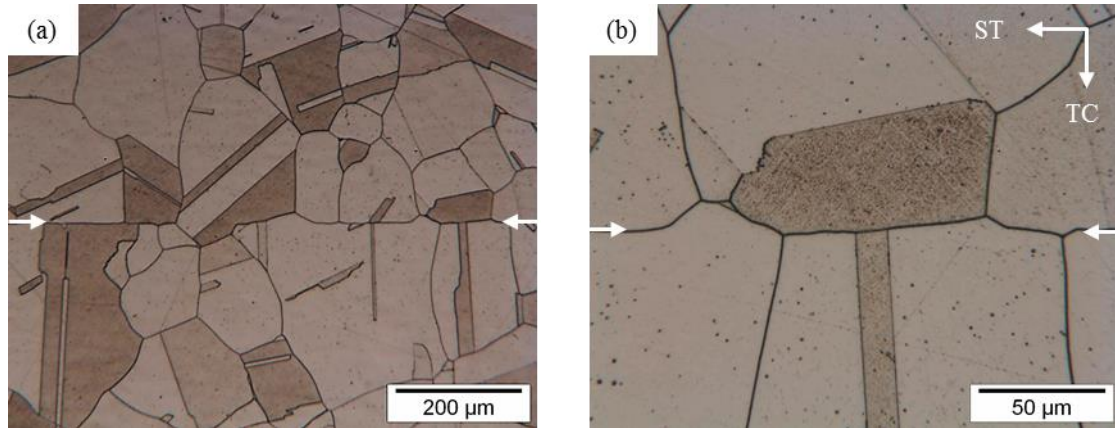


Figure 4.9 : Observations au MO dans le plan ST-TC d'une jonction soudée-diffusée du BLOC C-2 (a,b) : mise en évidence des plans de macle de la microstructure.

Dans certains cas, un franchissement initié en dehors d'un point triple peut également être observé, Figure 4.10 (a). Deux hypothèses peuvent être avancées pour expliquer ce phénomène :

- Un léger écrouissage de surface avant assemblage peut entraîner une migration des joints de grains du grain le moins déformé vers le grain le plus déformé.
- Une légère courbure du joint de grains à la jonction peut être créée « artificiellement » en raison de la rugosité des tôles, bien que celle-ci soit faible ($S_a=229\text{nm}$). La migration des joints de grains peut alors se produire selon la pression motrice apportée par cette courbure.

Lors d'assemblages CIC interrompus de tôles en acier 1.4404 PE, ce phénomène n'a jamais été observé confirmant ainsi les deux premières hypothèses, Figure 4.10 (b). La présence d'un effet 3D est donc peu probable.

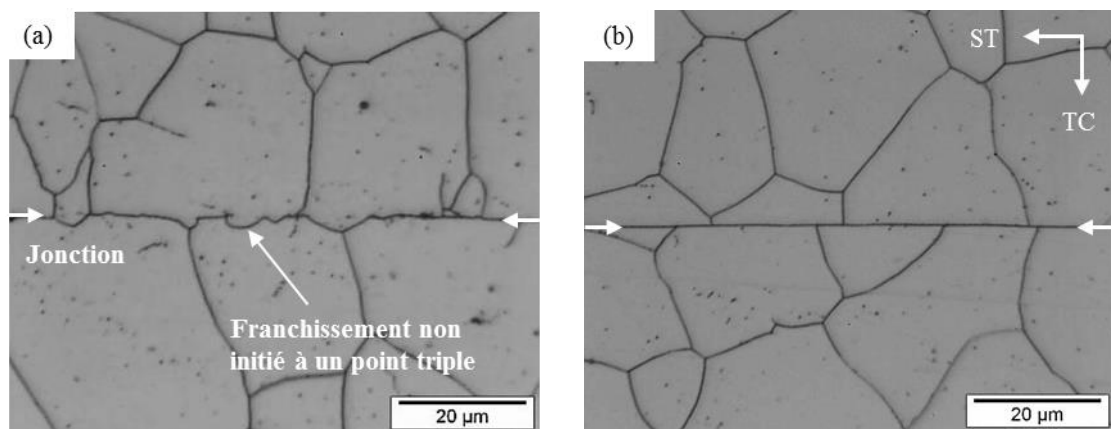


Figure 4.10 : Observations au MO dans le plan ST-TC d'une jonction soudée-diffusée en acier 1.4404 avec un état de surface 2B (a) et PE (b) après un cycle de CIC interrompu dans la montée en température à 1040°C.

Le stade d'amorçage du franchissement aux points triples pour cet état de surface (PE) intervient plus tardivement au cours du cycle de soudage par diffusion malgré une élimination plus rapide des pores. Le polissage électrolytique enlève l'épaisseur d'un grain (environ 20µm) en surface des tôles ce qui a pour effet d'obtenir, d'une part, une microstructure de surface non affectée par le processus de fabrication des tôles et, d'autre part, de diminuer la rugosité.

Comme cela a été dit auparavant, la composition chimique de la surface des tôles avec les états de surface 2B et PE est similaire (voir Chapitre 3 § III.4.). De plus, l'obtention d'un état de surface PE peut être apparentée à une « coupe » de la surface, les orientations des joints de grains débouchant en surface peuvent donc être différentes de celles des joints de grains d'un acier préparé avec un état de surface 2B, ceci pouvant avoir un effet bénéfique ou non sur le franchissement des interfaces. Aucune distinction nette n'a cependant été observée entre les états de surface PE et 2B sur la distribution des angles débouchant en surface des tôles. Les résultats sont présentés en Annexe G. Ces deux effets ne permettent donc pas d'expliquer l'amorçage du franchissement plus rapide pour un état de surface 2B.

La rugosité des tôles est responsable de ce phénomène. La rugosité, tant que celle-ci reste modérée (de l'ordre de la centaine de nanomètres), a deux effets bénéfiques pour le franchissement des interfaces. Outre l'aspect cité précédemment, la rugosité permet de fragmenter plus facilement la couche d'oxyde et donc de faciliter sa dissolution. Ces différents aspects sont cependant limités au stade d'amorçage du franchissement et ne participent que faiblement au franchissement global des interfaces. Le comportement en température (taille de grains moyenne et taux de franchissement) est ensuite équivalent pour ces deux états de surface.

II.3.2. Généralisation

Le **franchissement** des interfaces soudées-diffusées **se généralise** ensuite au travers de la **croissance des grains** de la structure, Figure 4.11 (a,b). Les processus d'élimination des pores et/ou des impuretés ne sont pas pour autant terminés et ces « défauts » peuvent ralentir le franchissement des interfaces par les joints de grains. Cet effet a notamment été montré lors des observations métallographiques du BLOC A-2 (voir Figure 3.11).

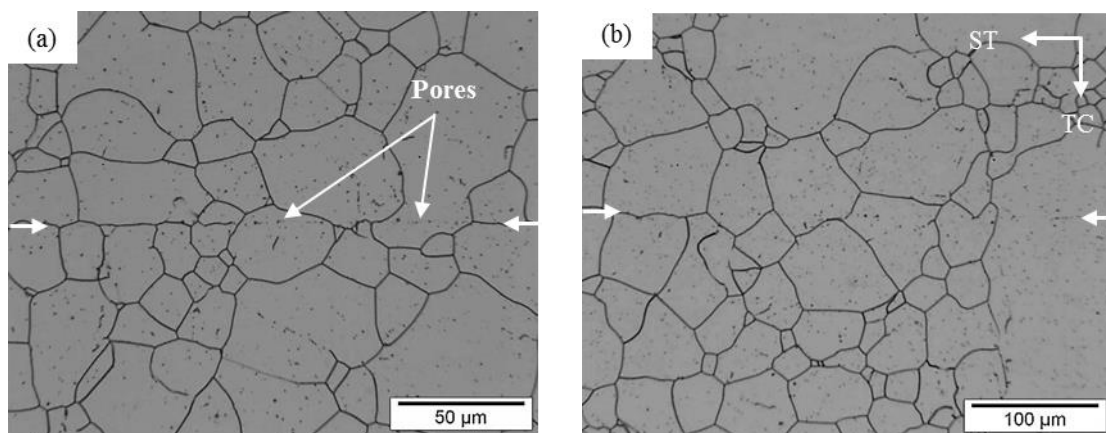


Figure 4.11 : Observations au MO dans le plan ST-TC d'une jonction soudée-diffusée en acier 1.4404 2B après un cycle de CIC interrompu en début de palier (a) et au bout de 15min de palier (b). Les micrographies ont été prises avec un grossissement différent.

Pour le cycle de CIC (1100°C/100MPa) et le matériau (1.4404 2B) étudiés, l'élimination des pores et des impuretés se font rapidement au cours du cycle de soudage par diffusion. Lorsque les jonctions

sont en majeure partie débarrassées de ces « défauts », la croissance des grains débute tout juste dans le matériau, celle-ci se produit alors au travers des jonctions soudées-diffusées. Une augmentation de seulement 10% de la taille des grains par rapport à celle avant assemblage permet d'obtenir un taux de franchissement de 40% et ceci dès le début de palier en température et en pression, Figure 4.11 (a), malgré la présence de pores. Ces « défauts » ne sont donc pas un obstacle définitif pour le déplacement des joints de grains. Ce point est vérifié à condition que la cinétique de croissance de grains soit suffisamment élevée [29] : ceci est notamment le cas dans les premiers stades de croissance de grains lorsque la taille des grains est encore faible. Un franchissement généralisé des interfaces est finalement obtenu entre 15 et 60 minutes de palier à 1100°C/100MPa. La cinétique de franchissement semble être ralentie, Figure 4.1, dans les derniers pourcents mais cela provient uniquement d'un effet visuel. La cinétique de croissance des grains est en effet très rapide ce qui laisse envisager l'obtention d'un taux de franchissement global peu après 15min de palier. Entre 15 et 60min de palier, la taille de grains moyenne au niveau des interfaces a augmenté de 33 à 96µm de diamètre.

Lorsque le freinage est trop important au niveau des interfaces ou que l'interface est libérée des « défauts » trop tardivement au cours du cycle de soudage par diffusion, la migration des joints de grains ne peut alors pas se produire au travers de l'interface (voir Figure 4.4) ou au risque d'une croissance exagérée des grains puisque le processus de croissance des grains sera déjà bien avancé. Ce point conforte le besoin de découpler dans le temps les processus d'élimination des « défauts » aux interfaces et la croissance des grains. Dans certaines conditions, le mécanisme de freinage s'amplifie au cours du procédé de soudage par diffusion. C'est notamment le cas pour les tôles en acier 1.4404 2R où les précipités d'alumine se forment au fil de l'avancement du cycle de CIC limitant ainsi la croissance des grains à travers les interfaces, Figure 4.12 (a,b).

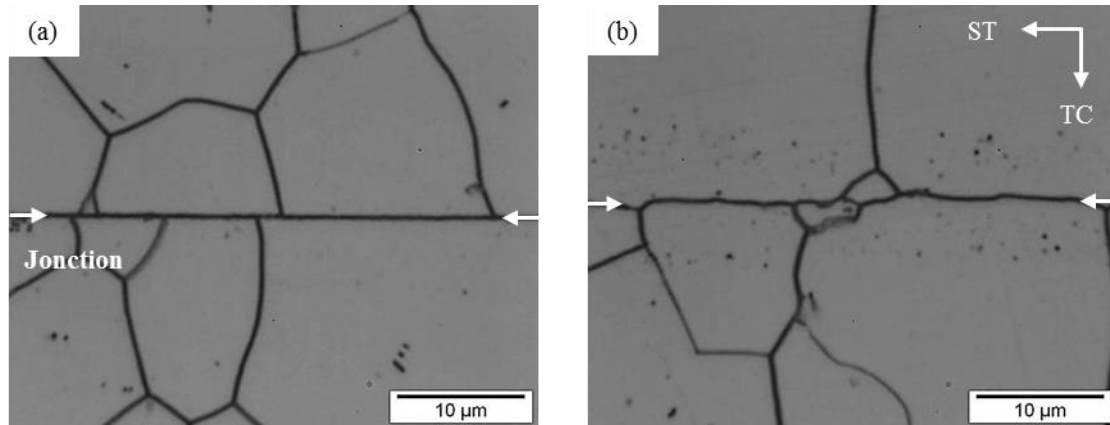


Figure 4.12 : Observations au MO dans le plan ST-TC d'une jonction soudée-diffusée en acier 1.4404 2R après un cycle de CIC interrompu dans la montée en température à 980°C (a) et au début de palier à 1100°C/100MPa (b).

Le phénomène de franchissement des interfaces peut finalement être vu comme un processus de germination-croissance où les germes sont les points triples aux jonctions soudées-diffusées. Il n'est cependant pas possible d'assimiler l'évolution du franchissement des interfaces (Figure 4.1) à une loi du type de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) [128] puisque cette loi, Équation 4.2, est basée sur plusieurs hypothèses non satisfaites dans ce cas d'étude. Le processus de franchissement des interfaces est notamment une transformation anisotherme.

$$Y(t) = 1 - \exp(-Kt^n)$$

Équation 4.2

avec K une constante globale de vitesse de la transformation dans laquelle figurent les différents facteurs intervenant dans les processus de germination et de croissance et n l'exposant d'Avrami qui varie de 1 à 4 suivant le type de transformation.

III. Etude de la cinétique de croissance des grains

Plusieurs phénomènes apparaissent en simultané au cours du procédé de soudage par diffusion dont certains jouent le rôle de frein pour le franchissement, c'est la présence de pores et d'impuretés, et d'autre de moteur, c'est la croissance des grains. Lorsque les phénomènes de frein sont limités, l'obtention d'une microstructure homogène à l'échelle de la pièce n'est obtenue que si la croissance des grains est suffisante. Ce point a notamment été mis en évidence lorsque les tôles ont été pré-traitées thermiquement avant soudage, BLOC C-2. La cinétique de croissance des grains est donc un paramètre important à maîtriser lors de la formation d'une interface soudée-diffusée. Ce point est étudié afin de déterminer la croissance de grains nécessaire et suffisante pour obtenir un franchissement généralisé. La cinétique de croissance des grains doit également être contrôlée afin de conserver une microstructure fine. Ce point est cependant antinomique avec le précédent. La possibilité d'une croissance locale au niveau des interfaces pourrait finalement être une solution qui devrait satisfaire ces deux exigences.

Expérimentalement, l'utilisation d'un cycle haute pression (100MPa) et d'un état de surface 2B ou PE permet de limiter l'impact des phénomènes freinant la formation des interfaces. L'influence de la cinétique de croissance des grains peut donc être étudiée spécifiquement. La croissance des grains est régie selon l'Équation 2.7 (Chapitre 2 § III.2.1.). Cette cinétique peut donc être modifiée (accélérée ou ralentie) en jouant sur la mobilité m des joints de grains et/ou sur la pression motrice P pour la migration des joints de grains, via les paramètres suivants :

- Le matériau (m),
- La taille de grains initiale des tôles (P),
- L'écrouissage de surface (P).

Les deux premiers points affectent l'ensemble de la microstructure de la pièce alors que le dernier point a un effet uniquement au niveau des jonctions soudées-diffusées. Les avantages et inconvénients de ces deux approches sont discutés en regard de l'application visée (échangeur de chaleur pour le démonstrateur technologique ASTRID). Lorsque les résultats sont présentés sous la forme d'un avancement, le point final d'avancement $n_{i,f}$ considéré est la microstructure du cas référence (BLOC référence) présenté dans la partie précédente.

III.1. Microstructure globale

A l'échelle de la pièce, la cinétique de croissance des grains peut être accélérée principalement de deux façons par rapport au cas d'étude précédent :

- En choisissant un matériau dont la croissance des grains est activée à plus basse température telle qu'un acier inoxydable austénitique 1.4301 (304L) [129]. La principale différence en termes de composition chimique de cet acier par rapport à un acier 1.4404 est l'absence de molybdène et une teneur minimale en nickel plus basse (8% en masse

contre 10% dans un acier 1.4404). La croissance des grains, plus tardive pour un acier 1.4404, est attribuée à l'effet du molybdène en solution solide.

- En choisissant un matériau avec une taille de grains plus faible puisque la pression motrice de migration des joints de grains est inversement proportionnelle à la courbure des grains. La pression motrice sera donc d'autant plus importante que la taille des grains est faible.

Pour un cycle de CIC et un état de surface donnés, l'accélération de la cinétique de croissance des grains permet logiquement d'accélérer le franchissement des interfaces par les joints de grains et ceci, dans les deux cas cités précédemment, Figure 4.13 (a,b).

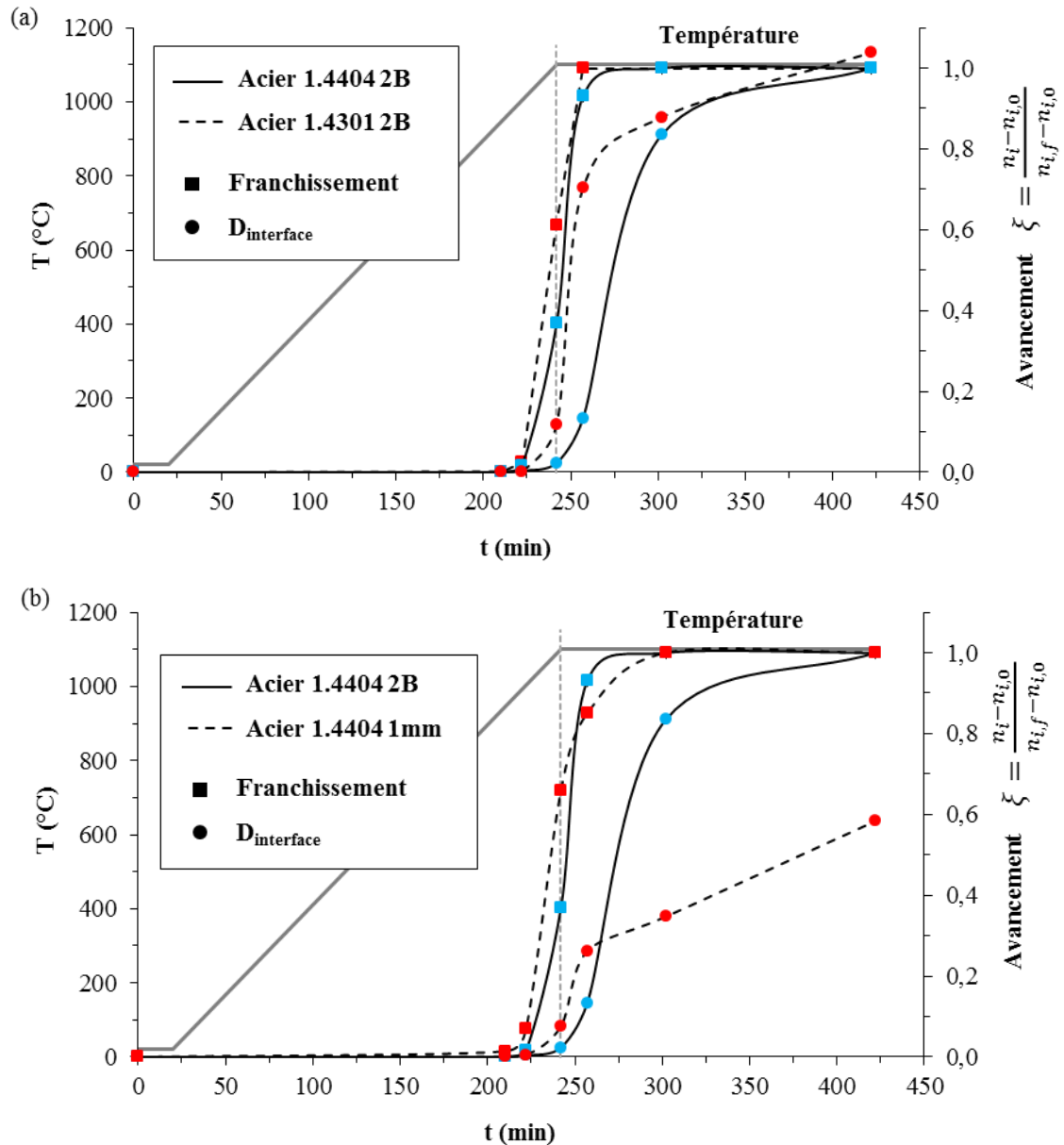


Figure 4.13 : Evolution de la taille des grains au niveau des jonctions soudées-diffusées et du taux franchissement au cours d'un cycle de soudage par diffusion (1100°C/3h/100MPa) de l'acier 1.4301 2B (a) et de l'acier 1.4404 1mm (b).

La différence de microstructure est notamment marquée pour un assemblage CIC interrompu au début du palier en température et pression entre un acier 1.4301 2B et un acier 1.4404 2B, Figure 4.14

(a,b). Un franchissement global des interfaces peut donc être atteint plus rapidement au cours du cycle de soudage par diffusion et ainsi permettre de réduire la durée des cycles de soudage pour l'acier 1.4301 notamment. Ce point est intéressant pour la réalisation de composants de petites tailles, inférieures à la centaine de millimètre, où le risque de gradient de température à travers l'assemblage est faible. Pour l'application visée, cet acier a cependant plusieurs inconvénients. Les propriétés mécaniques à chaud et la tenue à la corrosion sont en effet réduites par rapport à un acier 1.4404. Ces propriétés sont conférées à l'acier 1.4404 par l'élément molybdène entre autres. De plus, du fait de la dimension de l'échangeur de chaleur ($2,5 \times 1 \times 0,6 \text{ m}^3$) un temps de maintien en température suffisamment long, plusieurs heures, doit être utilisé et cela au risque d'une croissance de grains trop prononcée. Ce problème est évité pour l'acier 1.4404 2B puisque un palier de taille de grains est observé pour une température de 1100°C (voir Figure 2.30), mais ceci n'est pas le cas pour l'acier 1.4301 2B [129]. La croissance de grains risque d'être alors trop prononcée pour cet acier.

Une alternative serait, au contraire, de réduire la mobilité des joints de grains et donc la croissance des grains en ajoutant un élément d'addition tel que le titane. De plus, cela pourrait permettre de découpler « naturellement » dans le temps les processus d'élimination des « défauts » et de franchissement des interfaces par les joints de grains. Cette voie n'est cependant pas prometteuse au vu des résultats présentés auparavant, Annexe E et Figure 2.40 (formation de précipités aux interfaces soudées-diffusées).

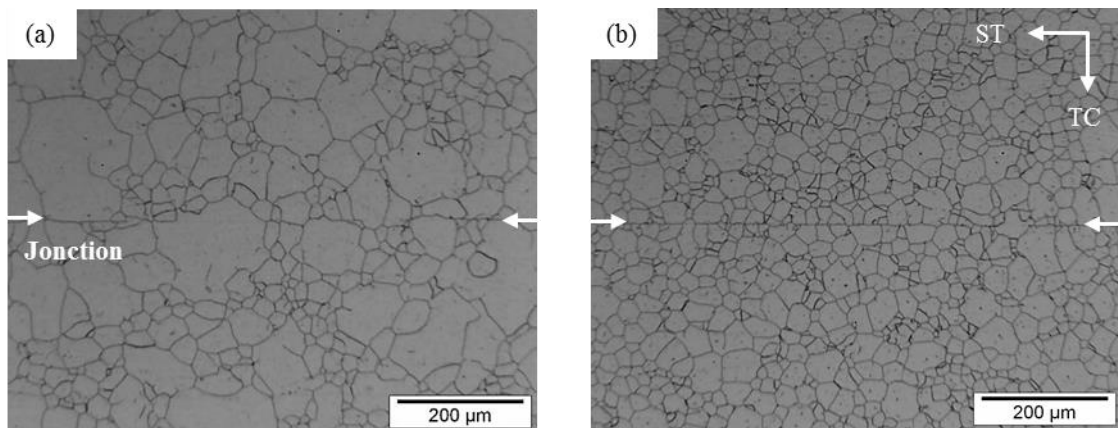


Figure 4.14 : Observations au MO dans le plan ST-TC d'une jonction soudée-diffusée en acier 1.4301 2B (a) et en acier 1.4404 2B (b) après un cycle de CIC interrompu au début du palier à $1100^\circ\text{C}/100\text{MPa}$.

Le choix d'un matériau avec une taille de grains faible a, quant à lui, un double effet bénéfique pour la formation de l'interface. D'une part, le nombre de germes initial est plus important et, d'autre part, la cinétique de croissance de grains est plus élevée. Ces points ont tous deux pour effet d'accélérer le processus de franchissement des interfaces. Concernant l'application visée, l'intérêt principal de l'utilisation d'une taille de grains fine avant assemblage réside dans la possibilité de contrôler la microstructure tout en garantissant un franchissement global des interfaces soudées-diffusées. Au bout de 1h de palier à $1100^\circ\text{C}/100\text{MPa}$, la différence de microstructure est marquée entre l'acier 1.4404 1mm et l'acier 1.4404 2B, Figure 4.15 (a,b).

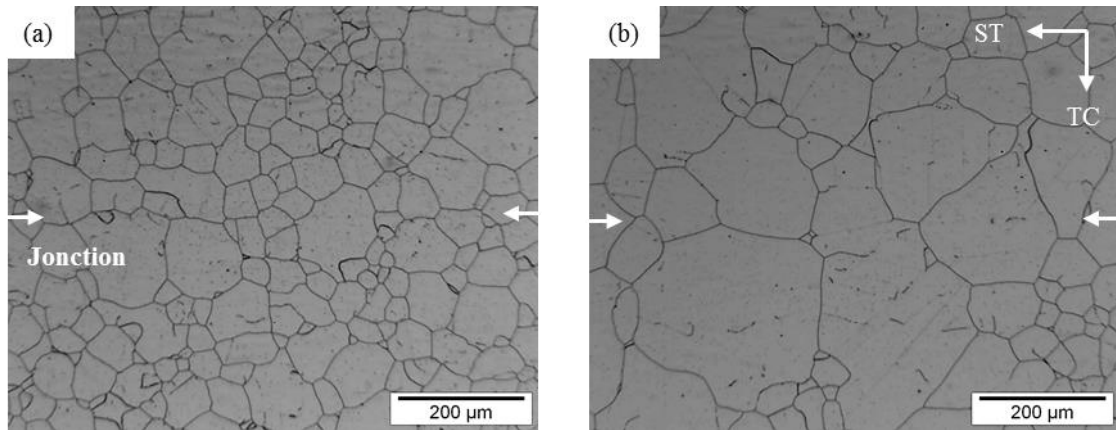


Figure 4.15 : Observations au MO dans le plan ST-TC d'une jonction soudée-diffusée en acier 1.4404 1mm (a) et en acier 1.4404 2B (b) après un cycle de CIC interrompu au bout de 1h de palier à 1100°C/100MPa.

L'ensemble des mesures de franchissement sont synthétisées sur la Figure 4.16 en fonction de la taille de grains moyenne au niveau des interfaces normalisée à la taille de grains moyenne initiale. Comme cela a été mentionné auparavant, trois cas se distinguent selon l'intensité des phénomènes de traînage présents :

- Blocage permanent quelle que soit la cinétique de croissance des grains. Le franchissement des interfaces est très faible et/ou inexistant. Cet effet a été rencontré lors de l'assemblage de l'acier 1.4571 ou lorsque les surfaces de l'acier 1.4404 2B ont été polluées par des particules de sablage d'alumine (voir Figure 4.4).
- Effet de traînage « fort » et permanent. Les joints de grains peuvent se dissocier des « défauts » mais uniquement lorsque la croissance de grains devient importante.
- Effet de traînage « faible » et/ou transitoire. Les « défauts » ne sont pas un obstacle définitif pour le franchissement des interfaces.

Pour ce dernier cas, un franchissement généralisé des interfaces est finalement obtenu lorsque la taille de grains a été multipliée par 3,5 au minimum par rapport à celle avant assemblage et ceci quelle que soit la cinétique de croissance des grains. Comme cela a été montré tout au long de ce manuscrit, ce critère de croissance de grains met clairement en évidence l'intérêt d'avoir une taille de grains faible à l'état initial. Une taille de grains initiale de 15µm de diamètre par exemple permet de garantir un nombre de grains minimum, 10 typiquement dans une paroi de 1mm d'épaisseur, dans la paroi entre le fluide caloporteur et le gaz à condition que la distribution des grains soit resserrée autour de la moyenne (absence de croissance anormale).

Dans certains cas, cet état peut seulement être obtenu avec une croissance de grains prononcée, ce qui peut être néfaste pour l'intégrité finale du composant. L'intérêt d'une croissance de grains locale au niveau des interfaces est discuté dans la partie suivante.

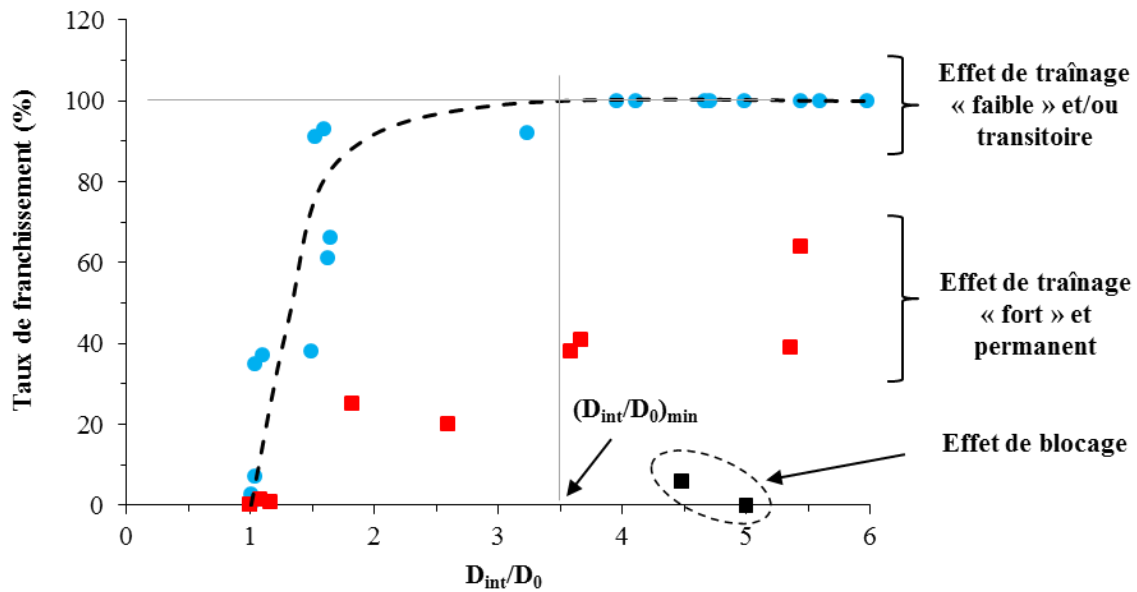


Figure 4.16 : Evolution du taux de franchissement en fonction de la taille de grains moyenne aux jonctions soudées-diffusées normalisée par la taille de grains moyenne initiale pour un cycle de soudage à 100MPa. La courbe n'a aucune justification théorique, elle est uniquement là pour faciliter la lecture du graphique.

III.2. Microstructure locale

Jusqu'à présent, le franchissement des interfaces soudées-diffusées par les joints de grains a principalement été étudié en considérant un mécanisme de croissance des grains par capillarité. D'autres sources de pression motrice pour la migration des joints de grains peuvent cependant être considérées (voir Tableau 2.9). Le mécanisme de migration des joints de grains liée à la déformation stockée dans les grains est notamment intéressant, puisque ce mécanisme peut être activé uniquement localement en surface des tôles en réalisant un écrouissage de *surface*. Ce phénomène a notamment été mis en évidence lors des assemblages CIC interrompus avec un acier possédant un état de surface 2B. Cet effet peut être augmenté en réalisant un grenailage, un fraisage ou un polissage grossier des tôles par exemple. Deux options principales ont été retenues pour cette étude : le fraisage et le polissage mécanique avec un papier abrasif SiC grossier.

L'écrouissage de surface par un polissage grossier se traduit par une augmentation légère de la dureté en surface des tôles, 159 ± 2 HV₂₀ (2B) et 174 ± 1 HV₂₀ (fraisé). L'écrouissage de surface a été suffisamment important pour obtenir un phénomène de recristallisation des grains écrouis au niveau des jonctions soudées-diffusées, Figure 4.17 (a). Cette étape est observée dès un assemblage CIC interrompu à 980°C pendant la montée en température et en pression. Le bénéfice que pouvait apporter la recristallisation des grains (augmentation importante du nombre de germes et cinétique de croissance de grains élevée) est cependant perdu par la présence de pores et de polluants tels que les huiles de coupe utilisées lors du fraisage ou des particules de SiC du papier de polissage.

La topologie des tôles a en effet été dégradée (augmentation des paramètres de rugosité (S_a , S_{10z} ...)) par l'étape de fraisage ou de polissage retardant de ce fait la première étape de formation de l'interface qui est l'accostage des tôles. L'élimination des pores n'étant pas assez avancée, la croissance des grains qui suit l'étape de recristallisation n'a pas permis d'affecter le joint d'interface et donc son franchissement, Figure 4.17 (b). De plus, il s'est avéré délicat d'écrouir les surfaces des tôles

sans altérer la composition chimique de celles-ci. Un effet de traînage exercé par ces polluants a limité la migration des joints de grains et donc le franchissement des interfaces.

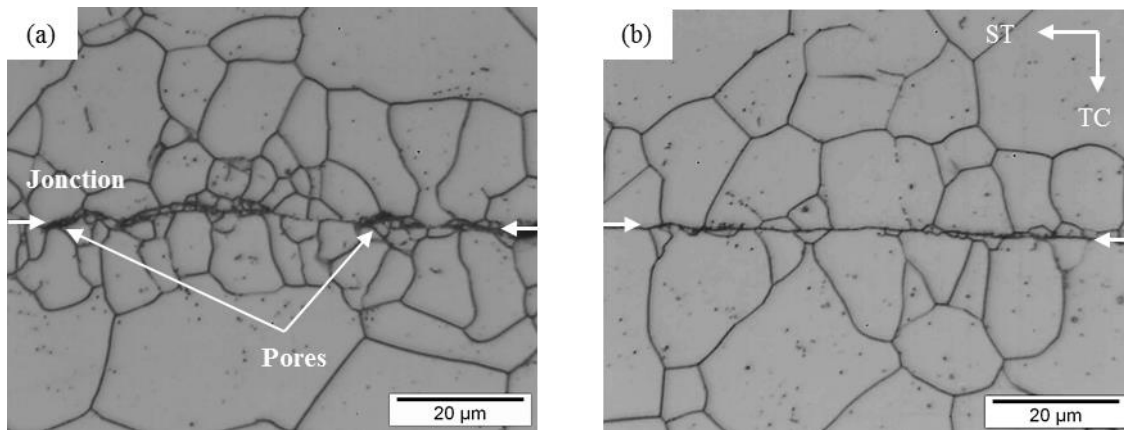


Figure 4.17 : Observations au MO dans le plan ST-TC d'une jonction soudée-diffusée en acier 1.4404 avec un état de surface poli grossièrement après un cycle de CIC interrompu dans la montée en température à 980°C (a) et à 1040°C (b).

Un écrouissage de surface des tôles à souder reste donc potentiellement intéressant afin d'accélérer le franchissement des interfaces, mais l'état de surface des tôles (rugosité et composition chimique) doit être maîtrisé afin de conserver l'effet bénéfique de la recristallisation des grains. Une solution pour obtenir cet état serait d'approvisionner des tôles à l'état écroui, c'est-à-dire directement après le laminage à froid. Un « bon » état de surface pourrait ensuite être obtenu par un polissage électrolytique, par exemple. Le cycle doit cependant être adapté à ce type de matériau puisque la recristallisation intervient très tôt au cours du cycle de soudage par diffusion.

La cinétique de croissance de grains peut également être accélérée localement au niveau des jonctions soudées-diffusées en insérant entre chaque tôle à souder, une tôle dite « d'insertion » avec une taille de grains plus fine, Figure 4.18.

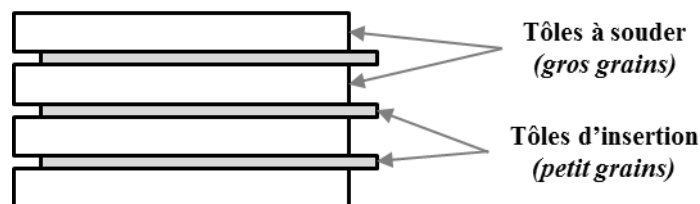


Figure 4.18 : Schématisation d'un assemblage hétérogène.

Ce type d'assemblage a été réalisé avec les tôles en acier 1.4404 2B (*tôles à souder*) et en acier 1.4404 1mm (*tôles d'insertion*). Le franchissement des interfaces a effectivement été accéléré en réalisant ce type d'assemblage, la cinétique de franchissement est du même ordre de grandeur que celle observée pour l'acier 1.4404 1mm. Cependant, plusieurs inconvénients peuvent être mentionnés :

- Du fait de l'utilisation de deux tôles différentes, le comportement en température sera probablement différent au risque d'obtenir une microstructure hétérogène au niveau des jonctions soudées-diffusées. Ce point est en effet observé pour un assemblage interrompu au bout de 1h de palier, Figure 4.19 (a). Du côté de l'acier 1.4404 2B, la taille de grains moyenne au niveau des jonctions est plus importante ($D_{\text{int},1.4404\ 2B}=68\pm4\mu\text{m}$) que celle

mesurée du côté de l'acier 1.4404 1mm ($D_{\text{moy},1.4404\ 1\text{mm}}=40\pm 1\mu\text{m}$). Cet effet est cependant atténué lorsque le palier de soudage est prolongé, Figure 4.19 (b).

- Les tôles d'insertion peuvent s'avérer plus fragiles par la présence d'un taux inclusionnaire plus important. Dans ce cas, ces tôles seront donc le point faible de la structure perdant, de ce fait, tout le bénéfice de l'insertion de ces tôles.
- La composition chimique des deux tôles doit être très proche afin d'éviter un gradient de composition chimique qui pourrait fragiliser la structure⁴.

Connaissant ces risques, la réalisation d'assemblages avec une tôle « d'insertion » à grains fins paraît intéressante et devrait permettre de conserver une taille de grains fine après assemblage CIC. L'utilisation de feuillards, d'une centaine de microns d'épaisseur de plus à l'état écroui pourrait s'avérer d'autant plus intéressante que la taille de grains serait fine.

La microstructure finale du composant dépend donc de nombreux facteurs (matériau, topologie de surface, température et pression de soudage,...). Il est délicat d'étudier un paramètre à la fois sachant que la plupart des paramètres sont liés et ont des impacts les uns sur les autres. Dans ce contexte, la simulation numérique a tout son intérêt.

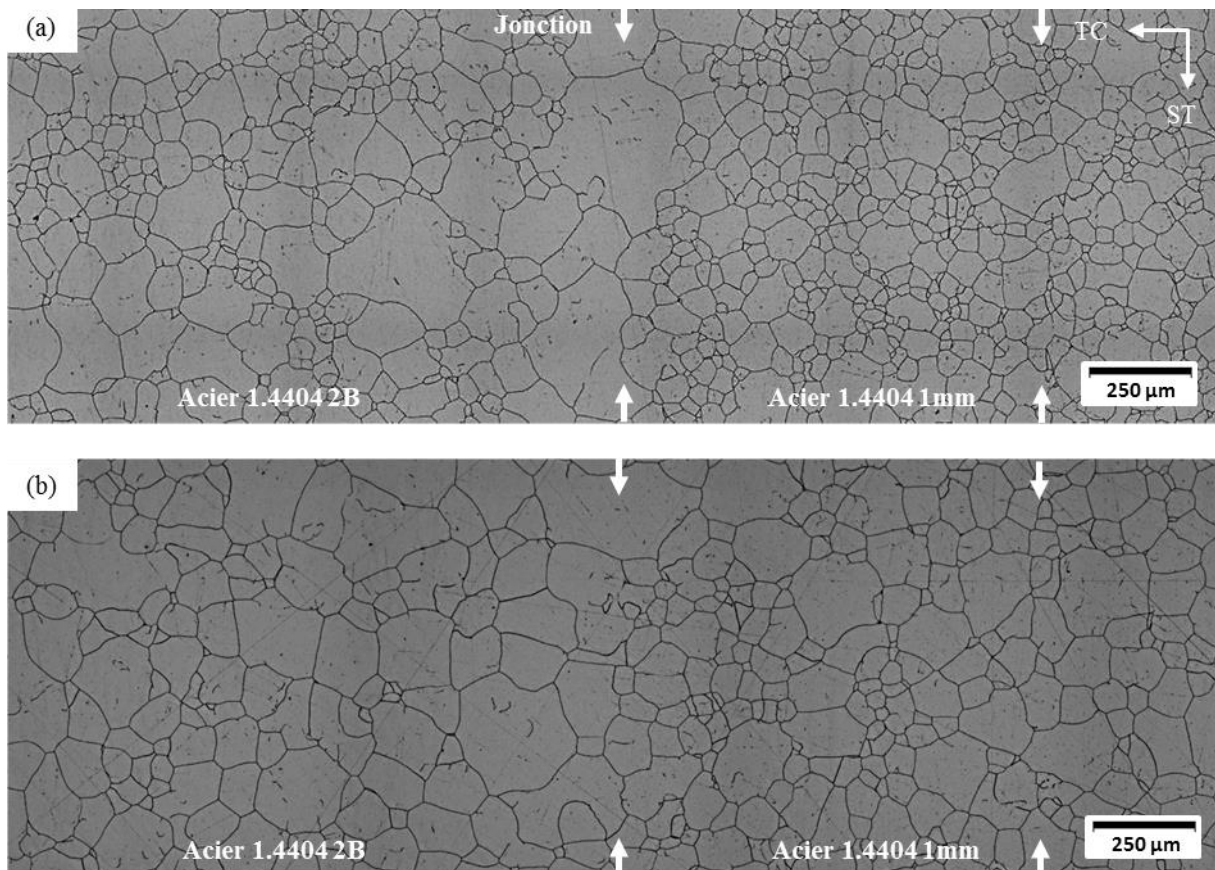


Figure 4.19 : Observation au MO dans le plan ST-TC d'une jonction soudée-diffusée entre un acier 1.4404 2B et un acier 1.4404 1mm après un cycle de CIC interrompu au bout de 1h (a) et 3h (b) de palier à 1100°C/100MPa.

⁴ Dans certain cas, une différence de composition chimique peut s'avérer intéressante puisque c'est une source de pression motrice forte pour la migration des joints de grains (voir Tableau 2.9).

IV. Modélisation du procédé de soudage par diffusion CIC

De nombreux phénomènes physiques prennent place lors de la formation d'une interface soudée-diffusée (élimination des pores, de la couche d'oxyde et croissance des grains). Tous ces mécanismes interviennent simultanément au cours du procédé et ils dépendent de nombreux facteurs matériaux et thermiques. Du fait de la complexité et du nombre de phénomènes à modéliser, l'implémentation de tous ces phénomènes dans un modèle numérique n'est pas possible à l'heure actuelle. Dans le cadre de cette étude, seule la croissance des grains au travers une interface idéale, c'est-à-dire « sans défauts », a été modélisée. Les différents modèles sont tout d'abord passés en revue puis des résultats préliminaires sont présentés. Au regard de ces résultats, le critère de franchissement établi dans le chapitre 2 est finalement discuté.

IV.1. Modèle de croissance des grains

IV.1.1. Généralités

Le domaine de la simulation numérique de la croissance des grains à l'échelle *mésoscopique* réunit à ce jour de nombreux travaux de recherche. Les études concernant ce mécanisme se classent en deux grandes familles : les méthodes stochastiques et les méthodes déterministes.

Parmi les méthodes stochastiques, la méthode de **Monte-Carlo** (MC) est la technique la plus connue et la plus utilisée. La méthode MC a été appliquée au phénomène de croissance des grains dès le début des années 1980 par Anderson et al. [99,111,112]. Dans ce modèle, la structure est discrétisée par un ensemble de cellules régulières (pixels en 2D ou voxels en 3D) auxquelles est affecté un indice. Deux cellules adjacentes ayant le même indice sont donc considérées comme appartenant à un même grain et les joints de grains sont définis de manière naturelle par les changements d'indice. Ceci a l'avantage de faciliter entre autres les transformations topologiques rencontrées lors de la croissance des grains (voir Figure 2.26). Cette méthode a également l'avantage d'être simple et flexible. Cependant, la non prise en compte du temps et de la température comme paramètres physiques rend difficile la comparaison avec les résultats expérimentaux [130]. Cette méthode possède de plus un caractère purement statistique puisque le passage d'une configuration à une autre est lié uniquement à des probabilités de transition. Ces deux points sont rédhibitoires pour l'utilisation de cette technique de simulation dans le cadre de cette étude.

L'**automate cellulaire** (AC) est une autre méthode stochastique [131]. Plusieurs règles physiques sont utilisées afin de déterminer localement l'évolution des cellules en fonction des cellules voisines. Contrairement à la méthode MC, la méthode AC a l'avantage de permettre de faire évoluer toutes les interfaces simultanément. Cependant, comme pour l'approche MC, la nature stochastique de cette méthode peut poser des problèmes de représentativité.

Les méthodes déterministes permettent de pallier ce problème. Les approches les plus développées de nos jours sont la méthode **Vertex** [132], la méthode des **champs de phase** [133] et la méthode **Level-Set** [134]. Dans le cadre de cette étude, la technique retenue est la méthode Level-Set car celle-ci doit permettre, par la suite, une extension naturelle vers la prise en compte de l'ensemble des mécanismes intervenant au cours de la formation des interfaces soudées-diffusées et notamment à la simulation des phénomènes en 3D [135]. Cette technique a d'ores et déjà été utilisée pour modéliser

des évolutions d'interfaces complexes à l'échelle de la microstructure dans un contexte éléments finis (EF) :

- Modélisation du fluage de particules de poudre lors de la compaction de poudres au cours d'un procédé CIC [136],
- Modélisation de la plasticité cristalline en grandes déformations dans un contexte EF [65,137,138],
- Modélisation de la recristallisation et de la croissance des grains [65,137–140],
- Modélisation de phénomènes de type endommagement ductile [141],
- Génération statistique de microstructure [142].

IV.1.2. Méthode Level-Set

Les simulations numériques ont été réalisées en collaboration avec M. Bernacki du CEMEF⁵. L'approche numérique utilisée a été décrite dans un grand nombre de travaux menés au CEMEF [65,136–141]. Ainsi, la méthode de calcul ne sera pas présentée en détail mais les aspects les plus pertinents le seront de manière succincte.

Génération de la microstructure

La microstructure digitale est réalisée en générant en 2D, par une approche de type Laguerre-Voronoi [65,142], deux domaines séparés afin de construire l'interface soudée-diffusée initiale, Figure 4.20. Les données nécessaires pour réaliser cette microstructure sont basées sur une distribution expérimentale de taille de grains. La microstructure digitale respecte globalement la microstructure expérimentale exceptée pour les petits grains, Figure 4.21. Un tel respect de la distribution initiale de la taille de grains ne serait pas possible avec une approche de type Voronoï classique [142]. Le domaine de simulation est de dimension 3x0,4mm² et il est composé de plus de 3000 grains à l'état initial.

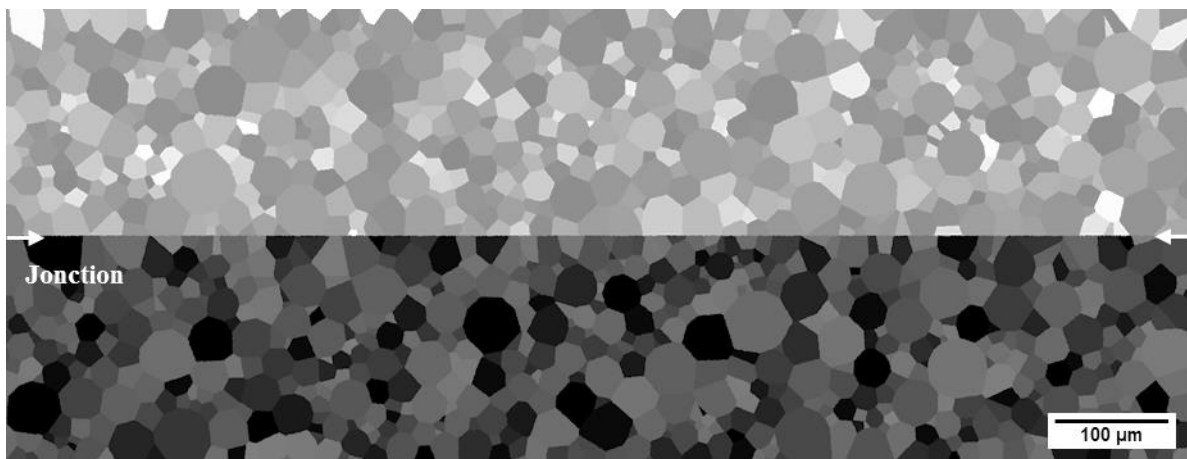


Figure 4.20 : Génération de la microstructure initiale par une approche de type Laguerre-Voronoi.

⁵ Centre de mise en forme des matériaux de l'Ecole des Mines de Paris.

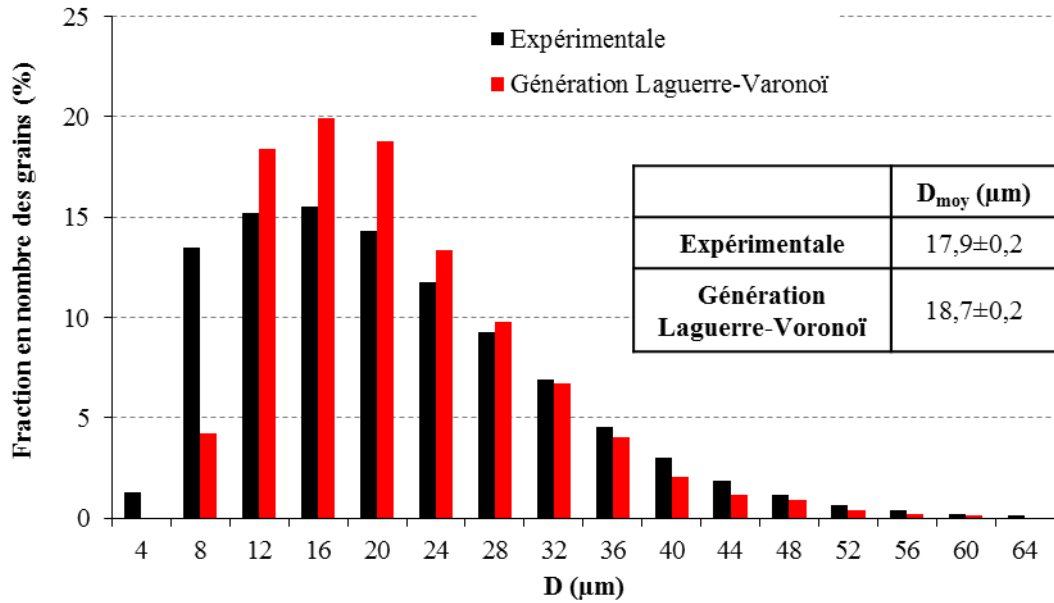


Figure 4.21 : Comparaison de la distribution en nombre des grains entre les données expérimentales et la génération Laguerre-Voronoi.

Description des joints de grains

La position des joints de grains est définie de façon implicite en utilisant le formalisme Level-Set. Le domaine Ω est composé de sous-domaines ayant pour interface Γ . La fonction Level-Set ϕ est généralement considérée comme une fonction distance signée, définie selon l'Équation 4.3 avec $d(x, \Gamma)$ la distance de tout point x du domaine à l'interface Γ . La fonction Level-Set est considérée comme positive dans le sous-domaine du grain considéré et négative partout ailleurs. L'interface Γ est alors donnée par l'isovaleur zéro de la fonction Level-Set ϕ . La Figure 4.22 illustre une fonction Level-Set pour un grain circulaire en 2D.

$$\begin{cases} \phi(x) = \pm d(x, \Gamma), & x \in \Omega \\ \Gamma = \{x \in \Omega, \phi(x) = 0\} \end{cases}$$

Équation 4.3

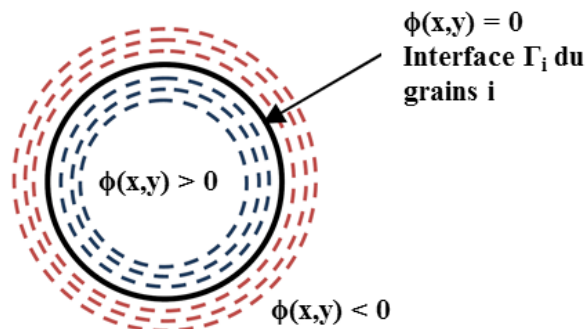


Figure 4.22 : Schéma d'une fonction Level-Set d'un grain en 2D.

Expression de la vitesse de déplacement

L'évolution de la fonction Level-Set ϕ est donnée par l'Équation 4.4. Le transport se fait à partir de la configuration initiale, c'est-à-dire $\phi_i(x, t = 0) = \phi_i^0(x)$ et dépend uniquement de la vitesse de la croissance des grains $v(x, t)$, Équation 4.5.

$$\frac{\partial \phi(x,t)}{\partial t} + v(x,t) \nabla \phi_i(x,t) = 0 \quad \text{Équation 4.4}$$

$$v(x,t) = -m \gamma \kappa_i(x,t) \vec{n}_i(x,t) \quad \text{Équation 4.5}$$

La courbure des joints de grains κ_i est calculée sous la forme d'un terme de diffusion [140] et finalement, le déplacement des joints de grains est défini par l'Équation 4.6.

$$\begin{cases} \frac{\partial \phi(x,t)}{\partial t} - m \gamma \Delta \phi_i(x,t) = 0 \\ \phi_i(x,t=0) = \phi_i^0(x) \end{cases}, \forall i \in \{1, \dots, N_G\} \quad \text{Équation 4.6}$$

Le système est résolu pour les N_G grains présents dans le domaine Ω . Au cours de la simulation, les interfaces des grains évoluent en fonction du temps, la fonction Level-Set doit donc être réinitialisée à chaque pas afin de conserver ses propriétés métriques [138,143]. Un traitement numérique aux jonctions multiples est également appliqué à chaque pas de temps afin d'éviter des problèmes d'incompatibilité tels que la création de vides [140], Figure 4.23.

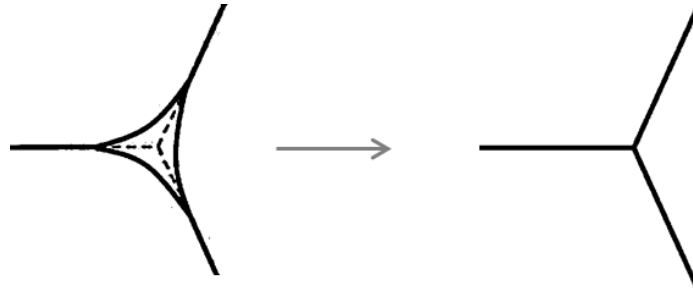


Figure 4.23 : Schéma du traitement numérique aux jonctions multiples.

Optimisation du calcul

Ces différentes procédures (calcul de la fonction Level-Set, traitement numérique des jonctions multiples et procédure de re-initialisation) doivent être résolues pour chaque fonction Level-Set dans tout le domaine. La principale faiblesse de l'algorithme de croissance des grains demeure le coût numérique important. Afin de diminuer le nombre de fonctions Level-Set et donc les ressources nécessaires pour le calcul, un algorithme de coloration est utilisé [65,142,144]. Une fonction Level-Set dite « container », déterminée par un code couleur, regroupe alors plusieurs grains, Figure 4.20. En vue d'une meilleure description des joints de grains, un maillage anisotrope aux joints de grains est réalisé [138,142], Figure 4.24. Cette technique permet de raffiner le maillage autour des joints de grains, tout en gardant un nombre raisonnable de nœuds et de mailles. L'anisotropie des éléments est imposée dans le sens de la normale aux interfaces, c'est-à-dire dans le sens du transport des interfaces. Ce choix permet d'optimiser le coût numérique puisque le remaillage n'est finalement raffiné que dans les directions et la zone utiles.

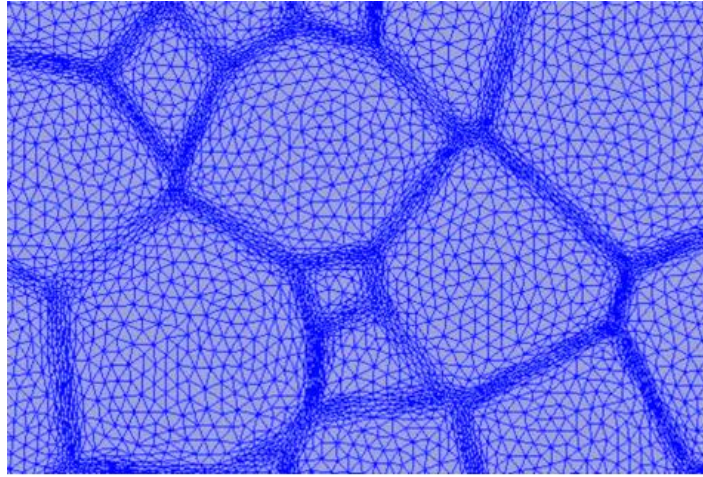


Figure 4.24 : Maillage anisotrope aux joints des grains.

Algorithme de calcul

En utilisant tous les outils numériques présentés ci-dessus, l'algorithme de croissance des grains utilisé est le suivant :

- GG1. Résolution de l'Équation 4.6 pour toutes les fonctions Level-Set actives.
- GG2. Traitement numérique des jonctions multiples.
- GG3. Procédure de ré-initialisation pour toutes les fonctions Level-Set actives.
- GG4. Désactivation des fonctions Level-Set négatives tout le domaine (cela signifiant que les grains correspondant ont disparu).
- GG5. Opération de re-maillage.

IV.1.3. Hypothèses de simulation

Au vu de la complexité des phénomènes intervenant au cours de la formation des interfaces soudées-diffusées, un certain nombre d'hypothèses simplificatrices ont été utilisées pour la simulation :

- La structure du matériau est considérée comme parfaitement isotrope. L'énergie γ des joints de grains dans l'Équation 4.6 est donc supposée constante. Les plans de macles ne sont pas pris en compte pour la simulation.
- Aucun effet de traînage n'est présent sur les joints de grains et qu'il soit dû à la présence de pores, d'une couche d'oxyde, de précipités, d'inclusions et/ou de ferrite δ .
- L'interface entre les deux tôles est considérée comme parfaitement rectiligne.

IV.2. Résultats préliminaires

Les données utilisées pour la simulation (mobilité et énergie des joints de grains) sont tirées d'un travail sur l'acier 304L [65]. La microstructure digitale initiale a été réalisée à partir de données issues d'un assemblage CIC interrompu à 980°C, en acier 304L, puisque à ce stade du cycle de soudage le processus de franchissement des interfaces n'a pas encore commencé. Le chargement thermique a été simulé à partir de ce point jusqu'à une température de 1100°C avec une vitesse de chauffe de 5°C/min puis un palier de 3h à cette température.

L'évolution de la microstructure en fonction du temps est présentée sur la Figure 4.25 (a-c). Comme attendu, le franchissement s'initie aux points triples au niveau de l'interface, Figure 4.26. Ce stade est observé dès les premiers pas de la simulation à $t=20s$ ce qui correspond à une température d'environ $982^{\circ}C$. Le franchissement se propage ensuite très rapidement à l'ensemble de la structure, Figure 4.25 (b,c). La simulation a finalement été arrêtée peu après cette étape.

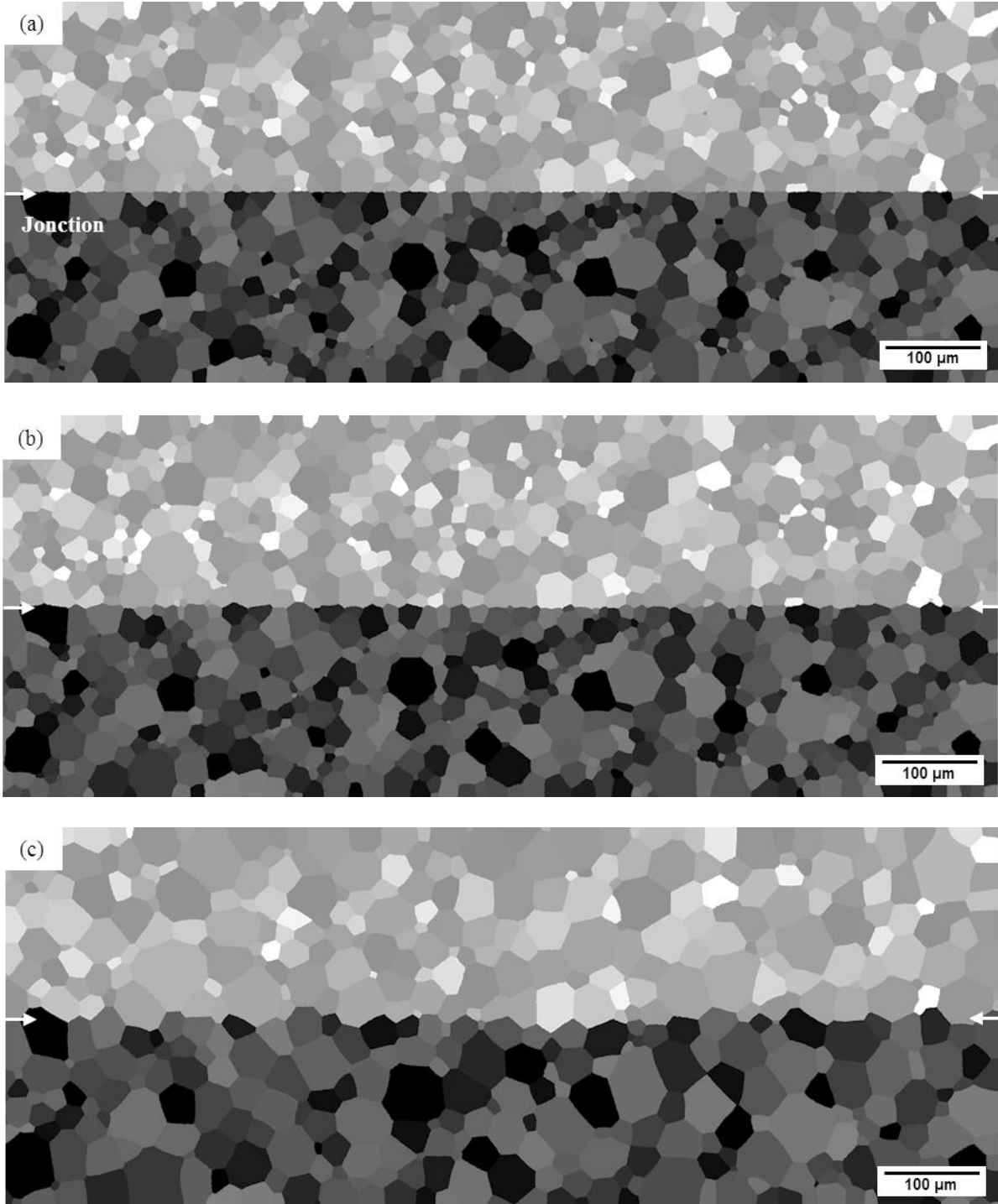


Figure 4.25 : Evolution de l'interface en fonction du temps : $t=20s$ soit $T=982^{\circ}C$ (a), $t=120s$ soit $T=990^{\circ}C$ (b) et $t=720s$ soit $T=1040^{\circ}C$ (c).



Figure 4.26 : Zoom de la Figure 4.25 (a) au niveau de l'interface ($t=20s$ soit $T=982^{\circ}C$). L'aspect « rugueux » des grains est dû au zoom important de la Figure 4.25 (a).

La microstructure digitale est comparée avec le premier assemblage CIC interrompu (stoppé dans la montée en température à $1040^{\circ}C$), Figure 4.27 (a,b). Les deux microstructures sont radicalement opposées, l'une associée à la microstructure expérimentale présente un franchissement nul, Figure 4.27 (a) et l'autre, la simulation numérique, indique un franchissement global de l'interface, Figure 4.27 (b). Deux phénomènes sont responsables de cette différence de comportement en température. D'une part, la croissance des grains est plus importante au cours de la simulation numérique ($D_{moy (exp.)} = 18,1 \pm 0,2 \mu m$ et $D_{moy (sim.)} = 28,7 \pm 0,1 \mu m$) et, d'autre part, aucun phénomène de traînage sur les joints de grains au niveau de l'interface n'a été modélisé (hypothèses de simulation).

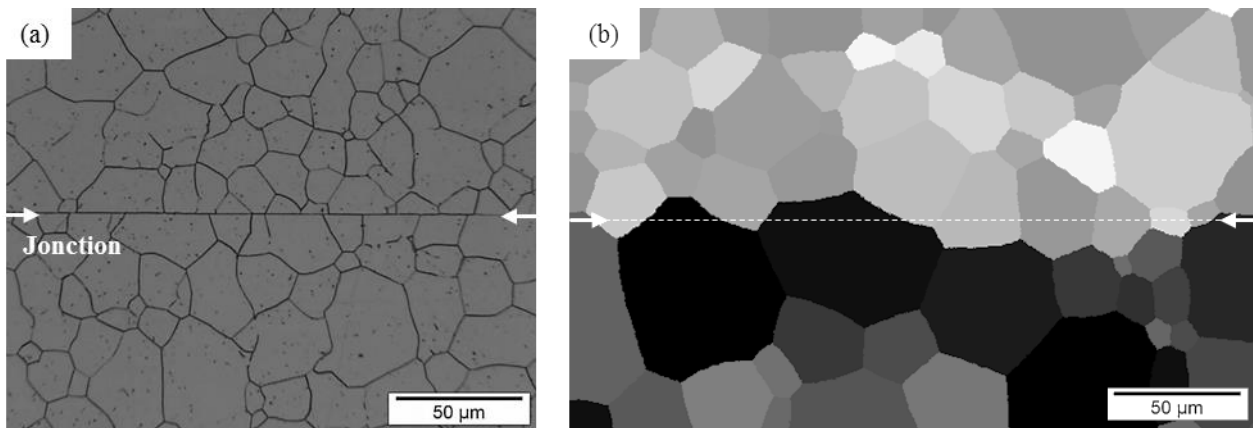


Figure 4.27 : Observation de la microstructure au niveau d'une interface soudée-diffusée en acier 304L après un assemblage CIC interrompu dans la montée en température à $1040^{\circ}C$: comparaison entre une microstructure expérimentale (a) et digitale (b).

La croissance des grains plus importante dans le cas de la simulation numérique peut s'expliquer, d'une part, par l'utilisation de valeurs de mobilité légèrement différentes du matériau de l'étude et, d'autre part, par l'absence de prise en compte de la conduction thermique à chaque pas de temps. Quelques minutes sont en effet nécessaires pour obtenir cet état lors d'un assemblage par le procédé CIC. De plus, pour une taille de grains moyenne équivalente aux résultats de la simulation à $t=720s$ ($T=1040^{\circ}C$), le franchissement des interfaces n'est pas global expérimentalement ($F=24\%$). Cet effet provient des phénomènes de traînage qui n'ont pas été pris en compte lors de la simulation. Ce point est clairement mis en évidence sur la Figure 4.26 où le mouvement des points triples au niveau de l'interface présente une courbure sur l'ensemble du grain comme prédit par le modèle analytique de Garcke et al. [127] (voir Figure 4.8). Ce phénomène n'a jamais été observé lors des assemblages CIC

interrompus (voir Figure 4.6) du fait de la présence des effets de traînage aux interfaces soudées-diffusées.

Le taux de franchissement est mesuré pour chaque pas de temps de la simulation et les résultats sont synthétisés sur la Figure 4.28 en fonction de la taille de grains moyenne. La cinétique de franchissement des interfaces est plus élevée par simulation numérique que celle mesurée lors des essais expérimentaux. Un taux de franchissement global est atteint dès 3min de simulation alors que le cycle de soudage est encore dans la montée en température ($T=995^{\circ}\text{C}$). Pour atteindre cet état, la taille de grains moyenne a seulement augmenté de $2\mu\text{m}$ ce qui correspond finalement au critère de décrochement utilisé pour mesurer le franchissement des interfaces. Les résultats dépendent fortement de la notion de franchissement et du critère pour le définir. Ce point est discuté dans la partie suivante.

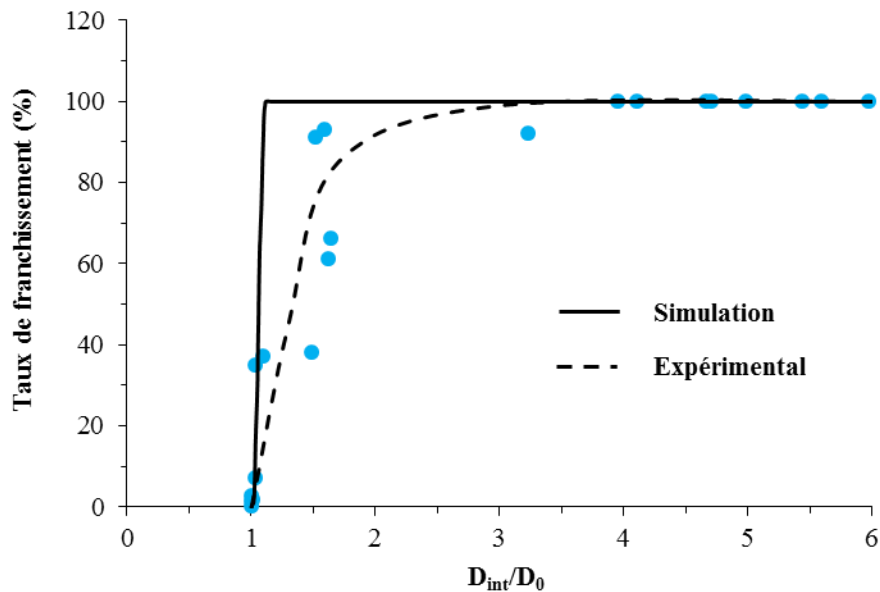


Figure 4.28 : Evolution du taux de franchissement en fonction de la taille de grains moyenne au niveau des jonctions soudées-diffusées normalisées par la taille de grains moyenne initiale : comparaison des résultats expérimentaux et de simulation.

IV.3. Discussion autour de la notion de franchissement

Le franchissement des interfaces par les joints de grains est une notion relative et les résultats présentés tout au long de ce manuscrit dépendent donc de la définition qu'on en fait. Une discussion autour du critère utilisé semble donc nécessaire afin de prendre du recul sur le travail réalisé.

Le franchissement des interfaces par les joints de grains peut être défini selon deux principales échelles : mésoscopique et macroscopique. Afin d'observer ce phénomène, les interfaces doivent pouvoir être considérées auparavant comme un joint de grains. Une mise en contact intime à l'échelle microscopique des surfaces à souder est donc nécessaire.

L'interface peut être considérée comme un joint de grain lorsque la formation des liaisons atomiques entre les deux surfaces à souder est réalisée. Cette étape revient finalement à mesurer l'élimination des pores et une jonction exempte de pores peut donc être considérée comme un joint de grains, Figure 4.29 (a). La mise en évidence de ce phénomène nécessite des analyses à haute résolution telles que le TEM ou le MEB-FEG. Des essais de flexion par choc sur éprouvette Charpy peuvent également donner des indications sur la présence ou non de pores. Cette mise en contact

intime des surfaces à souder peut être obtenue quel que soit le matériau du moment où la pression et la température de soudage sont suffisantes. A plus faible grossissement, l'interface apparaît comme un plan rectiligne, Figure 4.29 (b).

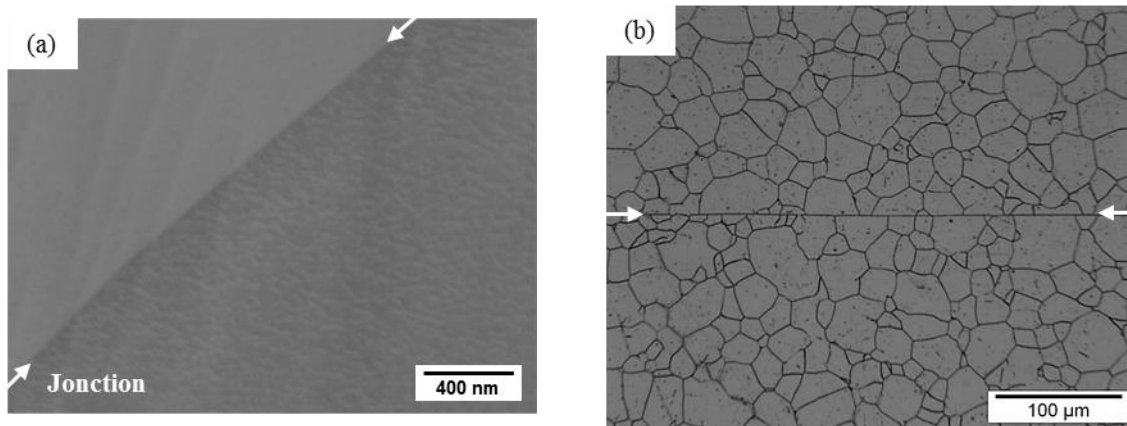


Figure 4.29 : Observations au MEB-FEG en mode ER (a) et au MO (b) d'une jonction soudée-diffusée : notion microscopique.

Quelle que soit l'échelle considérée (mésoscopique ou macroscopique), le franchissement est ensuite associé à la migration des grains à travers les interfaces. Comme cela a été montré auparavant, la cinétique d'élimination des « défauts » et de croissance de grains sont des paramètres déterminants afin d'observer ce phénomène. Contrairement au cas précédent, ce phénomène n'est observé que dans de rares cas, lors d'assemblage de matériaux homogènes en l'absence de précipitation et/ou de pollution superficielle entre autres. C'est notamment le cas pour cette étude. Une analyse d'images à partir d'observations au MO permet facilement de le quantifier.

Pour le premier (échelle mésoscopique), le franchissement considéré est uniquement local sur quelques dixièmes de micromètres à quelques micromètres. L'observation à un fort grossissement (x100 – x200) ne permet généralement pas de distinguer l'interface du reste du matériau, Figure 4.30 (a). A ce stade, le franchissement à l'échelle mésoscopique est donc total. La même interface observée à plus faible grossissement (x50) peut cependant être encore distinguée, Figure 4.30 (b). Dans ce cas, on parle alors d'échelle macroscopique.

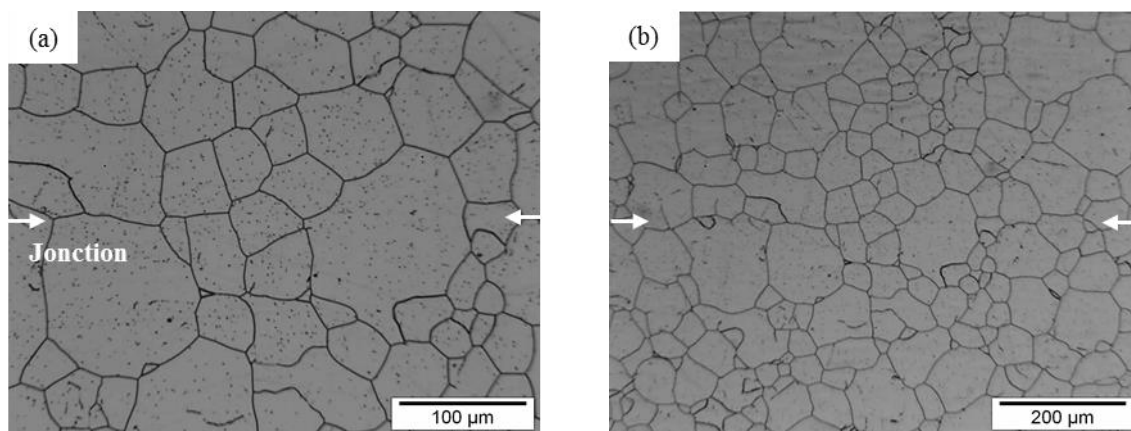


Figure 4.30 : Observations au MO d'une jonction soudée-diffusée à deux grossissements (a,b) : notion mésoscopique et macroscopique.

Le critère de franchissement défini dans le chapitre 3 (Chapitre 3 § III.1.) est local et permet seulement de prendre en compte le franchissement à l'échelle mésoscopique. Un nouveau critère ou une nouvelle technique de mesure doit donc être établi afin de quantifier le franchissement à l'échelle macroscopique. La microstructure digitale de la Figure 4.31 est prise comme cas d'étude. Le franchissement à l'échelle mésoscopique est complet pour cette microstructure. Pour autant, la densité de joints de grains en 2D ou de facettes en 3D au niveau de l'interface est plus importante que dans le reste du matériau. A l'instant initial, la densité de joints de grains est environ deux fois plus importante que dans le reste du matériau du fait du procédé d'assemblage. Au fil de l'avancement du cycle de soudage et donc de la croissance des grains, ce phénomène microstructural s'estompe et disparaît. L'assemblage est alors parfaitement homogène, sans distinction possible de la présence d'une interface soudée-diffusée.

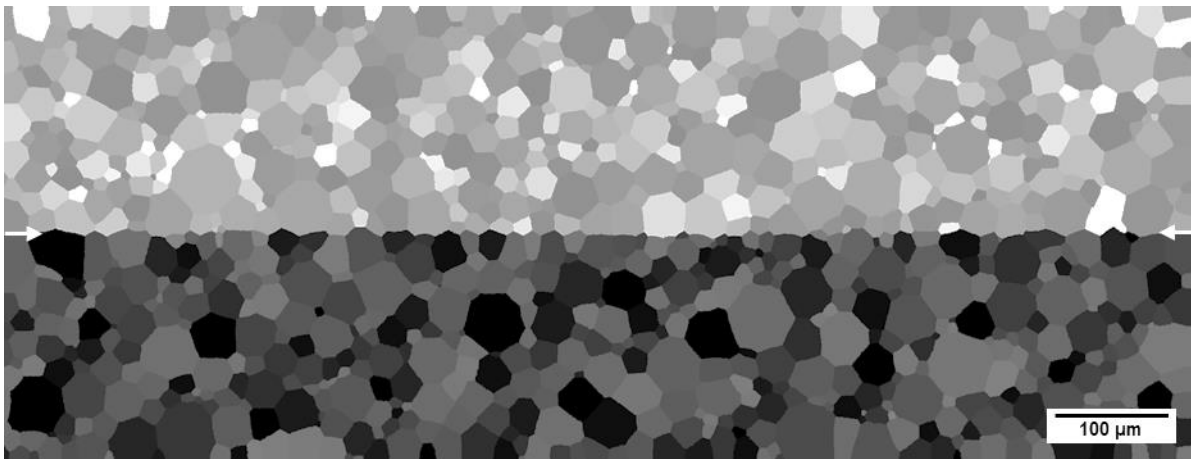


Figure 4.31 : Microstructure digitale pour laquelle le franchissement à l'échelle mésoscopique est complet ($t=180s$ soit $T=995^{\circ}C$).

Ce point peut être mis en évidence en réalisant une mesure de taille de grains linéique au niveau de l'interface, c'est-à-dire en comptant le nombre d'intersections entre une ligne droite au niveau de l'ancienne interface et les joints de grains. En comparant cette mesure à des mesures effectuées dans le cœur du matériau, le phénomène de franchissement à l'échelle macroscopique peut alors être quantifié, Tableau 4.2. En considérant ce nouveau critère, le taux de franchissement des interfaces est de 66% contre 100% précédemment. Une croissance de grains plus prononcée est donc nécessaire pour obtenir un franchissement complet à cette échelle, environ 30%. Si ce critère avait été utilisé dans cette étude, les cinétiques de franchissement présentées auparavant auraient été ralenties mais uniquement de manière légère au vu de la croissance prononcée des grains.

Echelle	Méso.	Macro.
Taux de franchissement (%)	100	66

Tableau 4.2 : Influence de l'échelle de mesure sur le taux de franchissement sur la microstructure de la Figure 4.31.

La nécessité d'obtenir une microstructure parfaitement homogène a été postulée en début de ces travaux de thèse afin de garantir les propriétés mécaniques du composant final. Cependant au vu des résultats présentés auparavant, un franchissement limité des interfaces, selon le critère de l'étude qui ne prend donc pas en compte le franchissement à l'échelle macroscopique, s'est avéré suffisant pour

garantir des propriétés mécaniques⁶ comparables à celle du matériau de base, à condition que le franchissement limité ne soit pas causé par un phénomène de traînage. Le critère de franchissement utilisé dans le cadre de cette étude est donc approprié, d'autant plus que localement au cœur du matériau, le même type d'hétérogénéité de microstructure peut être observé (voir Figure 2.37).

V. Conclusions

Les mécanismes et la cinétique de formation d'une interface au cours du procédé de soudage par diffusion ont été présentés et discutés au cours de ce chapitre au travers d'essais expérimentaux et de simulations numériques.

La **formation d'une interface soudée-diffusée** a été décrite en **trois étapes** : **Mise en contact intime des surfaces, élimination des pores et des impuretés et franchissement des interfaces par les joints de grains**. Les deux premières étapes sont des freins pour la formation d'une interface alors que le dernier est un moteur. Le découplage dans le temps de ces étapes est donc primordial afin d'optimiser la cinétique de formation des interfaces. Les résultats par simulation numérique le montrent clairement puisque seules quelques minutes sont nécessaires dans le cas idéal traité afin d'obtenir une jonction soudée-diffusée homogène en présence uniquement de la croissance des grains. Expérimentalement, le découplage de ces mécanismes dans le temps est cependant délicat puisque leurs cinétiques dépendent de nombreux facteurs (matériau, topologie de surface, température et pression de soudage,...) qui sont de plus liés entre eux.

Dans ce contexte, la **simulation numérique** par la **méthode Level-Set** a tout son intérêt. Les résultats préliminaires présentés sont prometteurs puisque les étapes de franchissement de l'interface sont similaires à celles observées expérimentalement. Seule la cinétique diverge mais cela provient des hypothèses de simulation fortes qui ont été faites. Afin d'être plus réaliste, l'ensemble des mécanismes présents au cours du procédé de soudage par diffusion doit donc être pris en compte :

- Élimination des pores selon le comportement mécanique du matériau à souder, de sa topologie ainsi que de la température et pression de soudage,
- Présence de phases minoritaires (ferrite δ , précipités...) susceptibles d'exercer un effet de traînage sur les joints de grains et d'entraîner une croissance anormale des grains,
- Croissance des grains avec les données de mobilité du matériau à souder.

A terme, le couplage de ces différents mécanismes devrait donc permettre d'**optimiser le procédé** en trouvant entre autre des conditions optimales afin de maximiser le franchissement des interfaces tout en minimisant le grossissement des grains.

Sur des composants de grandes dimensions, le chargement thermique peut être très différent d'un endroit à l'autre et donc la microstructure également. La possibilité de prédire la microstructure finale (pores, taux de franchissement, taille de grains...) selon différents chargements thermiques devrait permettre de calculer la probabilité d'obtenir des zones avec une caractéristique microstructurale en dessous d'un certain seuil estimé critique. Ce point est notamment essentiel afin de pouvoir codifier le procédé de soudage par diffusion par la suite.

⁶ Selon les propriétés mécaniques testées (traction, flexion par choc sur éprouvette Charpy et fluage).

Conclusions générales et perspectives

L'étude développée dans ce manuscrit s'inscrit dans le cadre du développement du système de conversion d'énergie par refroidissement du fluide caloporteur pour le démonstrateur technologique ASTRID. L'option retenue par le CEA est un ECSG à plaques millimétriques en acier 1.4404 fabriqué par un procédé de soudage par diffusion. Cette étude s'est intéressée à l'évolution microstructurale intervenant au cours du procédé de soudage. Dans ce but, ce travail a été réalisé suivant trois axes. Le premier volet a concerné l'étude des matériaux à souder afin d'apporter des éléments de compréhension sur la nature des surfaces à assembler et la façon dont ces surfaces et le matériau évoluent en fonction de la température. Le deuxième volet a porté sur une étude paramétrique du procédé de soudage par diffusion afin d'appréhender les paramètres clés intervenant lors de la formation d'une interface soudée-diffusée. Le troisième et dernier volet de cette étude est consacré à l'étude des mécanismes de formation d'une interface soudée-diffusée. Ces différents axes de travail ont été étudiés afin de répondre aux exigences microstructurales aussi bien locales au niveau de l'interface (jonction homogène sans discontinuité de microstructure) que globales à l'échelle de la pièce (microstructure homogène et fine).

La **formation d'une interface soudée-diffusée** a été décrite en trois étapes : mise en contact intime des surfaces, élimination des pores et des impuretés et franchissement des interfaces par les joints de grains. Ces différentes étapes apparaissent simultanément au cours du procédé de soudage par diffusion dont les deux premières jouent le rôle de frein pour la formation de l'interface. La cinétique de ces étapes dépend de nombreux paramètres liés au matériau à souder (rugosité, composition chimique de la surface et taille de grains initiale) et au procédé de CIC (préparation des surfaces, pression, température et atmosphère de soudage). Lorsque le matériau à souder et le procédé de CIC ne sont pas optimisés l'un vis-à-vis de l'autre, des hétérogénéités de microstructure au niveau de l'interface peuvent être observées : pores, impuretés, précipités et franchissement limité des interfaces.

La **tenue mécanique de ces jonctions** a été testée afin de mettre en évidence la nocivité de ces hétérogénéités de microstructure. L'essai de flexion par choc sur éprouvette Charpy s'est révélé discriminant puisque ce type d'essai, contrairement à l'essai de traction par exemple, permet de localiser l'endommagement à la jonction. Les pores et les impuretés de nature exogène ont été les défauts les plus nocifs pour la tenue mécanique des jonctions et cela même si le franchissement des interfaces par les joints de grains était avancé. Un franchissement limité des interfaces, selon le critère défini dans l'étude, s'est révélé suffisant pour obtenir des propriétés mécaniques comparables à celles du matériau de base, à condition que le franchissement limité ne soit pas causé par un phénomène de traînage. La nécessité d'obtenir une jonction parfaitement homogène pour éviter d'affecter un coefficient de joint, comme cela a été postulé dans l'introduction, ne semble finalement pas fondée pour les sollicitations mécaniques testées. Des essais mécaniques supplémentaires sont cependant nécessaires afin de valider ou non ce résultat pour un plus large éventail de sollicitations mécaniques (essais de fatigue).

En parallèle à la formation des interfaces soudées-diffusées, la **microstructure à l'échelle de la pièce** doit également être contrôlée au cours du procédé de soudage par diffusion puisque c'est

l'ensemble de la pièce qui est traité thermiquement. La connaissance du comportement en température du matériau à souder s'est avérée primordiale pour déterminer une température de soudage appropriée afin d'obtenir une microstructure homogène à l'échelle de la pièce. Il a effectivement été montré que l'acier 1.4404 2B possède un domaine de croissance de grains anormale entre 1010 et 1070°C qui doit être évité. La caractérisation des tôles à l'état de réception a montré la présence de phases minoritaires de ferrite δ et d'inclusions d'aluminosilicates. La première n'a pas semblé avoir une incidence significative sur la microstructure après soudage alors que les inclusions d'aluminosilicates ont eu une forte influence, non pas sur la microstructure mais sur la tenue mécanique des assemblages. Ces inclusions ont en effet été le point faible des assemblages à plusieurs reprises malgré l'obtention d'une microstructure parfaitement homogène. Il n'est pas rare d'observer des inclusions dans les aciers sans pour autant le fragiliser mais, dans ce cas, c'est leur alignement qui a créé leur nocivité, ceci étant caractéristique du format tôle des matériaux de l'étude.

Un compromis est généralement nécessaire entre l'obtention de la microstructure locale au niveau de l'interface et globale à l'échelle de la pièce. Au travers de cette étude, un certain nombre de recommandations et critères peuvent être fournis permettant de réaliser des soudures par diffusion, qui répondent aux exigences demandées pour la fabrication d'un échangeur de chaleur pour une centrale nucléaire.

Approvisionnement matière

La composition chimique de l'acier doit être considérée comme un point à maîtriser, afin d'éviter des effets néfastes tels qu'une croissance anormale prononcée et/ou un phénomène de traînage pour le franchissement des interfaces, plutôt qu'un paramètre à optimiser. Les éléments ségrégeant aux joints de grains et/ou en surface (Ti, Al...) doivent donc être évités aussi bien dans la composition chimique de l'acier que dans la couche d'oxyde. La rugosité du matériau à souder doit être faible afin de faciliter la mise en contact intime des surfaces. La formation de l'interface sera d'autant plus facile que la taille de grains est faible, permettant ainsi de conserver une microstructure fine après assemblage. Le taux inclusionnaire doit finalement être réduit et notamment les alignements.

Par rapport à ces recommandations, l'utilisation d'un format tôle avec un état de surface donné possède d'ores et déjà plusieurs avantages pour le procédé de soudage par diffusion. La taille de grains à l'état de réception est fine (15-20 μ m) ce qui n'est pas le cas pour un acier forgé par exemple. L'utilisation d'un état de surface industriel 2B ou PE permet d'avoir des caractéristiques de surface (composition chimique et rugosité) favorables au soudage par diffusion.

Procédé de soudage par diffusion

Le procédé de soudage peut être optimisé en jouant principalement sur deux points : le couple température/temps de soudage et le chemin suivi pour y arriver. Il a été montré, pour un cycle de soudage avec une pression haute (100MPa), qu'une croissance de grains de 3,5 par rapport à la taille de grains initiale est nécessaire et suffisante pour obtenir un franchissement total des interfaces. Les résultats préliminaires des simulations numériques par la méthode Level-Set ont cependant révélé que ce critère peut être largement réduit lorsqu'aucun phénomène de traînage n'est présent à l'interface. Le chemin suivi pour arriver au palier de soudage a donc toute son importance. Les interfaces doivent être mises en contact intime le plus tôt possible au cours du cycle de soudage afin de conserver un potentiel

de franchissement, l'idéal étant de découpler dans le temps les processus qui sont un frein et un moteur pour la formation des interfaces.

Au vu de l'ensemble des résultats présentés, **les perspectives** de cette étude peuvent être regroupées selon trois domaines d'intérêt.

Le premier domaine fait suite aux recommandations données sur l'approvisionnement de tôles spécifiques pour le procédé. Les recherches doivent être approfondies dans ce sens afin de déterminer des critères précis pour, à terme, faire entrer ces critères d'approvisionnement dans le code nucléaire RCC-MRx. Ce travail doit se faire en étroite collaboration avec les élaborateurs d'acier puisque un protocole spécifique d'élaboration devra sûrement être développé. L'élaboration de l'acier par un procédé sous vide tel que le VOD (Vacuum Oxygen Decarburization) devrait permettre par exemple de réduire le taux inclusionnaire. Ce procédé semble préférable au traitement en poche sous laitier et sous air pour pousser la désoxydation (et la décarburation). Une alternative serait un traitement sous laitier au silico-calcium après l'addition d'aluminium pour transformer les silico-aluminates en incorporant la chaux dans leur composition, ce qui les rend fluides et permet leur agglomération, facilitant ainsi leur décantation.

Le deuxième domaine concerne le développement de la simulation numérique par la méthode Level-Set en couplant la croissance des grains, l'élimination des pores et des impuretés. A terme, le modèle devrait ainsi être prédictif et permettre une optimisation du procédé de soudage. La possibilité de caractériser la microstructure finale à l'échelle de la pièce paraît de plus essentielle afin de codifier le procédé. A plus long terme, l'incorporation des mécanismes de recristallisation semble également intéressante pour étudier l'intérêt d'un écrouissage de surface et ainsi accélérer la formation des interfaces soudées-diffusées. Ce type d'assemblage semble prometteur et l'optimisation du cycle de CIC peut se faire dans le cadre de cette simulation.

Le troisième domaine traite de la transposition de l'ensemble de ces connaissances et recommandations à la fabrication d'un échangeur compact à plaques. Cette étude s'est focalisée essentiellement sur la compréhension des mécanismes microstructuraux intervenant au cours du procédé et, de ce fait, principalement des cycles avec une haute pression ont été réalisés afin de se placer dans un cas « idéal ». Ce type de cycle n'est cependant pas adapté pour le soudage de tôles rainurées, les canaux se boucheraient sous l'effet de la pression. Un travail complémentaire est donc nécessaire afin d'appliquer les recommandations cités précédemment sur un assemblage de tôles rainurées, les déformations macroscopiques à l'échelle du composant devant être prises en compte. De plus, de par la présence des canaux, le transfert de pression n'est pas homogène dans l'ensemble du composant et cela a donc une influence directe sur la microstructure locale au niveau des interfaces. La tenue mécanique de ces jonctions peut en être affectée.

Références bibliographiques

- [1] P. Le Coz, J.P. Serpantie, J.F. Sauvage, eds., *Sodium-cooled Fast Reactors : The ASTRID plant project*, **Proceeding ICAPP**. (2011) 419–425.
- [2] L. Cachon, C. Biscarrat, F. Morin, *Innovative power conversion system for the French SFR prototype, ASTRID*, **Proceeding ICAPP**. (2012) 538–552.
- [3] L. Pryce, K.W. Andrews, **J. Iron Steel Inst.** 195 (1960) 145–147.
- [4] A.F. Padilha, D.M. Escriba, E. Materna-Morris, M. Rieth, M. Klimenkov, *Precipitation in AISI 316L(N) during creep tests at 550 and 600°C up to 10 years*, **J. Nucl. Mater.** 362 (2007) 132–138.
- [5] K. Rajasekhar, C.S. Harendranath, R. Raman, S.D. Kulkarni, *Microstructural evolution during solidification of austenitic stainless steel weld metals : a color metallographic and electron microprobe analysis study*, **Mater. Charact.** 38 (1997) 53–65.
- [6] J.H. Lee, H.C. Kim, C.Y. Jo, S.K. Kim, J.H. Shin, S. Liu, et al., *Microstructure evolution in directionally solidified Fe–18Cr stainless steels*, **Mater. Sci. Eng. A.** 413-414 (2005) 306–311.
- [7] J.W. Fu, Y.S. Yang, J.J. Guo, *Formation of a blocky ferrite in Fe–Cr–Ni alloy during directional solidification*, **J. Cryst. Growth.** 311 (2009) 3661–3666.
- [8] J. Pokorny, A. Pokorny, *Inclusions non métalliques dans l'acier*, **Tech. Ing.** M220 (1998) p40.
- [9] B. Weiss, R. Stickler, *Phase instabilities during high temperature exposure of 316 austenitic stainless steel*, **Metall. Trans.** 3 (1972) 851–866.
- [10] H. Sahlaoui, K. Makhlouf, H. Sidhom, J. Philibert, *Effects of ageing conditions on the precipitates evolution, chromium depletion and intergranular corrosion susceptibility of AISI 316L: experimental and modeling results*, **Mater. Sci. Eng. A.** 372 (2004) 98–108.
- [11] P. Marshall, *Austenitic stainless steels : microstructure and mechanical properties*, **Elsevier Applied Science**, 1984.
- [12] A.S. Grot, J.E. Spruiell, *Microstructural stability of titanium-modified type 316 and type 321 stainless steel*, **Metall. Trans. A.** 6 (1975) 2023–2030.
- [13] C. Donadille, R. Valle, P. Dervin, R. Penelle, *Development of texture and microstructure during cold-rolling and annealing of F.C.C. alloys : Example of an austenitic stainless steel*, **Acta Metall.** 37 (1989) 1547–1571.
- [14] M. Schwind, J. Källqvist, J.-O. Nilsson, J. Agren, H.-O. Andrén, *σ phase precipitation in stabilized austenitic stainless steels*, **Acta Mater.** 48 (2000) 2473–2481.
- [15] D. Wasnik, *Precipitation stages in a 316L austenitic stainless steel*, **Scr. Mater.** 49 (2003) 135–141.

- [16] C. Boudot, B. Boireau, A. Cottin, P. Lorenzetto, P. Bucci, O. Gillia, *Manufacture of a shield prototype for primary wall modules*, **Fusion Eng. Des.** 83 (2008) 1294–1299.
- [17] L.F. Moreschi, A. Pizzuto, I. Alessandrini, *Fabrication of a first wall panel by diffusion bonding*, **Fusion Eng. Des.** 61 (2002) 123–127.
- [18] Y. Bienvenu, *Assemblage par diffusion (soudage ou brasage)*, **Tech. Ing.** M747 (2010) p11.
- [19] D. Jiang, *Research on Hot Isostatic Pressing (HIP) of high performance ceramics in China*, **Proceeding HIP.** (1999) 185–193.
- [20] C. Bergmann, *HIP quenching in 2000 bar argon gas*, **Met. Powder Rep.** 45 (1990) 669–672.
- [21] R. Couturier, *Etude des propriétés mécaniques de l'acier 316LN élaboré par compression isostatique à chaud (CIC). Influence des paramètres de fabrication*, **Thèse de doctorat**, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1999.
- [22] B. Derby, E.R. Wallach, *Theoretical model for diffusion bonding*, **Met. Sci.** 16 (1982) 49–56.
- [23] B. Derby, E.R. Wallach, *Diffusion bonding: development of theoretical model*, **Met. Sci.** 18 (1984) 427–431.
- [24] A. Hill, E.R. Wallach, *Modelling solid-state diffusion bonding*, **Acta Metall.** 37 (1989) 2425–2437.
- [25] R. Ma, M. Li, H. Li, W. Yu, *Modeling of void closure in diffusion bonding process based on dynamic conditions*, **Sci. China Technol. Sci.** 55 (2012) 2420–2431.
- [26] D.S. Wilkinson, M.F. Ashby, *Pressure sintering by power law creep*, **Acta Metall.** 23 (1975) 1277–1285.
- [27] R.A. Perkins, *Tracer diffusion of ^{63}Ni in Fe-17 wt pct Cr-12 wt pct Ni*, **Metall. Trans.** 4 (1973) 1665–1669.
- [28] R.A. Perkins, R.A. Padgett, N.K. Tunali, *Tracer diffusion of ^{59}Fe and ^{51}Cr in Fe-17 wt pct Cr-12 wt pct Ni austenitic alloy*, **Metall. Trans.** 4 (1973) 2535–2540.
- [29] H.H. Yu, Z. Suo, *An axisymmetric model of pore-grain boundary separation*, **J. Mech. Phys. Solids.** 47 (1999) 1131–1155.
- [30] H. Wang, Z. Li, *Diffusive shrinkage of a void within a grain of a stressed polycrystal*, **J. Mech. Phys. Solids.** 51 (2003) 961–976.
- [31] H. Wang, *Stability and shrinkage of a cavity in stressed grain*, **J. Appl. Phys.** 95 (2004) 6025–6031.
- [32] H. Wang, Z. Li, *The three-dimensional analysis for diffusive shrinkage of a grain-boundary void in stressed solid*, **J. Mater. Sci.** 39 (2004) 3425–3432.
- [33] B. Derby, E.R. Wallach, *Diffusion bonds in copper*, **J. Mater. Sci.** 19 (1984) 3140–3148.
- [34] W.W. Basuki, O. Kraft, J. Aktaa, *Optimization of solid-state diffusion bonding of Hastelloy C-22 for micro heat exchanger applications by coupling of experiments and simulations*, **Mater. Sci. Eng. A.** 538 (2012) 340–348.

- [35] S.-X. Li, S.-T. Tu, F.-Z. Xuan, *A probabilistic model for prediction of bonding time in diffusion bonding*, **Mater. Sci. Eng. A.** 407 (2005) 250–255.
- [36] O. Ohashi, *Effect of welding atmosphere on residual gas in void at diffusion-welded joint*, **Proceeding IMAM.** 8 (1989) 203–208.
- [37] A.D. Ivanov, S. Sato, G. Le Marois, *Evaluation of hot isostatic pressing for joining of fusion reactor structural components*, **J. Nucl. Mater.** 283-287 (2000) 35–42.
- [38] J. Nakano, Y. Miwa, T. Tsukada, M. Kikuchi, S. Kita, Y. Nemoto, et al., *Characterization of 316L (N)-IG SS joint produced by hot isostatic pressing technique*, **J. Nucl. Mater.** 307 (2002) 1568–1572.
- [39] S. Sato, T. Kuroda, T. Kurasawa, K. Furuya, I. Togami, H. Takatsu, *Mechanical properties of HIP bonded joints of austenitic stainless steel and Cu-alloy for fusion experimental reactor blanket*, **J. Nucl. Mater.** 233-237 (1996) 940–944.
- [40] S. Sato, T. Hatano, T. Kuroda, K. Furuya, S. Hara, M. Enoda, et al., *Optimization of HIP bonding conditions for ITER shielding blanket/first wall made from austenitic stainless steel and dispersion strengthened copper alloy*, **J. Nucl. Mater.** 258 (1998) 265–270.
- [41] T. Kurasawa, H. Takatsu, S. Sato, S. Mori, T. Hashimoto, M. Nakahira, et al., *Ceramic breeding blanket development for experimental fusion reactor in JAERI*, **Fusion Eng. Des.** 27 (1995) 449–456.
- [42] O. Ohashi, T. Hashimoto, *Effect of surface roughness on diffusion welded joints*, **Trans. Natl. Res. Inst. Met.** 24 (1982) 202–206.
- [43] A. Wang, O. Ohashi, K. Ueno, *Effect of surface asperity on diffusion bonding*, **Mater. Trans.** 47 (2006) 179–184.
- [44] G.Q. Wu, Z.F. Li, G.X. Luo, H.Y. Li, Z. Huang, *Dynamic simulation of solid-state diffusion bonding*, **Mater. Sci. Eng. A.** 452-453 (2007) 529–535.
- [45] G.Q. Wu, Z.F. Li, G.X. Luo, Z. Huang, *The effects of various finished surfaces on diffusion bonding*, **Model. Simul. Mater. Sci. Eng.** 16 (2008) 085006.
- [46] O. Ohashi, K. Yoshihara, *Auger Microanalysis of surface film on diffusion-welded interface*, **Trans. Natl. Res. Inst. Met.** 28 (1986) 129–137.
- [47] V. Rougier, *Microstructure et endommagement d'une liaison bimétallique élaborée par soudage-diffusion*, **Thèse de doctorat**, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2000.
- [48] O. Ohashi, K. Tanuma, T. Kimura, *Behavior of oxide film at intimate contact zone of diffusion-welded interface*, **Trans. Natl. Res. Inst. Met.** 32 (1990) 85–94.
- [49] A. Wang, O. Ohashi, N. Yamaguchi, M. Aoki, Y. Higashi, *Cleaning of diffusion bonding surface by argon ion bombardment treatment*, **Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. Mater. At.** 206 (2003) 219–223.
- [50] M.J. Cox, R.W. Carpenter, M.J. Kim, *Interface nanochemistry effects on stainless steel diffusion bonding*, **Metall. Mater. Trans. A.** 33 (2002) 437–442.

- [51] J. Molimard, *Etude expérimentale du régime de lubrification en film mince - Application aux fluides de laminage*, **Thèse de doctorat**, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 1999.
- [52] L.A. Fernando, D.R. Zaremski, *Some fundamental aspects of annealing and pickling stainless steels*, **Metall. Trans. A.** 19 (1988) 1083–1100.
- [53] S. Gonzales, L. Combarmond, T. Minh Thi, Y. Wouters, A. Galerie, *Short Term Oxidation of Stainless Steels During Final Annealing*, **Mater. Sci. Forum.** 595-5298 (2008) 601–610.
- [54] J.M.K. Hildén, J.V.A. Virtanen, R.L.K. Ruoppa, *Mechanism of electrolytic pickling of stainless steels in a neutral sodium sulphate solution*, **Mater. Corros.** 51 (2000) 728–739.
- [55] L.-F. Li, P. Caenen, M.-F. Jiang, *Electrolytic pickling of the oxide layer on hot-rolled 304 stainless steel in sodium sulphate*, **Corros. Sci.** 50 (2008) 2824–2830.
- [56] B.S. Covino, J.V. Scalera, T.J. Driscoll, J.P. Carter, *Dissolution behavior of 304 stainless steel in HNO₃/HF mixtures*, **Metall. Trans. A.** 17 (1986) 137–149.
- [57] G. Kang, K. Lee, H. Park, J. Lee, Y. Jung, K. Kim, et al., *Quantitative analysis of mixed hydrofluoric and nitric acids using Raman spectroscopy with partial least squares regression*, **Talanta.** 81 (2010) 1413–1417.
- [58] L.-F. Li, P. Caenen, J.-P. Celis, *Chemical Pickling of 304 Stainless Steel in Fluoride- and Sulfate-Containing Acidic Electrolytes*, **J. Electrochem. Soc.** 152 (2005) 352–357.
- [59] L. Narváez, E. Cano, J.M. Bastidas, *Effect of ferric ions in AISI 316L stainless steel pickling using an environmentally-friendly H₂SO₄-HF-H₂O₂ mixture*, **Mater. Corros.** 54 (2003) 84–87.
- [60] G. Hulquist, *Thermal passivation of AISI 316 stainless steel in controlled vacuum*, **J. Vac. Sci. Technol.** 17 (1980) 85–88.
- [61] ASM international, **ASM handbook - Heating**, 4 (1991) 1234–1237.
- [62] D. Gorse, J.C. Joud, B. Baroux, *The effect of ageing on passive films formed on stainless steels by annealing in hydrogen atmospheres*, **Corros. Sci.** 33 (1992) 1455–1478.
- [63] M. Delucchi, A. Barbucci, R. Ricotti, G. Cerisola, *Quantitative evaluation of oxide impurities in bright annealed stainless steels for deep drawing*, **J. Appl. Electrochem.** 39 (2009) 2251–2255.
- [64] A.L. Cabrera, *In situ x-ray photoelectron spectroscopy/Auger electron spectroscopy studies of 302 stainless steel annealed in humidified H₂/N₂ atmospheres*, **J. Vac. Sci. Technol. A.** 7 (1989) 2681–2687.
- [65] A.L. Cruz Fabiano, *Modelling of crystal plasticity and grain boundary motion of 304L steel at the mesoscopic scale*, **Thèse de doctorat**, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2013.
- [66] B. Ravi Kumar, B. Mahato, N.R. Bandyopadhyay, D.K. Bhattacharya, *Comparison of rolling texture in low and medium stacking fault energy austenitic stainless steels*, **Mater. Sci. Eng. A.** 394 (2005) 296–301.

- [67] K.A. Whitehead, J. Verran, *The effect of surface properties and application method on the retention of Pseudomonas aeruginosa on uncoated and titanium-coated stainless steel*, **Int. Biodeterior. Biodegrad.** 60 (2007) 74–80.
- [68] G. Herting, I. Odnevall Wallinder, C. Leygraf, *Factors that influence the release of metals from stainless steels exposed to physiological media*, **Corros. Sci.** 48 (2006) 2120–2132.
- [69] T. Nelis, R. Payling, *Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy: A Practical Guide*, **Neil W. Barnett**, 2003.
- [70] M. Reinert, *Influence de la composition chimique et de la microstructure sur le dégazage de l'hydrogène des aciers inoxydables austénitiques destinés à l'ultravide*, **Thèse de doctorat**, Université Paris XI Orsay, 1996.
- [71] J. Amri, T. Souier, B. Malki, B. Baroux, *Effect of the final annealing of cold rolled stainless steels sheets on the electronic properties and pit nucleation resistance of passive films*, **Corros. Sci.** 50 (2008) 431–435.
- [72] N. Trigoulet, T. Hashimoto, I.S. Molchan, P. Skeldon, G.E. Thompson, A. Tempez, et al., *Surface topography effects on glow discharge depth profiling analysis*, **Surf. Interface Anal.** 42 (2010) 328–333.
- [73] P. Sarrazin, A. Galerie, J. Fouletier, J. Philibert, *Les Mécanismes de la corrosion sèche: Une approche cinétique*, **EDP sciences**, Les Ulis (France), 2000.
- [74] Y. Minami, *Effect of some elements and temperature on the surface segregation of boron nitride*, **J. Vac. Sci. Technol. Vac. Surf. Films.** 7 (1989) 1585–1588.
- [75] M.P. Henriques, R.J.A. Sousa, R.A.F. Valente, *Numerical implicit strategies for wrinkling prediction in free and flange forming of anisotropic sheets*, **Int. J. Mater. Form.** 3 (2010) 907–910.
- [76] E.O. Hall, *The deformation and ageing of mild steel - II. Characteristics of the Lüders deformation*, **Proc. Phys. Soc. Sect. B.** 64 (1951) 742–747.
- [77] K.J. Irvine, T. Gladman, F.P. Pickering, *The strength of austenitic stainless steels*, **J. Iron Steel Inst.** 207 (1969) 379–390.
- [78] J. Ganesh Kumar, M. Chowdary, V. Ganesan, R.K. Paretkar, K. Bhanu Sankara Rao, M.D. Mathew, *High temperature design curves for high nitrogen grades of 316LN stainless steel*, **Nucl. Eng. Des.** 240 (2010) 1363–1370.
- [79] M.D. Mathew, K. Laha, V. Ganesan, *Improving creep strength of 316L stainless steel by alloying with nitrogen*, **Mater. Sci. Eng. A.** 535 (2012) 76–83.
- [80] K.G. Samuel, S.L. Mannan, V.M. Radhakrishnan, *The temperature dependence of the residual strength and ductility of a type-316 LN austenitic stainless-steel after prior cold work by tension and swaging*, **J. Mater. Process. Technol.** 38 (1993) 517–526.
- [81] M. Weiss, W. Ryan, B. Rolfe, C. Yang, F. Barlat, Y.H. Moon, et al., *The effect of skin passing on the material behavior of metal strip in pure bending and tension*, **Proceeding AIP.** (2010) 896–902.

- [82] N. Mathieau, *Modélisation numérique du procédé de planage des bandes minces*, **Thèse de doctorat**, Université Paul Verlaine de Metz, 2011.
- [83] N. Bouquet, *Etude de l'assemblage de l'alliage 800L par soudage diffusion*, **Rapp. Tech. CEA DTBH/DR/2011/092**. (2011) p76.
- [84] F.J. Humphreys, *Recrystallization and related annealing phenomena*, 2nd ed, **Elsevier**, Amsterdam ; Boston, 2004.
- [85] G. Gottstein, *Grain boundary migration in metals : thermodynamics, kinetics, applications*, **CRC Press**, 1999.
- [86] W. Read, W. Shockley, *Dislocation Models of Crystal Grain Boundaries*, **Phys. Rev.** 78 (1950) 275–289.
- [87] M. Winning, G. Gottstein, L.S. Shvindlerman, *On the mechanisms of grain boundary migration*, **Acta Mater.** 50 (2002) 353–363.
- [88] Y. Huang, F.J. Humphreys, M. Ferry, *The annealing behaviour of deformed cube-oriented aluminium single crystals*, **Acta Mater.** 48 (2000) 2543–2556.
- [89] G. Hasson, J.-Y. Boos, I. Herbeuval, M. Biscondi, C. Goux, *Theoretical and experimental determinations of grain boundary structures and energies : Correlation with various experimental results*, **Surf. Sci.** 31 (1972) 115–137.
- [90] J.E. Burke, D. Turnbull, *Recrystallization and grain growth*, **Prog. Met. Phys.** 3 (1952) 220–292.
- [91] M. Hillert, *On the theory of normal and abnormal grain growth*, **Acta Metall.** 13 (1965) 227–238.
- [92] J. Von Neumann, **ASM, Met. Interfaces.** (1952) 108.
- [93] W.W. Mullins, *Two-Dimensional Motion of Idealized Grain Boundaries*, **J. Appl. Phys.** 27 (1956) 900–904.
- [94] G. Abbruzzese, I. Heckelmann, K. Lücke, *Statistical theory of two-dimensional grain growth - I. The topological foundation*, **Acta Metall. Mater.** 40 (1992) 519–532.
- [95] K. Lücke, I. Heckelmann, G. Abbruzzese, *Statistical theory of two-dimensional grain growth - II. Kinetics of grain growth*, **Acta Metall. Mater.** 40 (1992) 533–542.
- [96] K. Lücke, R. Brandt, G. Abbruzzese, *Normal and abnormal grain growth as transient phenomena*, **Interface Sci.** 6 (1998) 67–76.
- [97] J. Mizera, J.W. Wyrzykowski, K.J. Kurzydłowski, *Description of the kinetics of normal and abnormal grain growth in austenitic stainless steel*, **Mater. Sci. Eng. A.** 104 (1988) 157–162.
- [98] J.S. Choi, D.Y. Yoon, *The temperature dependence of abnormal grain growth and grain boundary faceting in 316L stainless steel*, **ISIJ Int.** 41 (2001) 478–483.
- [99] D.J. Srolovitz, G.S. Grest, M.P. Anderson, *Computer simulation of grain growth - V. Abnormal grain growth*, **Acta Metall.** 33 (1985) 2233–2247.

- [100] C.V. Thompson, H.J. Frost, F. Spaepen, *The relative rates of secondary and normal grain growth*, **Acta Metall.** 35 (1987) 887–890.
- [101] J.C. Dutra, F. Siciliano, A.F. Padilha, *Interaction Between Second-Phase Particle Dissolution and Abnormal Grain Growth in an Austenitic Stainless Steel*, **Mater. Res.** 5 (2002) 379–384.
- [102] A.F. Padilha, R.L. Plaut, P.R. Rios, *Annealing of Cold-worked Austenitic Stainless Steels*, **ISIJ Int.** 43 (2003) 135–143.
- [103] P.R. Rios, *Abnormal grain growth development from uniform grain size distributions*, **Acta Mater.** 45 (1997) 1785–1789.
- [104] C. Antonione, G. Della Gatta, G. Riontino, G. Venturello, *Grain growth and secondary recrystallization in iron*, **J. Mater. Sci.** 8 (1973) 1–10.
- [105] C. Antonione, F. Marino, G. Riontino, M.C. Tabasso, *Effect of slight deformations on grain growth in iron*, **J. Mater. Sci.** 12 (1977) 747–750.
- [106] G. Riontino, C. Antonione, L. Battezzati, F. Marino, M.C. Tabasso, *Kinetics of abnormal grain growth in pure iron*, **J. Mater. Sci.** 14 (1979) 86–90.
- [107] C. Antonione, L. Battezzati, A. Lucci, G. Riontino, M.C. Tabasso, *A statistical investigation of normal and abnormal grain growth in iron*, **J. Mater. Sci.** 15 (1980) 1730–1735.
- [108] G. Owen, V. Randle, *On the role of iterative processing in grain boundary engineering*, **Scr. Mater.** 55 (2006) 959–962.
- [109] S. Mahalingam, P.E.J. Flewitt, J.F. Knott, *Effect of pre-strain on grain size distributions in 316H austenitic stainless steel*, **J. Mater. Sci.** 47 (2012) 960–968.
- [110] N. Bozzolo, A. Agnoli, N. Souaï, M. Bernacki, R.E. Logé, *Strain Induced Abnormal Grain Growth in Nickel Base Superalloys*, **Mater. Sci. Forum.** 753 (2013) 321–324.
- [111] G.S. Grest, D.J. Srolovitz, M.P. Anderson, *Computer simulation of grain growth—IV. Anisotropic grain boundary energies*, **Acta Metall.** 33 (1985) 509–520.
- [112] A.D. Rollett, D.J. Srolovitz, M.P. Anderson, *Simulation and theory of abnormal grain growth—anisotropic grain boundary energies and mobilities*, **Acta Metall.** 37 (1989) 1227–1240.
- [113] E.A. Holm, M.A. Miodownik, A.D. Rollett, *On abnormal subgrain growth and the origin of recrystallization nuclei*, **Acta Mater.** 51 (2003) 2701–2716.
- [114] S. Mishra, V. Kumar, *Co-precipitation of copper-manganese sulphide in Fe-3%Si steel*, **Mater. Sci. Eng. B.** 32 (1995) 177–184.
- [115] S. Illescas, J. Fernández, J.M. Guilemany, *Kinetic analysis of the austenitic grain growth in HSLA steel with a low carbon content*, **Mater. Lett.** 62 (2008) 3478–3480.
- [116] H. Sassoulas, *Traitements thermiques des aciers inoxydables*, **Tech. Ing.** M1155 (1997) p24.
- [117] N. Hirota, F. Yin, T. Inoue, T. Azuma, *Recrystallization and Grain Growth Behavior in Severe Cold-rolling Deformed SUS316L Steel under Anisothermal Annealing Condition*, **ISIJ Int.** 48 (2008) 475–482.

- [118] C. Planard, *Mise au point d'une gamme de nettoyage pour le HR120 et le TA6V*, **Rapp. Tech. CEA DTBH/DL/2012/065**. (2012) p121.
- [119] H. Hahn, H. Gleiter, *The effect of pressure on grain growth and boundary mobility*, **Scr. Metall.** 13 (1979) 3–6.
- [120] M. Grumbach, L. Roesch, *L'essai de traction - Propriétés d'emploi des aciers*, **OTUA**, 2006.
- [121] E. Rigal, N. Bouquet, I. Chu, F. Vidotto, *Echangeurs soudés diffusés en acier 316 pour ASTRID - Fabrication et caractérisation de blocs d'essai*, **Rapp. Tech. DTBH/DR/2012/088 Ind B**. (2012) p37.
- [122] J.-P. Bonthonneau, A. Bougault, J.-L. Flament, T.K. Nguyen, V. Rabeau, P. Wident, *Premières caractérisations mécaniques et microstructurales sur produits représentatifs de l'ECSG du SCE Gaz*, **Note Essai CEA DEN/DANS/DMN/SRMA/LC2M/NE/2013-45/A**. (2013) p23.
- [123] C.S. Cook, A.T. Male, *Evaluation procedures and processing effects in diffusion bonding 304 stainless steel*, **8th Manuf. Eng. Trans. North Am. Manuf. Res. Conf.** (1980) 214–222.
- [124] C. Biscarrat, *ASTRID, SCE Gaz : Calculs thermomécaniques de l'ECSG - Résultats préliminaires*, **Note Tech. CEA DEN/CAD/DTN/STPA/LCIT/NT/2013-018 Ind A**. (2013) p44.
- [125] K. Thibault, *Influence de la microstructure sur le glissement intergranulaire lors du fluage d'un superalliage pour disques*, **Thèse de doctorat**, Université de Grenoble, 2012.
- [126] F. Saint-Antonin, *Essais de fluage*, **Tech. Ing. M140** (1995) p16.
- [127] H. Garcke, B. Nestler, B. Stoth, *A multiphase field concept: numerical simulations of moving phase boundaries and multiple junctions*, **SIAM J. Appl. Math.** 60 (1999) 295–315.
- [128] J.W. Christian, *The theory of transformations in metals and alloys: an advanced textbook in physical metallurgy*, 2d ed, **Pergamon Press**, Oxford ; New York, 1975.
- [129] B. Hugonnet, *Soudage par diffusion de tôles par Compression Isostatique à Chaud*, **Rapp. Tech. CEA DTBH/DR/2013/111**. (2013) p58.
- [130] A.D. Rollett, *Overview of modeling and simulation of recrystallization*, **Prog. Mater. Sci.** 42 (1997) 79–99.
- [131] H.W. Hesselbarth, I.R. Göbel, *Simulation of recrystallization by cellular automata*, **Acta Metall. Mater.** 39 (1991) 2135–2143.
- [132] K. Kawasaki, T. Nagai, K. Nakashima, *Vertex models for two-dimensional grain growth*, **Philos. Mag. Part B**. 60 (1989) 399–421.
- [133] L.-Q. Chen, *A novel computer simulation technique for modeling grain growth*, **Scr. Metall. Mater.** 32 (1995) 115–120.
- [134] H.-K. Zhao, T. Chan, B. Merriman, S. Osher, *A Variational Level Set Approach to Multiphase Motion*, **J. Comput. Phys.** 127 (1996) 179–195.

- [135] R. Logé, M. Bernacki, H. Resk, H. Dignonnet, T. Coupez, *Numerical Modelling of Plastic Deformation and Subsequent Recrystallization in Polycrystalline Materials, Based on a Digital Material Framework*, **Mater. Sci. Forum.** 558-559 (2007) 1133–1138.
- [136] A. Zouaghi, *Modélisation numérique multi-échelle de la CIC de poudres métalliques à l'échelle d'un VER*, **Thèse de doctorat**, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2012.
- [137] R. Logé, M. Bernacki, H. Resk, L. Delannay, H. Dignonnet, Y. Chastel, et al., *Linking plastic deformation to recrystallization in metals using digital microstructures*, **Philos. Mag.** 88 (2008) 3691–3712.
- [138] M. Bernacki, H. Resk, T. Coupez, R.E. Logé, *Finite element model of primary recrystallization in polycrystalline aggregates using a level set framework*, **Model. Simul. Mater. Sci. Eng.** 17 (2009) n° 064006.
- [139] M. Bernacki, Y. Chastel, T. Coupez, R.E. Logé, *Level set framework for the numerical modelling of primary recrystallization in polycrystalline materials*, **Scr. Mater.** 58 (2008) 1129–1132.
- [140] M. Bernacki, R.E. Logé, T. Coupez, *Level set framework for the finite-element modelling of recrystallization and grain growth in polycrystalline materials*, **Scr. Mater.** 64 (2011) 525–528.
- [141] E. Roux, M. Bernacki, P.O. Bouchard, *A level-set and anisotropic adaptive remeshing strategy for the modeling of void growth under large plastic strain*, **Comput. Mater. Sci.** 68 (2013) 32–46.
- [142] K. Hitti, P. Laure, T. Coupez, L. Silva, M. Bernacki, *Precise generation of complex statistical Representative Volume Elements (RVEs) in a finite element context*, **Comput. Mater. Sci.** 61 (2012) 224–238.
- [143] S. Osher, J.A. Sethian, *Fronts propagating with curvature-dependent speed: Algorithms based on Hamilton-Jacobi formulations*, **J. Comput. Phys.** 79 (1988) 12–49.
- [144] D. Brélaç, *New methods to color the vertices of a graph*, **Commun. ACM.** 22 (1979) 251–256.

Annexes

ANNEXE A : TECHNIQUES EXPERIMENTALES	164
I. Protocole d'analyse par Spectroscopie à Décharge Luminescente	164
II. Préparation des lames minces.....	166
ANNEXE B : PLANS DES EPROUVETTES POUR L'ETUDE DES PROPRIETES MECANIQUES	167
ANNEXE C : MODELE D'ABBRUZZESE.....	170
ANNEXE D : ANALYSE INCLUSIONNAIRE DES ASSEMBLAGES.....	172
ANNEXE E : SOUDAGE PAR DIFFUSION DE L'ACIER 316Ti	175
I. Microstructure.....	175
II. Propriétés mécaniques	176
ANNEXE F : MODELE ANALYTIQUE D'UNE JONCTION TYPE T.....	177
ANNEXE G : ANGLE DES JOINTS DE GRAINS DEBOUCHANT A LA SURFACE DES TOLES	179

ANNEXE A : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

I. Protocole d'analyse par Spectroscopie à Décharge Luminescente

La Spectrométrie à Décharge Luminescente (SDL) permet l'analyse élémentaire de pratiquement tous les éléments de la classification périodique. Cette technique est particulièrement bien adaptée à l'analyse des surfaces car elle possède une très bonne résolution en profondeur de l'ordre du nanomètre. L'appareil fonctionne sur le principe d'érosion et d'excitation des espèces érodées par un plasma d'argon auquel est couplé un spectromètre. L'appareil utilisé est de type GD-Profilier de marque Horiba-Jobin Yvon couplé à un spectromètre optique. Les paramètres de la source ont été optimisés pour le matériau de l'étude pour des analyses de surfaces, Tableau A.1. Ces conditions permettent l'obtention d'un cratère d'érosion à fond plat ou légèrement convexe ce qui est primordial pour une bonne résolution en profondeur [69].

Puissance (W)	Pression (MPa)	Module	Phase
30	630	7,55	3,85

Tableau A.1 : Paramètres optimisés de la source pour les analyses SDL de tôle en acier 1.4404.

Différentes fréquences d'acquisition sont utilisées afin d'obtenir un maximum d'informations en surface tout en minimisant le nombre de points affichés dans les couches épaisses où les signaux varient peu. Les paramètres d'acquisition utilisés pour cette étude sont les suivants :

- 1point/ms pendant 10s,
- 1point/10ms pendant 30s,
- 1point/100ms pendant 90s.

Ces données sont ensuite lissées afin d'obtenir des courbes moins bruitées tout en vérifiant qu'aucune variation ne soit perdue, Figure A.1. Du bruit est en effet présent à cause d'un problème d'incompatibilité entre la vitesse d'acquisition et le temps de pré-intégration.

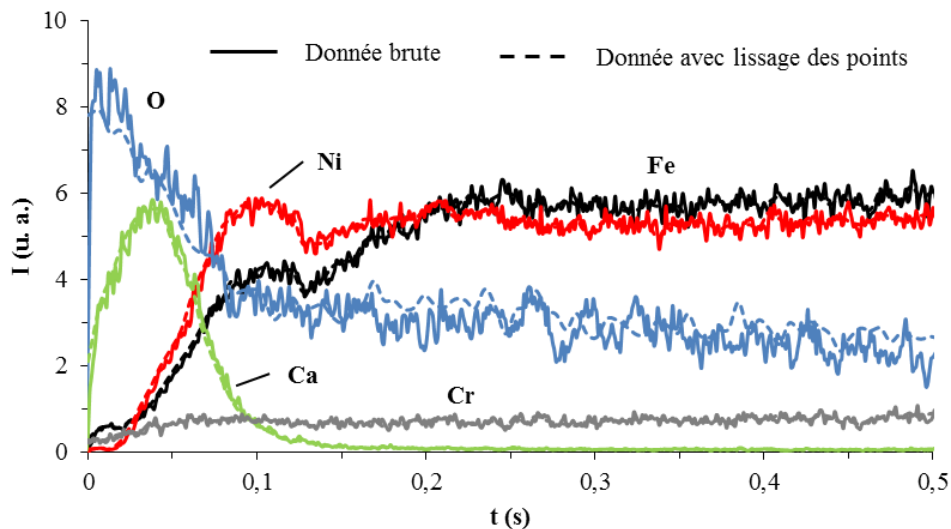


Figure A.1 : Influence du traitement des données sur les profils en intensité d'une analyse SDL.

Pour plus de clarté, seulement quelques éléments sont affichés. Néanmoins, les éléments spécifiés par la norme des alliages (Fe, Cr, Ni, Mo, Mn, Si, P, S, N et C) ainsi que les éléments de pollution/contamination provenant de l'élaboration du matériau et de l'étape de nettoyage sont étudiés. Le diamètre de l'anode est suffisamment grand, 4mm, pour garantir une bonne reproductibilité des mesures, Figure A.2.

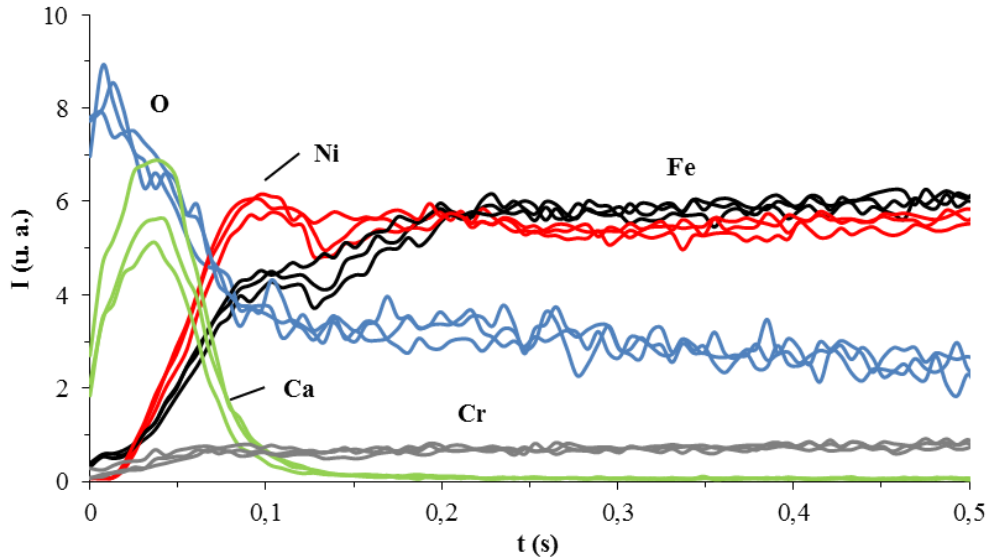


Figure A.2 : Profils en intensité de trois analyses SDL pour différents éléments sur l'acier 1.4404 2B.

La profondeur du cratère est mesurée par profilométrie et les profils sont ainsi exprimés en fonction de la profondeur au lieu du temps d'abrasion. Pour cela, des analyses à plusieurs temps d'abrasion (3, 5 et 7min) sont réalisées et la profondeur du cratère correspondante est mesurée avec l'InfiniteFocus®, Figure A.3 (a). Les échantillons utilisés ont été polis mécaniquement afin d'éliminer la couche d'oxyde et la rugosité et la mesure est répétée trois fois. Par régression linéaire, la vitesse d'érosion calculée pour un acier 1.4404 est de 58nm/s, Figure A.3 (b).

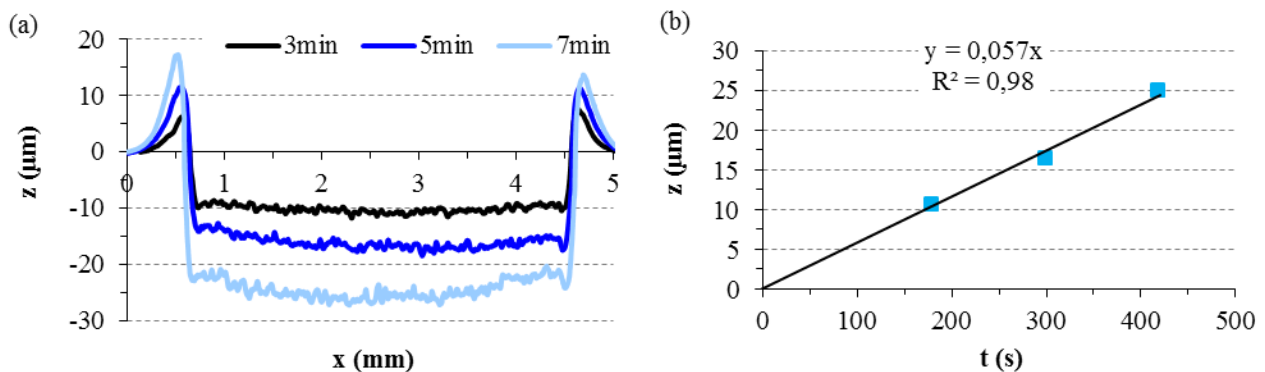


Figure A.3 : Profils des cratères SDL mesurés avec l'InfiniteFocus® selon le temps d'abrasion (a) et détermination de la vitesse d'érosion des analyses (b).

Pour l'étude, les analyses SDL sont représentées en convertissant le temps d'analyse en profondeur d'analyse. La profondeur d'analyse doit cependant être prise avec précaution et donne seulement un ordre de grandeur. La vitesse de pulvérisation dépend de la composition chimique de la couche analysée lorsque les paramètres de la source sont identiques, Équation A.1. Une couche d'oxyde et/ou la présence d'impuretés en surface modifie donc la vitesse d'érosion dans cette couche. Quand le matériau étudié est composé de plusieurs éléments, la surface sera préférentiellement

enrichie avec le matériau à plus faible vitesse d'érosion et c'est cet élément qui déterminera la vitesse d'érosion du matériau. C'est particulièrement vrai pour le carbone.

$$v_i = c_{iM} c_{QM} I(U - U') \quad \text{Équation A.1}$$

avec C_{iM} : Concentration de l'élément i dans la matrice M ,
 C_{QM} : Constante dépendant du matériau et reliée à la probabilité qu'un atome soit éjecté lors d'un impact par un ion argon,
 I : Courant de décharge,
 U : Tension de la lampe,
 U' : Tension d'amorçage au-dessous de laquelle la pulvérisation est insignifiante.

II. Préparation des lames minces

Le protocole de préparation des lames minces pour l'analyse d'une jonction soudée-diffusée est délicate et demande un repérage précis de la dite jonction. La procédure utilisée est la suivante :

- Une petite lame perpendiculaire au plan d'interface et contenant une jonction soudée-diffusée est préalablement découpée à la tronçonneuse (épaisseur 2mm).
- Cette lame est polie mécaniquement sur papier abrasif jusqu'à une épaisseur d'environ 500 μm .
- La position de la jonction est indiquée en réalisant des empreintes de microdureté.
- Une pastille rectangulaire contenant la jonction est ensuite extraite de cette lame.
- Cette pastille est ensuite amincie jusqu'à une épaisseur de 50 μm avec une meuleuse concave puis l'amincissement final est réalisé par bombardement ionique.

La lame mince, ainsi préparée, est tout d'abord observée au MEB afin de s'assurer que le trou soit positionné sur la jonction, Figure A.4 (a,b). Si besoin, le trou est élargi.

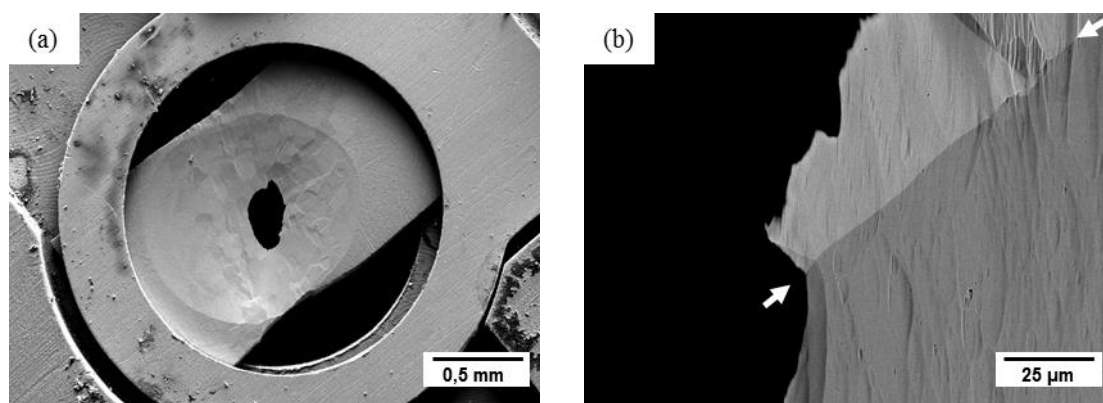


Figure A.4 : Observations au MEB d'une lame mince (a,b).

ANNEXE B : PLANS DES EPROUVETTES POUR L'ETUDE DES PROPRIETES MECANIQUES

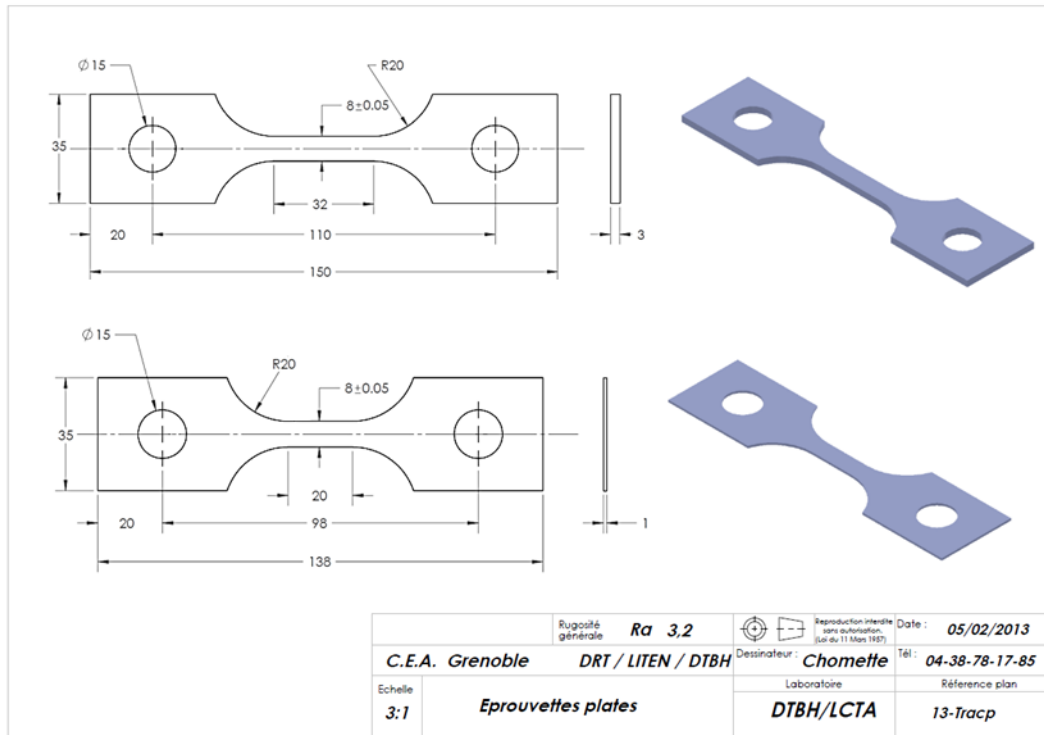


Figure B.1 : Plan des éprouvettes de traction plates inspiré de la norme ISO 6892-1 : 2009.

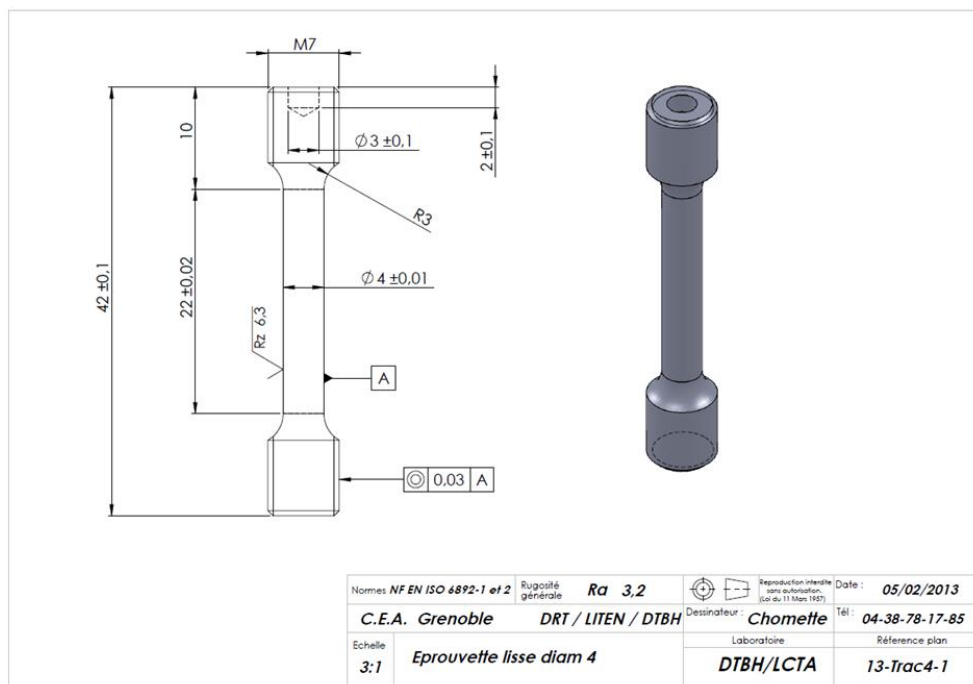


Figure B.2 : Plan de l'éprouvette de traction lisse axisymétrique de diamètre 4mm selon la norme ISO 6892-1 : 2009.

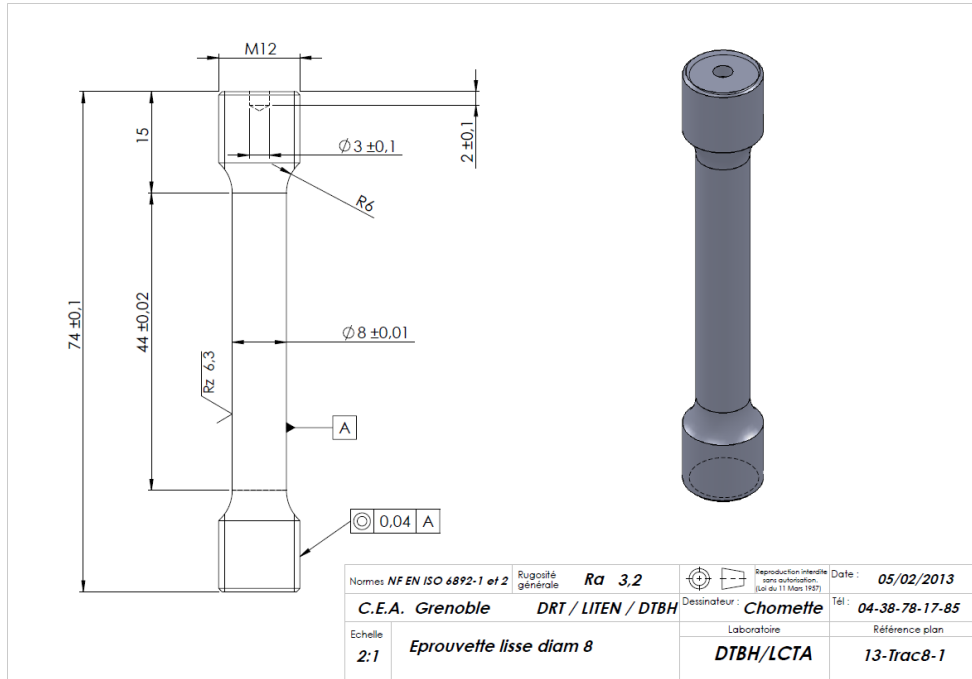


Figure B.3 : Plan de l'éprouvette de traction lisse axisymétrique de diamètre 8mm selon la norme ISO 6892-1 : 2009.

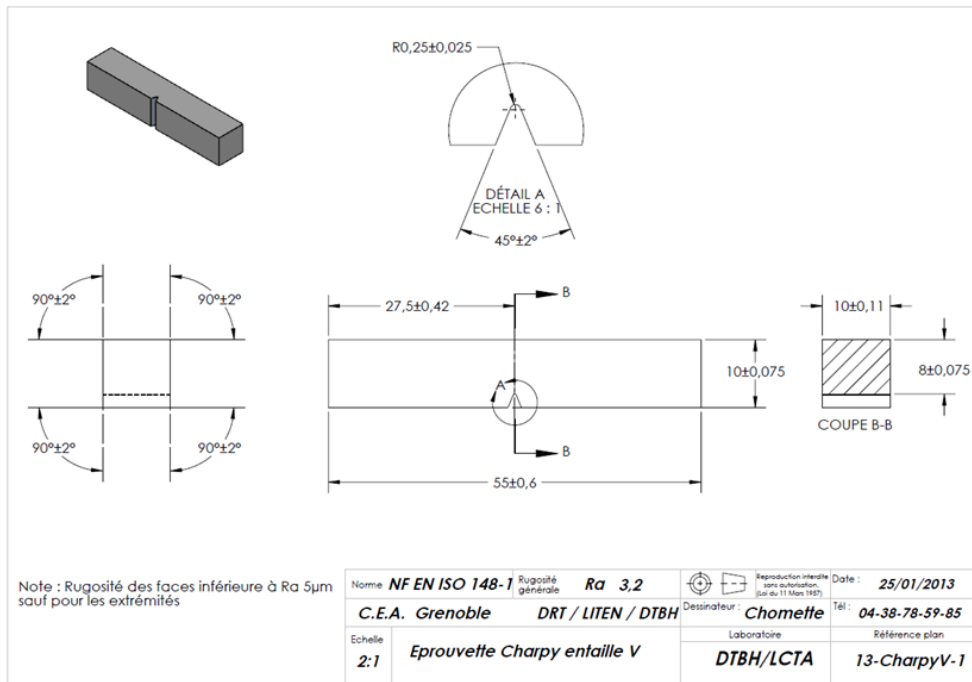


Figure B.4 : Plan de l'éprouvette de flexion par choc sur éprouvette Charpy avec entaille en V selon la norme ISO 148-1 : 2006.

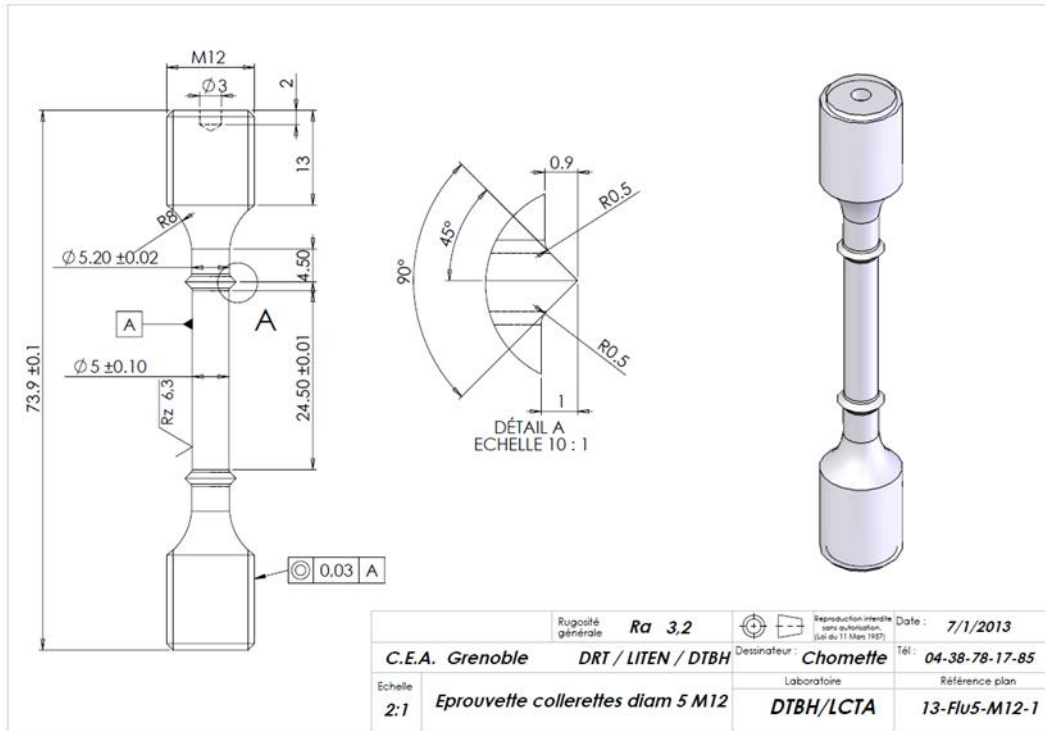


Figure B.5 : Plan de l'éprouvette de fluage inspiré de la norme ISO 204 : 2009.

ANNEXE C : MODELE D'ABBRUZZESE

L'équation centrale du modèle d'Abbruzzese est l'Équation 2.14. Le matériau de l'étude étant isotrope, l'énergie γ des joints de grains est constante. La seule variable est donc la mobilité m des joints de grains. Ce paramètre est optimisé par couple température/temps afin de minimiser l'erreur numérique L2, Équation C.1.

$$L2 (\%) = \sqrt{\frac{\sum (f_{ex} - f_{num})^2}{\sum f_{ex}^2}} \times 100 \quad \text{Équation C.1}$$

avec f_{ex} la fraction cumulée expérimentale et f_{num} la fraction cumulée numérique. Au cours des calculs, des grains sont éliminés lorsque leur rayon devient négatif et de ce fait, la condition de conservation de la matière n'est pas respectée. Une augmentation de l'aire totale des grains est effectivement observée au cours des calculs. Ce problème peut être réduit en diminuant le pas de temps utilisé, typiquement 0,1s. Pour réduire le temps de calcul, le pas de temps utilisé dans les calculs présentés ci-dessous est de 10s ce qui correspond à une augmentation faible de l'aire totale du système, en moyenne 2%. La non conservation de la matière, pour ce pas de temps, n'a cependant aucune incidence sur les résultats obtenus. Les résultats sont synthétisés dans le Tableau C.1 pour les couples température/temps de l'étude.

	0,25h	1h	3h	12h
1010°C	0,3	0,3	0,49	7,1
1050°C	0,4	2,9	6,1	8,6
1090°C	2,8	7,8	8,6	9,0
1130°C	6,2	6,0	7,8	9,8

Tableau C.1 : Erreur numérique L2 sur la fraction cumulée entre le modèle d'Abbruzzese et les résultats expérimentaux.

Pour l'ensemble des couples température/temps de l'étude, l'erreur sur la fraction cumulée entre les résultats expérimentaux et les calculs numériques est modérée (inférieure à 10%). Des divergences plus importantes sont observées sur certains points, notamment lorsque le temps de maintien est long ($t=12h$). Pour ces points, l'erreur est en effet plus importante car le nombre de grains après simulation devient faible, environ 300 grains pour une température de 1130°C par exemple, malgré l'utilisation d'un nombre important de grains à l'état de départ (17 000 grains). Cette erreur n'est donc pas liée au modèle mais au nombre limité de grains en donnée d'entrée.

La Figure C.1 (a) illustre la comparaison des résultats obtenus avec le modèle d'Abbruzzese et les résultats expérimentaux pour un couple température/temps donné. L'erreur observée est plus importante pour les petits et les gros grains. La représentation des résultats sous forme d'histogramme permet également de visualiser cet effet, Figure C.1 (b). L'erreur numérique L2 est également calculée en considérant les résultats sous la forme de cet histogramme. Il apparaît que l'erreur est très importante ($L2=86,3\%$) et ceci est également le cas pour la majorité des couples température/temps considérée. Le modèle d'Abbruzzese n'est donc pas approprié, pour les matériaux de l'étude, pour décrire l'évolution de la microstructure au cours de traitements thermiques à partir d'une distribution de taille de grains initiale.

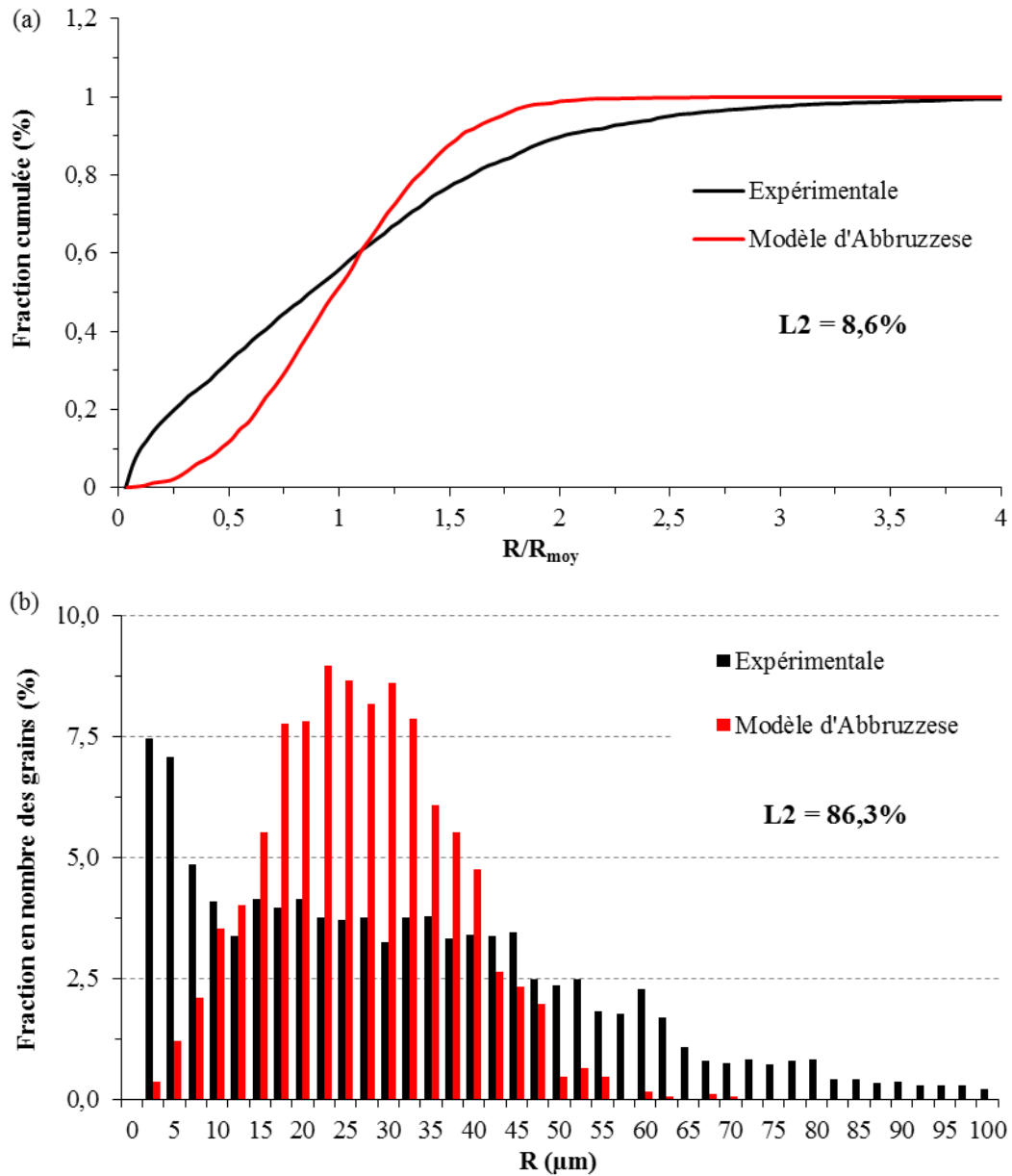
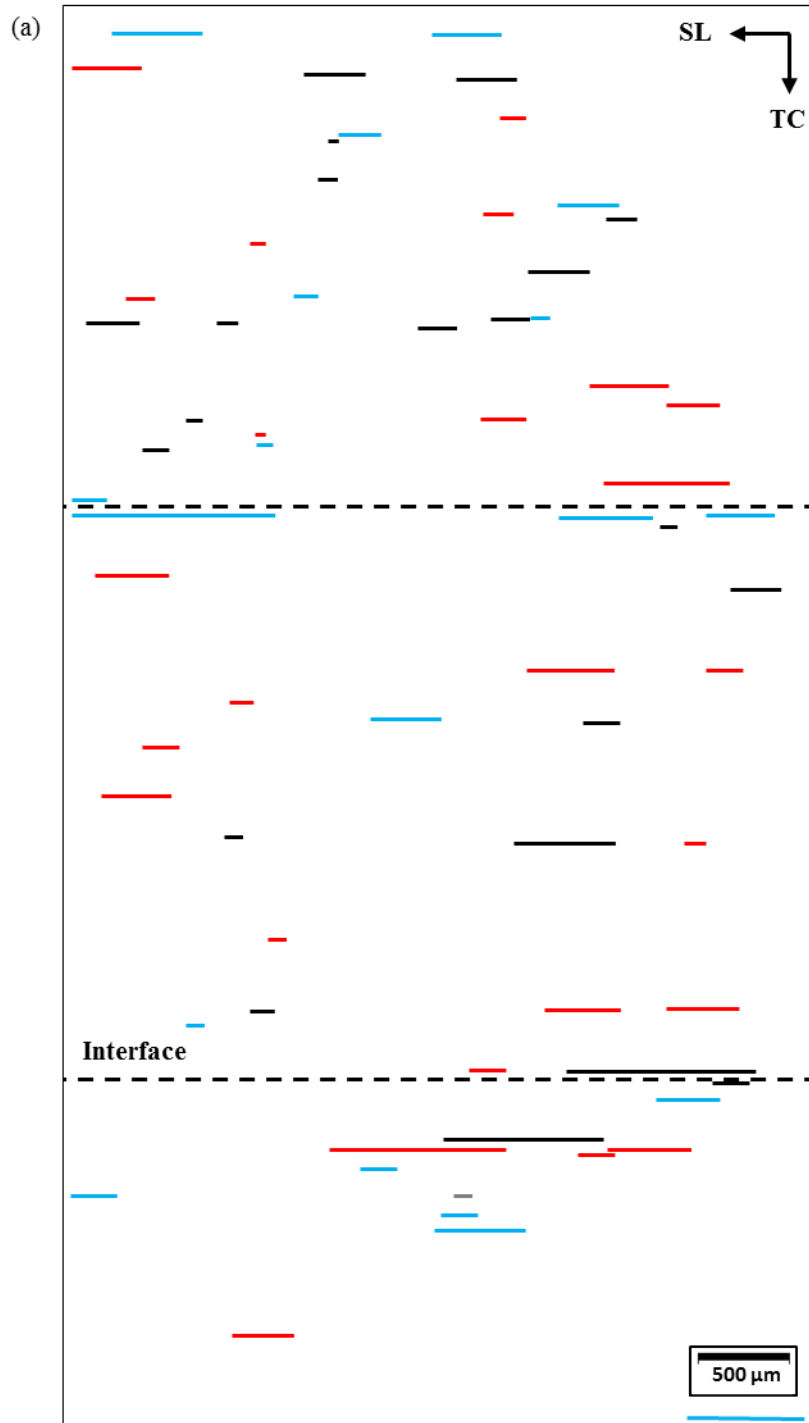
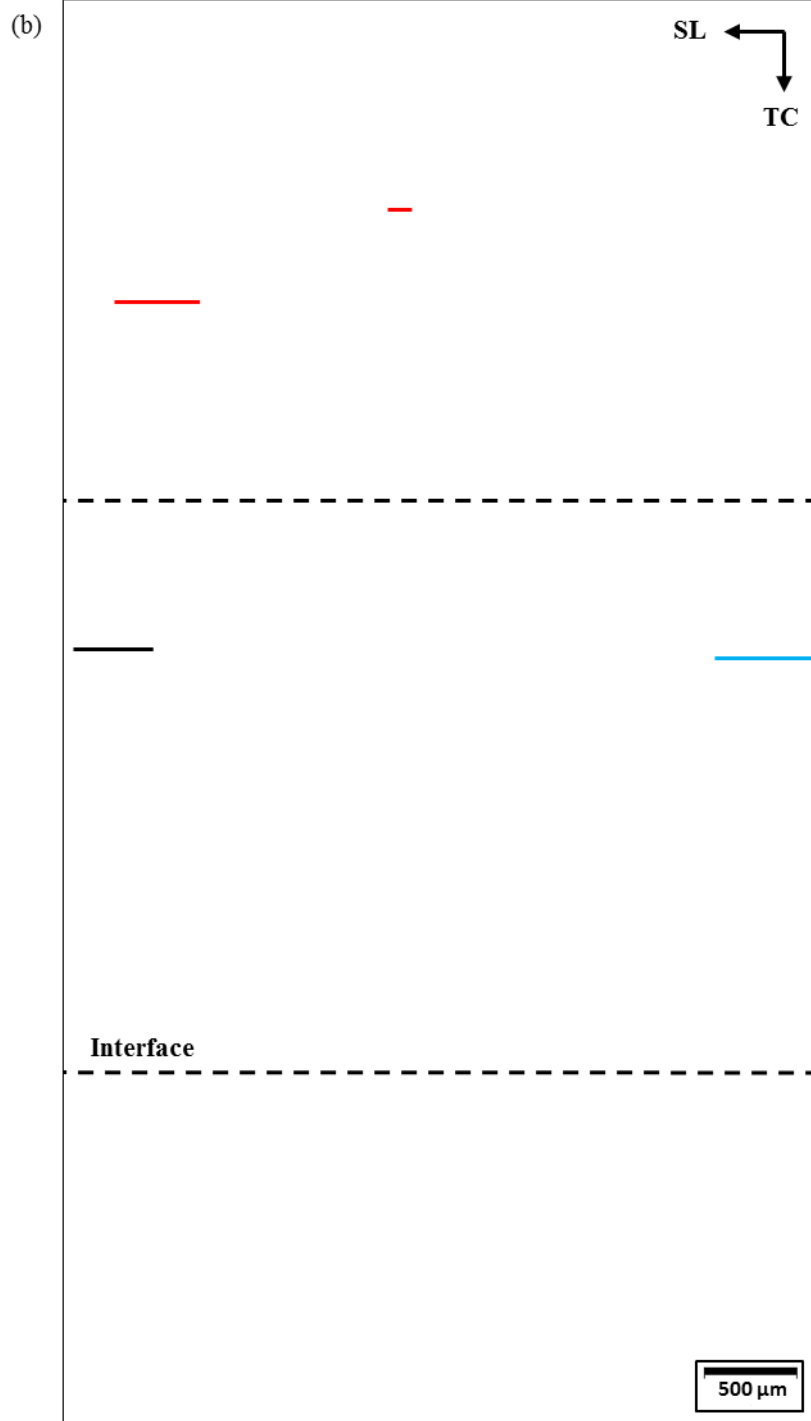


Figure C.1 : Comparaison des résultats obtenus avec le modèle d'Abbruzzese et les résultats expérimentaux pour un traitement thermique de 1090°C/3h : fraction cumulée (a) et distribution en nombre des grains (b).

ANNEXE D : ANALYSE INCLUSIONNAIRE DES ASSEMBLAGES

La distribution des alignements d'inclusions dans le BLOC référence en acier 1.4404 2B, le BLOC B-2 en acier 1.4404 2R et le BLOC C-1 en acier 1.4404 1mm est déterminée à partir d'observations au MO, Figure D.1. La position des interfaces pour le BLOC référence et le BLOC C-1 est indiquée avec une précision de +/- 50µm.





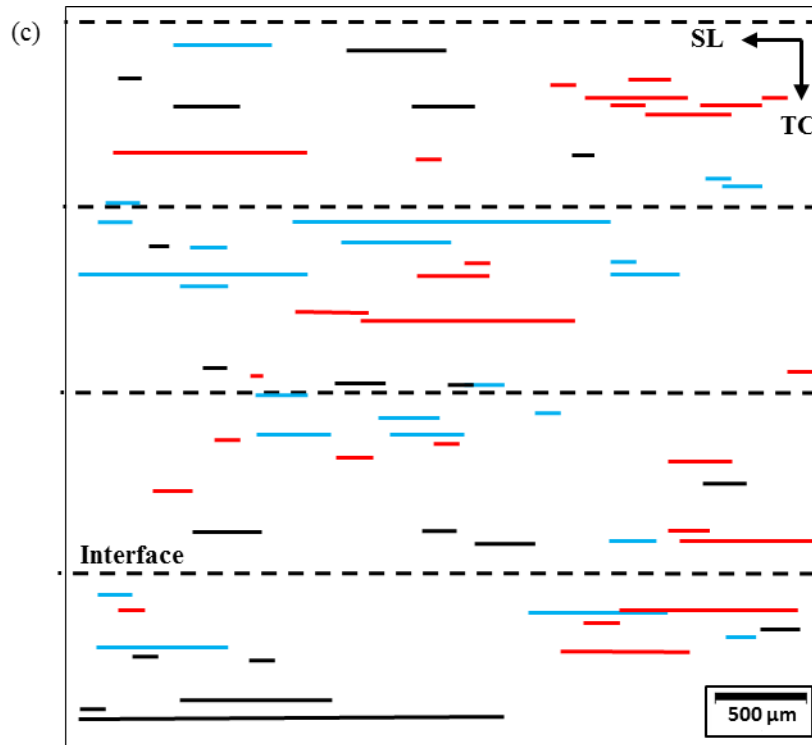


Figure D.1 : Distribution des alignements d'inclusions dans le BLOC référence (a), le BLOC B-2 (b) et le BLOC C-1 (c). Chaque couleur correspond à une image et donc une zone différente.

A partir de ces micrographies, la distance moyenne et la fraction en nombre des alignements d'inclusions sont mesurées. La longueur de chaque alignement d'inclusions est évaluée par analyse d'images. Le nombre N_i d'alignements d'inclusions est compté et une fraction en nombre par millimètre carré N_A est finalement obtenue à partir de l'aire totale d'analyse A_t selon l'Équation D.1. La surface d'analyse est de $4,1 \times 7,6 \text{ mm}^2$ et de $4,1 \times 4 \text{ mm}^2$ pour les tôles de 3mm et 1mm d'épaisseur respectivement. Les résultats sont résumés dans le Tableau D.1.

$$N_A = \frac{N_i}{A_t} \quad \text{Équation D.1}$$

Certains alignements d'inclusions sont très longs, supérieurs à $1000 \mu\text{m}$, alors que beaucoup mesurent entre $200\text{-}400 \mu\text{m}$ de long et ceci se traduit par une incertitude élevée sur la longueur moyenne des alignements d'inclusions. De la même façon, l'incertitude élevée sur la fraction moyenne en nombre s'explique par l'hétérogénéité d'inclusions d'une tôle à une autre.

Notation assemblage	Longueur moyenne des alignements d'inclusions (μm)	Fraction moyenne en nombre par millimètre carré N_a
BLOC ref. (acier 1.4404 2B)	304 ± 109	$0,7 \pm 0,2$
BLOC B-2 (acier 1.4404 2R)	430 ± 137	$0,1 \pm 0,1$
BLOC C-1 (acier 1.4404 1mm)	358 ± 137	$1,3 \pm 0,4$

Tableau D.1 : Résultats des analyses inclusionnaires des assemblages.

ANNEXE E : SOUDAGE PAR DIFFUSION DE L'ACIER 316Ti

La nuance d'acier 316Ti (1.4571) a également été utilisée dans le cadre de cette étude. La différence principale de cette nuance par rapport à un acier 316L est l'ajout de titane dans la composition chimique de l'acier, Tableau E.1. Le titane permet, entre autres, d'améliorer la résistance à la corrosion intergranulaire et d'accroître la résistance mécanique à haute température. Ces améliorations sont obtenues par la grande affinité du titane avec le carbone et l'azote ce qui permet de piéger ces éléments sous forme de carbonitride de titane Ti(C,N). Ces carbonitrides ont également pour effet de limiter la croissance des grains en exerçant un effet Zener sur les joints de grains. Ceci devrait donc permettre de contrôler la taille des grains au cours du procédé de soudage par diffusion et c'est la raison de la sélection de cette nuance au départ. Ces tôles ont été approvisionnées avec un état de surface 2B.

Acier	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	N	Ti
Spec. 1.4571*	≤0,08	≤1,00	≤2,00	≤0,045	≤0,015	16,5 à 18,5	2,00 à 2,50	10,5 à 13,0	-	5×C à 0,70
1.4571	0,033	0,53	0,84	0,028	0,001	16,53	2,02	10,51	0,009	0,36

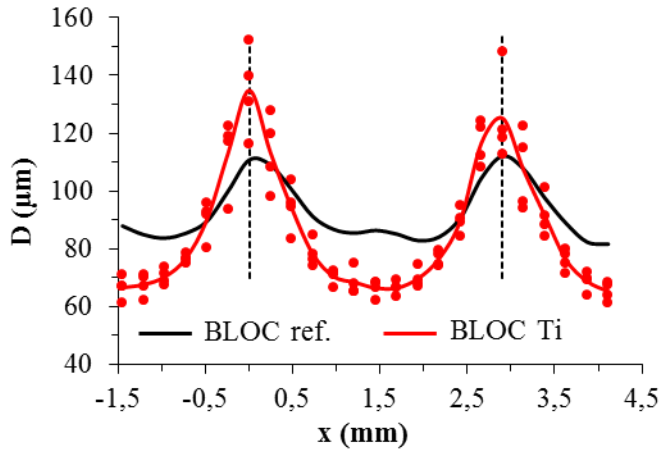
Tableau E.1 : Composition chimique (% masse) d'après le certificat d'inspection donnés par le fournisseur (*) Selon la norme EN 10088-2 : 2005.

Le protocole de fabrication de l'assemblage et les paramètres de soudage sont identiques au BLOC référence (1100°C/3h/100MPa). La microstructure de cet assemblage, noté BLOC Ti est tout d'abord présentée puis les propriétés mécaniques sont discutées.

I. Microstructure

Les caractéristiques microstructurales du BLOC Ti sont récapitulées dans le tableau de la Figure D.1. La taille de grains moyenne est équivalente à celle du BLOC référence. L'évolution de la taille de grains à travers l'assemblage est cependant très hétérogène avec une taille de grains plus importante au niveau des interfaces ($D \sim 140 \mu\text{m}$) qu'au cœur des tôles ($D \sim 66 \mu\text{m}$), Figure E.1. Le même comportement a été observé sur une tôle après un traitement thermique. L'absence de ferrite δ en surface des tôles avant soudage coïncide, comme précédemment, avec une cinétique de croissance des grains plus rapide aux niveaux des interfaces. La précipitation de carbonitrides dans la matrice austénitique au cours du procédé de soudage par diffusion a pour effet de limiter la croissance des grains, comme attendu, mais uniquement au cœur des tôles.

La microstructure locale au niveau des jonctions soudées-diffusées est caractérisée par un franchissement nul des interfaces, non initié aux points triples, Figure E.2 (a). La précipitation de carbonitrides aux niveaux des jonctions au cours du procédé de soudage par diffusion a bloqué la migration des joints de grains à travers les interfaces, Figure E.2 (b).



Assemblage	D_{moy} (μm)	A_{ab} (%)	F (%)
BLOC ref.	92,1±2,3	5,7±1,6	100
BLOC Ti	86,0±3,4	11,0±3,5	0

Figure E.1 : Distribution de la taille de grains dans le plan ST-TC du BLOC référence et du BLOC Ti.

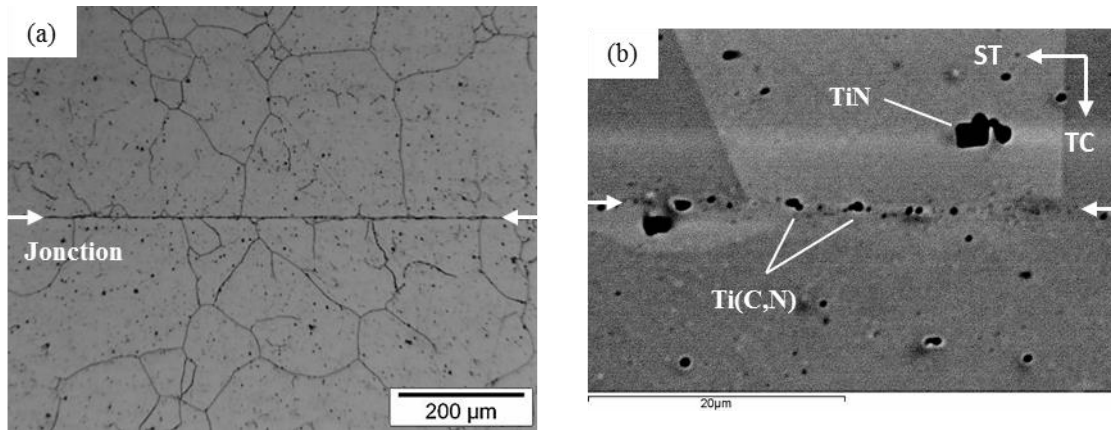


Figure E.2 : Observations au MO (a) et au MEB en mode ER (b) dans le plan ST-TC d'une jonction soudée-diffusée du BLOC Ti.

II. Propriétés mécaniques

Seuls des essais de flexion par choc sur éprouvette Charpy à température ambiante ont été réalisés, Figure E.3, puisque ces essais sont rapides et discriminants. Les résultats mettent en évidence une fragilité des jonctions soudées-diffusées par la présence des carbonitrides de titane. L'énergie absorbée moyenne est de 110J quelle que soit l'orientation de sollicitation.

Orientation	KV (J)	Rupture
SL	114±2	4/4
ST	111±1	4/4

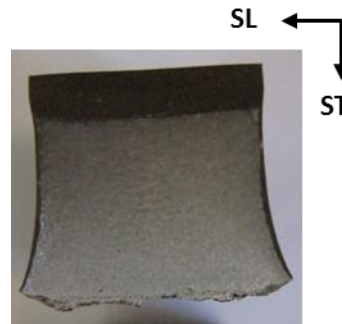


Figure E.3 : Résultats des essais de flexion par choc sur éprouvette Charpy du BLOC Ti à température ambiante et photo d'un faciès de rupture d'une éprouvette sollicitée selon l'orientation ST.

ANNEXE F : MODELE ANALYTIQUE D'UNE JONCTION TYPE T

Le modèle présenté ci-dessous est basé sur le modèle analytique de Garcke et al. [127]. Le déplacement d'un point triple peut être calculé analytiquement une fois que le régime transitoire est passé, c'est-à-dire une fois que le point triple est à l'équilibre. La Figure F.1 schématise un point triple à l'équilibre avec une énergie de joint de grains isotrope. Dans ce cas, les angles au point triple sont égaux à 120° . Le profil prend la forme de l'Équation F.1 avec c une constante et t le temps.

$$y(t, x) = g(x) + ct \tag{Équation F.1}$$

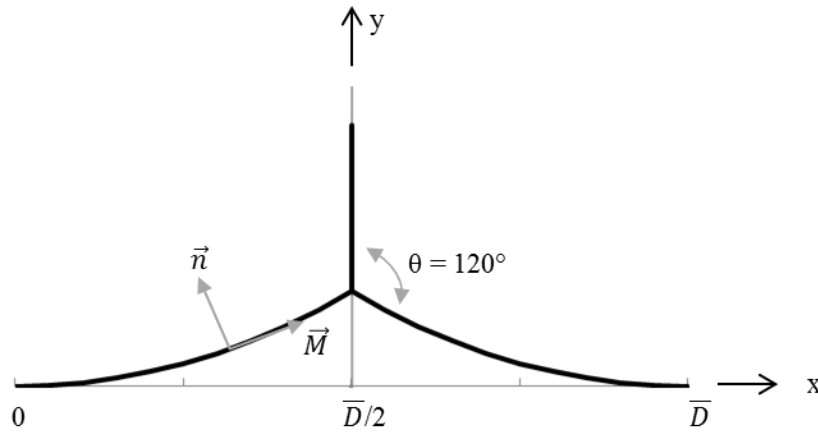


Figure F.1 : Schématisation d'un point triple après le régime transitoire.

La vitesse de déplacement de ce système, selon un régime de croissance de grains par capillarité, évolue selon la mobilité m , l'énergie γ et la courbure κ des joints de grains (voir Équation 4.5). A partir de là, l'Équation F.2 est trouvée.

$$c = \frac{m\gamma g''(x)}{1 + g'(x)^2} = m\gamma (\arctan g'(x))' \tag{Équation F.2}$$

L'Équation F.3 est obtenue par intégration de l'Équation F.2 sur $x \in [0, D/2]$ sachant que $g'(0) = g'(D) = 0$

$$cx = m\gamma \arctan g'(x) \tag{Équation F.3}$$

La constante c est calculée en se plaçant en $x=D/2$.

$$c = \frac{m\gamma\pi}{3D} \tag{Équation F.4}$$

La forme du profil est finalement obtenue en considérant les Équations F.1, F.3 et F.4. Cette équation est valide pour $x \in [0, D/2]$ et une symétrie sur $[D/2, D]$ permet d'obtenir le profil complet du point triple.

$$y(t, x) = -\frac{3D}{\pi} \ln \left[\cos \left(\frac{\pi}{3D} x \right) \right] + \frac{m\gamma\pi}{3D} t \tag{Équation F.5}$$

Une fois le point triple à l'équilibre, celui-ci évolue avec une cinétique linéaire en fonction du temps.

La hauteur de décrochement nécessaire pour obtenir les angles de 120° est donnée par l'Équation F.6. Cette hauteur dépend uniquement de la taille des grains D . Une taille de grains de $15\mu\text{m}$ de diamètre est suffisante pour obtenir un décrochement y supérieur au critère de décrochement pour mesurer le franchissement (voir Chapitre 3 § III.1.). Le franchissement associé à ce décrochement est égal au diamètre du grain D puisque c'est l'ensemble du joint de grains qui s'est déplacé, Figure F.1.

$$y\left(0, \frac{D}{2}\right) = -\frac{3D}{\pi} \ln\left(\frac{\sqrt{3}}{2}\right) \approx 0,137D \text{ } (\mu\text{m}) \quad \text{Équation F.6}$$

ANNEXE G : ANGLE DES JOINTS DE GRAINS DEBOUCHANT A LA SURFACE DES TOLES

L'angle des joints de grains débouchant à la surface des tôles pour les aciers avec un état de surface 2B et PE a été mesuré à partir d'observations au MO et les résultats ont été synthétisés sous forme de distribution, Figure G.1 (a,b). Les mesures ont été réalisées sur les aciers à l'état brut de réception, Figure G.1 (a) et après un assemblage CIC interrompu à 980°C, Figure G.1 (b). Les angles ont été mesurés par rapport à l'interface afin qu'ils soient compris entre 0 et 90°. Plus de 500 joints de grains ont été répertoriés pour chaque condition.

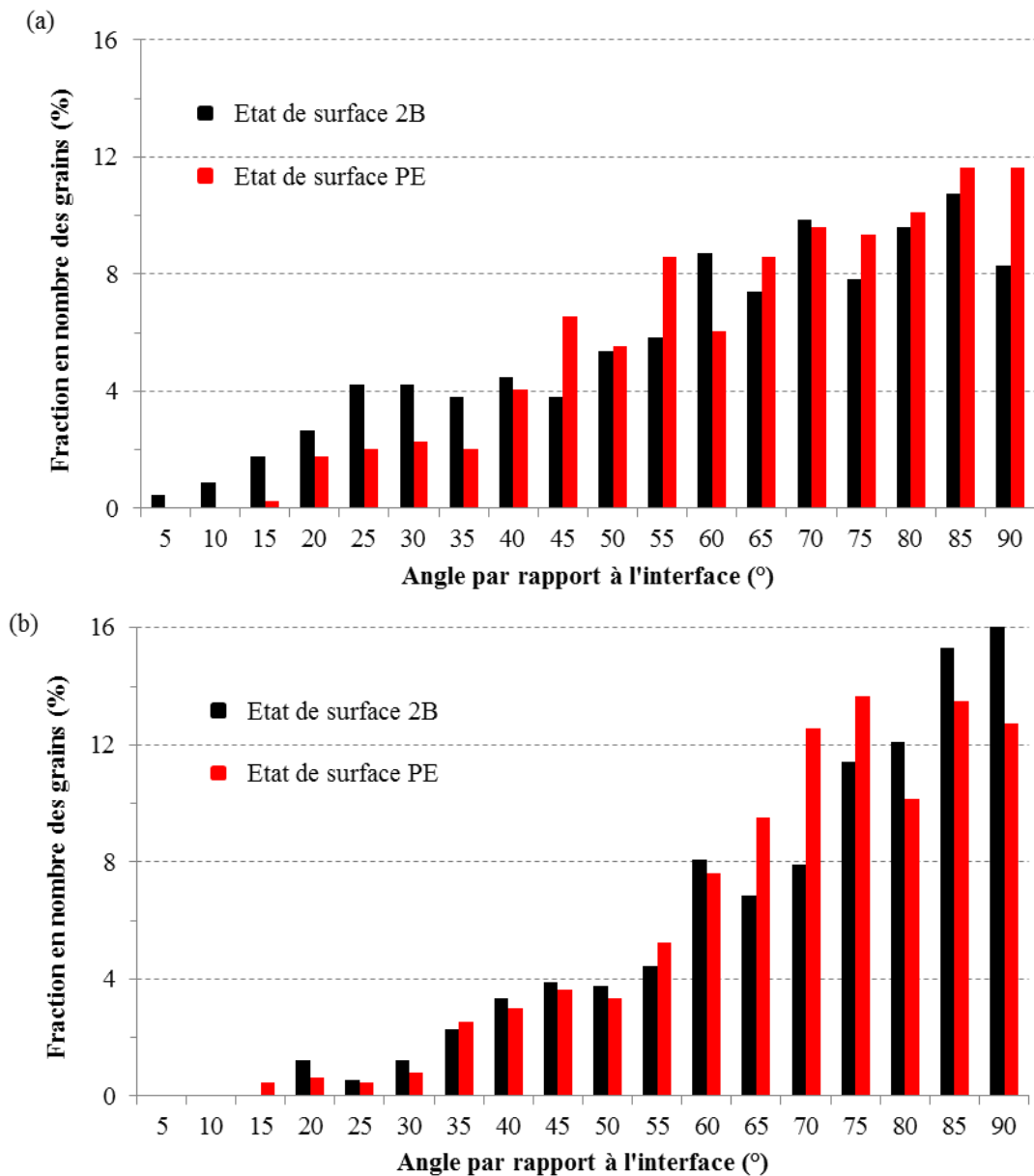


Figure G.1 : Fraction en nombre des grains débouchant à la surface des tôles en fonction de leur angle par rapport à l'interface à l'état brut (a) et après un assemblage CIC interrompu à 980°C (b).

Si les joints de grains débouchant en surface des tôles étaient répartis de façon aléatoire, la moyenne devrait être de 45° . De toute évidence ce n'est pas le cas ici. Les joints de grains forment principalement un angle entre 70 et 90° avec l'interface, Figure G.1 (a) et ce quel que soit l'état de surface de l'acier (2B ou PE). Ce phénomène est accentué après un assemblage CIC interrompu à 980°C , Figure G.1 (b). A ce stade du cycle de soudage, aucun franchissement n'a encore été observé. Seuls les petits grains en surface des tôles dont les joints forment des angles faibles avec l'interface ont disparu.