Caractérisation métallurgique et modélisation de la tenue en fluage à 550°C des liaisons soudées en acier Grade 92

Charlotte Kalck

▶ **To cite this version:**

Charlotte Kalck. Caractérisation métallurgique et modélisation de la tenue en fluage à 550°C des liaisons soudées en acier Grade 92. Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2012. Français. NNT : 2012ENMP0091 . pastel-00821830

HAL Id: pastel-00821830
https://pastel.hal.science/pastel-00821830

Submitted on 13 May 2013

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY

MINES ParisTech

Ecole doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École nationale supérieure des mines de Paris

Spécialité "Sciences et Génie des Matériaux "

présentée et soutenue publiquement par

Charlotte KALCK

le 6 décembre 2012

Caractérisation métallurgique et modélisation de la tenue en fluage à 550°C des liaisons soudées en acier Grade 92.

Directeur de thèse : **Anne-Francoise GOURGUES-LORENZON**
Co-encadrement de la thèse : **Benjamin FOURNIER**

Jury

M. André PINEAU, Professeur, MINES ParisTech	Président
M. Sylvain LECLERCQ, Ingénieur de Recherche EdF R&D, Les Renardières	Rapporteur
M. Ivan GUILLOT, Professeur, Université Paris XII	Rapporteur
Mme Anne-Françoise GOURGUES-LORENZON, Professeur, MINES ParisTech	Examinateur
M. Benjamin FOURNIER, Chercheur-Ingénieur, Manoir Industries	Examinateur
M. Denis DELAGNES, Maître assistant HDR, Ecole des Mines d'Albi-Carmaux	Examinateur
M. Jean-Christophe BRACHET, Chercheur-Ingénieur, CEA Saclay	Examinateur
M. Jérôme CREPIN, Maître de recherches, MINES ParisTech	Examinateur
M. Emmanuel CINI, Ingénieur de recherche, Vallourec	Invité

MINES ParisTech
Centre des Matériaux-UMR CNRS 7633
B.P. 87 – 91003 Evry Cedex, France

T H E S E

Remerciements

Par ces quelques lignes se terminent ces trois années de thèse. J'aimerais remercier toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à l'aboutissement de ce projet. Cette thèse fût pour moi une expérience particulièrement riche, au cours de laquelle j'ai acquis un grand nombre de connaissances et de compétences. Outre une formation scientifique solide, elle a été la réalisation et l'aboutissement d'un projet.

En premier lieu, je tiens à exprimer mes plus chaleureux remerciements à ma directrice de thèse, Madame Anne-Francoise Gourgues, professeur à l'école des Mines, pour le temps précieux qu'elle m'a accordé. J'ai eu la chance de bénéficier de ses qualités pédagogiques et scientifiques.

J'adresse mes sincères remerciements à mon encadrant de thèse, M. Benjamin Fournier, pour ses conseils avisés et son écoute patiente.

Tous les deux m'ont transmis leur intérêt pour le domaine des matériaux et en particulier pour la métallurgie.

J'ai vraiment beaucoup apprécié travailler avec eux.

Je souhaite remercier vivement l'ensemble du jury pour sa participation et pour m'avoir fait l'honneur d'examiner mon travail.

Comme je l'ai dit, la thèse est un projet que l'on mène en étroite collaboration.

Tout d'abord, un grand merci à mes collaborateurs du Service de Recherches Métallurgiques Appliquées du CEA. Je remercie Véronique Rabeau et Elodie Rouesne pour m'avoir formée à la préparation d'échantillons et à la métallographie. Je tiens à souligner leur gentillesse, leur patience et surtout la qualité de cette formation. Parmi mes autres collègues, je remercie Stéphane Urvoy, Thomas Guilbert, Didier Hamon et Francoise Barcelo qui m'ont formée à des techniques expérimentales. J'ai eu la chance de recevoir une formation d'une grande qualité. Outre leurs qualités professionnelles, je les remercie pour les bons moments partagés lors du café matinal. Je remercie également Joël Malaplate pour sa forte contribution en microscopie électronique en transmission. Merci pour les très belles micrographies réalisées, ainsi que pour les échanges enrichissants que nous avons eus. De la même manière je remercie très sincèrement Joël Ribis pour avoir apporté son expérience et de nouvelles techniques expérimentales à mon projet. Je remercie pareillement Khadija Jaakou, Louis Ziolek et Jérôme Garnier pour m'avoir donné l'opportunité de réaliser les essais de traction avec corrélation d'images. Merci aussi pour tous les échanges que nous avons eus, qui m'ont permis de valoriser cette étude dans ma thèse. Merci à Ivan Tournié pour avoir mis en place les essais de fluage exploités dans cette étude.

Je remercie l'ensemble de mes collaborateurs du Centre des Matériaux. J'adresse un remerciement tout particulier à Anne Laurent pour son aide précieuse en microscopie, en EBSD et avec la machine Gleeble. Outre sa rigueur et son professionnalisme, je tiens à souligner sa gentillesse.

Un grand merci également à Linh-Thy Mingault pour sa contribution avec la microsonde. Je remercie Maria Betbeder, Nicole De Dave-Fabregue et Fabrice Gaslain pour leur aide en microscopie électronique à balayage. Merci à Abdennour Meddour pour sa disponibilité et son aide au bocal. Merci à Franck N'Guyen pour son aide en analyse d'images. Et je n'oublie pas de remercier Konaly Sar pour son aide concernant les diverses démarches mais surtout pour sa bonne humeur.

J’associe ces remerciements aux personnes qui m’ont accompagnée tout au long de ces trois années. Tout d’abord, mes collègues et amis du CEA. Merci à Joffrey et Emma pour les très bons moments partagés dans le bureau. Merci également à Louise, Léa et Elodie pour les excellents moments que nous avons passés ensemble. Léa, merci pour ces nombreuses pauses sportives du midi. Ces bons moments m’ont apporté une réelle énergie. Merci à toutes les personnes avec lesquelles j’ai passé de très agréables moments au CEA, Isabel, Marion, Arthur, Antonin, Marie-Laure, Mathilde, Daniel. J’aimerais adresser un remerciement à Yann de Carlan et Jean-Luc Béchade pour leur disponibilité, leur gentillesse et leur écoute, en particulier lors des périodes plus difficiles de la fin de thèse.

Je tiens à remercier également mes acolytes du Centre des Matériaux avec lesquels j’ai passé d’excellents moments. Laure-Line, Manu, Flora, Olivier, Morgane, Judith, Manue, Auréliane, Alice, merci !

Je tiens à remercier tout particulièrement deux anciens thésards, Pierre-François et Clara Panait pour leur disponibilité et leur gentillesse, leur aide et conseils précieux.

De même, un très grand merci à mes amis, pour leur gentillesse, leur présence et leur soutien tout au long de ce parcours. Vous avez énormément contribué à l’aboutissement de ce projet.

Pour terminer, je remercie profondément mes parents, mon frère, mon grand-père et mes cousines pour leur amour et leurs encouragements tout au long de ce chemin.

A ma grand-mère, J.

Table des matières

1 Contexte et démarche ..... **Erreur ! Signet non défini.**

2 Etude du métal de base détensionné : caractérisation expérimentale et modélisation 17

2.1 L'acier P92 18

2.1.1 Composition chimique 18

2.1.2 Traitements thermiques 19

2.1.3 Microstructure des aciers à 9% de chrome 19

2.1.4 Evolution de la microstructure au cours du revenu 21

2.1.5 Relations d'orientation au sein de la microstructure 23

2.1.6 Densité de dislocations 24

2.1.7 Précipités 25

2.1.8 Conclusions sur le métal de base détensionné 28

2.2 Etude du métal de base Grade 92 détensionné 29

2.2.1 Caractérisation microstructurale du métal de base détensionné à l'échelle du bloc de lattes 29

2.2.2 Caractérisation microstructurale du métal de base détensionné à l'échelle du sous-grain 49

2.2.3 Conclusions sur la microstructure du métal de base détensionné 67

2.3 Comportement mécanique du métal de base 68

2.3.1 Comportement mécanique en traction 68

2.3.2 Comportement mécanique en fluage 71

2.3.3 Conclusions 81

2.4 Modélisation du comportement en fluage du métal de base 81

2.4.1 Equations constitutives 82

2.4.2 Procédure de calcul par éléments finis 83

2.4.3 Procédure d'identification 83

2.4.4 Résultats des simulations 87

2.4.5 Conclusion 89

3 Etude des joints soudés: caractérisation microstructurale 91

3.1 Les joints soudés 92

3.1.1 Composition chimique 92

3.1.2 Réalisation 92

3.2 Caractérisation microstructurale de base des joints soudés. 95
3.2.1 Hétérogénéités microstructurales 95
3.2.2 Microstructures à différentes échelles 99
3.2.3 Densité de dislocations dans les différentes zones du joint soudé 103
3.2.4 Précipités 103
3.3 Caractérisation microstructurale de la zone intercritique 104
3.3.1 Caractérisation à l'échelle du bloc de lattes 104
3.3.2 Etude de la matrice dans la zone adoucie à l'échelle de la latte de martensite 123
3.4 Reproduction de la microstructure de la zone adoucie 138
3.4.1 Détermination du cycle thermique à appliquer pour reproduire la microstructure de l'ICHAZ 139
3.4.2 Essai de soudage instrumenté. 140
3.4.3 Campagne de dilatométrie sur l'acier Grade 92 147
3.4.4 Evolutions métallurgiques lors du cycle thermique de soudage et première sélection de cycles à appliquer 154
3.4.5 Application des cycles thermiques aux ébauches d'éprouvettes de fluage et choix du traitement thermique utilisé pour reproduire la zone adoucie 156
3.4.6 Caractérisation microstructurale de la zone adoucie simulée 160
3.4.7 Conclusion 163
3.5 Caractérisation de la zone fondue 165
3.5.1 Introduction 165
3.5.2 Composition chimique du métal d'apport et spécifications 165
3.5.3 Microstructure de la zone fondue 166
3.5.4 Caractérisations des zones singulières 169
3.5.5 Discussion 173
4 Comportement mécanique des joints soudés : définition des essais et résultats expérimentaux 179
4.1 Choix des conditions d'essai sur éprouvettes entaillées 180
4.1.1 Dimensionnement des éprouvettes entaillées 180
4.1.2 Analyse mécanique des éprouvettes entaillées par calculs par éléments finis 183
4.1.3 Validation du confinement de la sollicitation 186
4.1.4 Vérification du volume testé 188
4.1.5 Préparation des ébauches d'éprouvettes 189
4.1.6 Calcul des charges à appliquer 189
4.1.7 Conclusion 197

4.2 Etude du comportement mécanique du joint soudé 199
4.2.1 Comportement mécanique en traction 199
4.2.2 Délimitation des différentes zones du joint 208
4.2.3 Comportement mécanique en fluage 199
4.2.4 Evolutions microstructurales attendues 243
4.2.5 Evolution de la sous-structure 243
4.3 Etude du comportement mécanique de la zone fondue 249
4.3.1 Etude du comportement en traction de la zone fondue 249
4.3.2 Comportement en fluage de la zone fondue 251
4.3.3 Conclusions 254
4.3.4 Comportement de la zone fondue 254
4.3.5 Modélisation du comportement en fluage de la zone fondue 256
4.4 Etude du comportement en fluage de la zone adoucie 265
4.4.1 Résultats des essais de fluage sur éprouvette entaillée en zone adoucie réelle 265
4.4.2 Comparaison des résultats en fluage sur la zone adoucie réelle, sur la zone adoucie simulée et sur le joint complet 269
4.4.3 Modélisation du comportement en fluage de la zone adoucie. 272
4.5 Modélisation de l'écoulement en fluage du joint soudé en acier Grade 92 282
4.5.1 Effet attendu de l'hétérogénéité de résistance au fluage sur les champs de déformations et de contraintes 282
4.5.2 Procédure numérique 283
4.5.3 Résultats des simulations et évaluation du modèle 285
4.5.4 Conclusions 295
5 Conclusions générales et perspectives 297
6 Références bibliographiques 299
7 Annexe 307
7.1 308
Etape de nettoyage de la cartographie EBSD : élimination des artefacts. 308
7.2 Résultats de l'étude statistique des blocs de lattes 309
7.2.1 Outils statistiques et procédure de dépouillement 309
7.2.2 Résultats des tests statistiques 311
7.3 Loi de fluage de C. Panait 315
7.4 Choix des conditions d'essais sur éprouvettes entaillées 317
7.4.1 Calcul des contraintes nominales à appliquer pour obtenir des contraintes de von Mises de 205 MPa dans la section minimale. 317

7.5 Courbes de dilatométrie 322
7.5.1 Essais de dilatométrie sans homogénéisation de la température de pic 322
7.5.2 Essais de dilatométrie avec homogénéisation de la température de pic 324
7.6 Plan de prélèvement des ébauches Gleeble 327
7.7 Plan de prélèvement des éprouvettes de traction 327
7.8 Moyens d'observations et de caractérisations 328
7.8.1 Microscope optique 328
7.8.2 Microsonde de Castaing 328
7.8.3 Microscope Electronique à Balayage, équipé d'un canon à émission de champ (MEB-FEG) 328
7.8.4 Nanoduromètre 328
7.8.5 Dispositif de dilatométrie 328
7.8.6 Dispositif Gleeble 1500 329

1 Contexte et démarche

Afin de répondre à la demande énergétique croissante, les acteurs du secteur de l'énergie nucléaire dont le CEA fait partie, développent de nouvelles centrales électriques beaucoup plus performantes.

Le Forum International de la Génération IV a lancé un vaste programme de recherches et de développement afin de développer une nouvelle génération de réacteurs nucléaires.

Les enjeux de cette future génération de réacteurs nucléaires sont multiples :

- ✓ Garantir la sécurité des installations ;
- ✓ Améliorer les rendements ;
- ✓ Diminuer la quantité de combustible utilisée, ainsi que le volume de déchets radioactifs ;
- ✓ Réduire les risques de prolifération nucléaire.

Six modèles de réacteurs nucléaires répondant à ces critères, ont été sélectionnés et font l'objet de recherches approfondies.

L'option technologique choisie pour améliorer les rendements des centrales nucléaires est l'élévation de la température de fonctionnement. Afin d'atteindre cet objectif, l'utilisation d'un fluide caloporteur autre que l'eau est inévitable. Des fluides caloporteurs à base de sodium ou d'hélium sont proposés.

L'augmentation des températures au sein des réacteurs implique donc inévitablement que les matériaux de structure puissent résister à ces nouvelles conditions en service.

C'est dans ce contexte que les aciers à 9 % de chrome ont fait l'objet de nombreuses études. Ces aciers ont été désignés comme candidats potentiels pour certaines applications sollicitées à des températures élevées, telles que les circuits secondaires ou les générateurs de vapeur. Ces aciers présentent plusieurs avantages, en particulier par rapport aux aciers austénitiques, tel que le 316LN, matériaux utilisés pour les réacteurs expérimentaux Phénix et Superphénix. Ils possèdent une meilleure conductivité thermique, un coefficient de dilatation thermique plus faible et une bonne résistance à la corrosion. Leur coût est moindre par rapport aux aciers austénitiques.

Les applications citées sont principalement sollicitées en fluage ou en fatigue-fluage à des températures proches de 525 °C.

La composition de ces aciers à 9 % de chrome a régulièrement été optimisée par des groupes de recherche au cours des trente dernières années, dans l'optique d'améliorer leurs propriétés mécaniques et leur soudabilité. Les teneurs en niobium et en vanadium ont d'abord été optimisées, donnant naissance aux nuances T91/P91. Puis, l'optimisation par l'ajout de tungstène a permis à de nouvelles nuances d'apparaitre, telles que le P92, P211, E911. Klueh et Harries [Klueh et Harries, 2001] détaillent l'évolution de la composition chimique de ces aciers, ainsi que l'évolution des propriétés mécaniques résultantes.

La nuance à 9 % de chrome retenue pour la présente étude est l'acier Grade 92 (ASME Grade 92).

La technique d'assemblage utilisée pour les composants visés est le soudage. L'opération de soudage entraîne des augmentations de températures locales au sein du matériau qui donnent donc lieu à des évolutions microstructurales. En particulier, des changements de phase se produisent dans le métal de base lors du soudage, dans la zone affectée thermiquement (ZAT). Ces modifications de

la microstructure influencent significativement les propriétés mécaniques du matériau et en particulier la tenue en fluage.

Plusieurs études ont montré que les joints soudés en acier à 9 % de chrome sont sensibles à la rupture de type IV qui se produit dans la ZAT, parallèlement à la ligne de fusion mais près du métal de base, lors de sollicitations en fluage à hautes températures et généralement à basses contraintes (Watanabe et al., [Watanabe et al., 2006] Spigarelli and Quadrini [Spigarelli and Quadrini, 2002] pour l'acier Grade 91 et Kasl et al. [Kasl et al., 2009], Falat et al. [Falat et al., 2009], Tabuchi et al. [Tabuchi et al., 2010], Pétry et al. [Pétry et al., 2009] pour l'acier Grade 92).

Le graphique de la Figure 1-1 indique le lieu de rupture en fluage sur un joint soudé en acier Grade 92 [Masuyama et al., 2010] en fonction des conditions de sollicitation et du procédé de soudage.

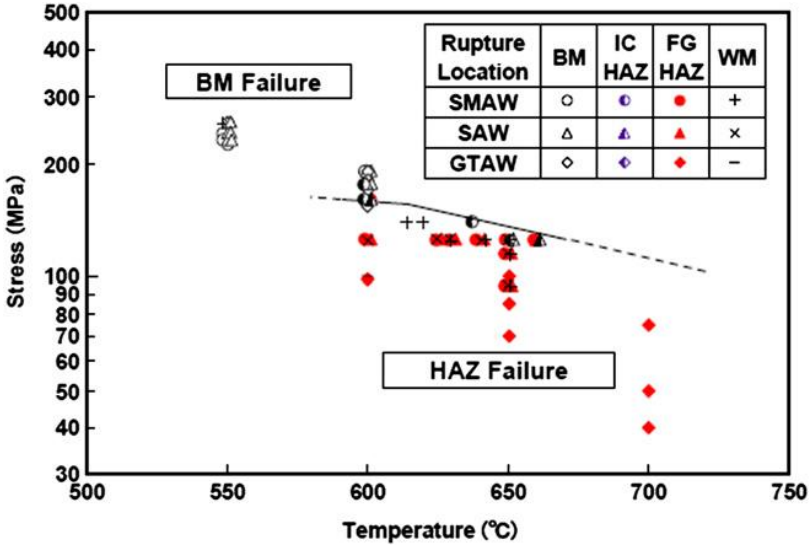


Figure 1-1 : lieu de rupture des éprouvettes travers joint d'un acier Grade 92, en fonction des données de fluage. [Masuyama, 2010].

Ce graphique met en avant que, pour des régimes de températures élevées et de contraintes faibles, la rupture se produit dans la ZAT. Pour des températures plus basses et des contraintes plus élevées, la rupture se produit dans le métal de base. A 575 °C et sur des éprouvettes travers joint en acier Grade 92, Pétry et al. [Pétry et al., 2009] ont également constaté la rupture en zone fondue, à des niveaux de contraintes de 190 MPa et 200 MPa.

L'objectif de la présente étude est de caractériser la microstructure du joint soudé Grade 92 et de modéliser son comportement en fluage à 550 °C.

Les centrales sont dimensionnées pour fonctionner pendant 60 ans. Des essais de fluage de cette durée ne sont pas réalisables en laboratoire. Afin de prédire le comportement à long-terme, il est donc nécessaire de se baser sur des données extrapolées à partir d'essais à plus court-terme.

Une campagne d'essais de fluage a été lancée dans le cadre de ce projet. Les durées de ces essais sont évidemment courtes (entre 500h et 25 000 h) comparées aux durées de vie en service. Un modèle de comportement en fluage du joint soudé Grade 92 a donc été développé afin de prédire les durées de vie en fluage des structures soudées en service.

Dans le cadre de cette campagne expérimentale, plusieurs types d'essais ont été lancés. Dans un premier temps, des essais de fluage sur éprouvettes lisses prélevées dans le sens travers du joint soudé ont permis de connaître les informations relatives à leur comportement : régime d'écoulement en fluage, mode et lieu de rupture. Pour cette étude, deux joints soudés ont été réalisés par l'assemblage de deux tubes du même métal de base, avec deux produits d'apport et des procédés légèrement différents :

- ✓ Le produit d'apport P92-IG pour le premier joint qui sert aux premiers essais de fluage et aux essais de fluage à long terme. Ce joint est fabriqué par procédé de soudage TIG en mode manuel ;
- ✓ Le produit d'apport Thermanit MTS 616 qui sert pour tous les autres essais et qui est donc le principal matériau de l'étude. Le procédé utilisé est le soudage TIG en mode automatique.

Afin de modéliser le comportement en fluage du joint soudé, la méthode utilisée a consisté à déterminer le comportement en fluage de trois zones du joint. Les trois zones considérées sont le métal de base, la zone intercritique (ICHAZ) et la zone fondue. La simulation de la réponse en fluage des assemblages soudés est ensuite réalisée en utilisant une approche multi-matériaux.

Les propriétés en fluage du métal de base sont préalablement déterminées à travers des essais de fluage sur éprouvettes lisses. Ces essais ont permis de déterminer les caractéristiques de déformation en fluage et ainsi de formuler un modèle de comportement du matériau. Les paramètres du modèle ont été ajustés à l'aide des courbes expérimentales.

Pour déterminer le comportement en fluage de ces zones spécifiques du joint soudé, des essais de fluage sur éprouvettes entaillées ont été mis en place et réalisés. Les données de ces essais sont comparées aux données de fluage sur éprouvettes lisses en termes de contraintes de von Mises. Panait [Panait, 2010] a en effet démontré que les essais sur éprouvettes lisses et entaillées d'un acier Grade 92 sollicitées en fluage à 600 °C et 650 °C sont comparables en termes de contraintes de von Mises.

Compte-tenu de la géométrie fine de l'ICHAZ, une méthode complémentaire a été utilisée pour compléter la base expérimentale. Elle consiste à reproduire la microstructure de l'ICHAZ et à tester son comportement en fluage sur un volume de matière plus important.

La première partie de ce travail est dédiée à la caractérisation microstructurale et mécanique du métal de base Grade 92 détensionné. Dans un premier temps, un rapide état de l'art de l'acier Grade 92 est présenté. Puis, une caractérisation microstructurale approfondie du métal de base détensionné est introduite. Le comportement mécanique du matériau a ensuite été étudié à 20 °C et 550 °C. Pour terminer, un modèle de comportement en fluage à 550 °C du métal de base est établi.

La seconde partie est consacrée à la caractérisation microstructurale du joint soudé de l'étude. Une attention particulière a été portée à la zone intercritique, lieu de rupture en fluage des joints soudés à 550 °C. La microstructure de l'ICHAZ est comparée à celle du métal de base afin de comprendre les raisons de sa faible résistance mécanique.

La dernière partie est consacrée à la description et à la modélisation du comportement en fluage du joint soudé Grade 92 et de ses zones. Un modèle de comportement similaire à celui du métal de base a été utilisé pour l'ICHAZ et la zone fondue. Les paramètres des deux modèles ont été identifiés grâce

aux courbes expérimentales. L'approche multi-matériaux est présentée et la validité du modèle est finalement discutée. Les effets de structure dans l'éprouvette travers joint, induits par les hétérogénéités de comportement et de résistance au fluage entre les différentes zones, sont analysés à partir de simulations par éléments finis.

2 Etude du métal de base détensionné : caractérisation expérimentale et modélisation

Cette partie est consacrée à la présentation de l'acier Grade 92. Le métal de base de la présente étude a subi le traitement thermique post soudage (PWHT) de 2h à 760 °C. Dans la suite de l'étude, il est appelé métal de base détensionné. Un état de l'art du métal de base Grade 92 non détensionné est présenté dans la première partie de ce chapitre. Très peu d'études sont consacrées dans la littérature au métal de base détensionné. Une étude microstructurale du métal de base détensionné est détaillée dans la deuxième partie.

2.1 L'acier P92

2.1.1 Composition chimique

Le métal de base de l'étude est l'ASME Grade 92, X10CrWMoVNb9-2 selon les normes française et européenne. Le matériau est fourni par Vallourec et Mannesmann sous forme d'un tube sans soudure de 219 mm de diamètre et de 19 mm d'épaisseur.

La composition chimique du métal de base Grade 92 de l'étude est donnée dans le Tableau 2-1.

	C	Mn	P	S	Si	Cr	W	Mo	V	Nb	N	B	Al	Ni
Métal de base	0,12	0,54	0,014	0,004	0,23	8,68	1,59	0,37	0,19	0,06	0,046	0,002	0,02	0,26

Tableau 2-1 : composition du métal de base Grade 92 de l'étude (% en masse).

Cette composition est optimisée afin d'améliorer les propriétés en fluage du matériau. L'influence des éléments d'alliage est résumée dans le Tableau 2-2.

Cr	Entre 9 et 12%, cet élément alpha-gène assure une bonne tenue en fluage ainsi qu'une bonne résistance à l'oxydation. Au-delà de ces teneurs, le soudage de cet alliage est rendu difficile. Elément trempant et durcissant, il diminue la température de transformation martensitique Ms.
C	Cet élément est nécessaire à la formation des carbures $M_{23}C_6$, essentiels à la tenue en fluage. Une teneur en carbone comprise entre 0,1 et 0,2% est suffisante pour former des carbures nécessaires à une bonne tenue en fluage et maintenir la soudabilité.
N	Cet élément est nécessaire à la formation de nitrures VN et NbN. Ces précipités contribuent à la tenue en fluage du matériau.
Ni et Cu	Ces éléments gamma-gènes favorisent l'apparition de la ferrite delta et diminuent Ms et la température inférieure du domaine monophasé de l'austénite Ac_1. Le nickel déstabilise les $M_{23}C_6$ mais stabilise la structure en sous-grains.
B	Le bore améliore la résistance au fluage. Il stabilise les précipités $M_{23}C_6$ et retarde leur grossissement.
W et Mo	Eléments en solution solide de substitution pour renforcer la structure.
V et Nb	Eléments nécessaires à la formation de carbures, nitrures et carbonitrures: les MX, essentiels au renforcement vis-à-vis du fluage.

Tableau 2-2 : Rôle des principaux éléments d'alliage dans la microstructure de l'acier Grade 92 [Klueh, 2001].

2.1.2 Traitements thermiques

Après mise en forme, l'acier P92 subit un traitement thermique en trois étapes : une austénitisation, une trempe et un revenu. Le matériau de l'étude a été austénitisé à 1060 °C pendant 30 minutes, a subi une trempe à l'air puis a été revenu à 770 °C pendant 60 minutes. Contrairement aux traitements thermiques usuellement appliqués, la température de revenu est très proche de celle du PWHT (2h à 760 °C).

Il a été démontré que la morphologie des microstructures martensitiques obtenues affecte fortement la résistance au fluage et la dureté du matériau [Krauss, 1999].

L'austénitisation doit être réalisée à des températures comprises entre 1040 et 1070 °C [ECCC, 2005] pendant une durée variable selon l'épaisseur de la pièce. Au cours de ce traitement, les grains austénitiques croissent modérément.

Ainsi, la température d'austénitisation et le temps de maintien déterminent la taille moyenne du grain. Brachet [Brachet, 1991] explique que la taille du grain peut influer sur la structure de la martensite obtenue après trempe, en particulier la géométrie des paquets de lattes parallèles. Cependant, la durée de l'austénitisation et donc la taille des grains austénitiques n'affectent pas les distributions de tailles de lattes dans la martensite résultante [Dronhofer et al., 2003].

La trempe est réalisée à l'air. Un refroidissement rapide permet la transformation intégrale de l'austénite en martensite. Extrêmement rapide, cette transformation de phase s'effectue sans processus de diffusion, ce qui génère des contraintes importantes dans la microstructure.

La martensite en lattes obtenue présente une forte densité de dislocations et une dureté élevée.

Le revenu s'effectue à une température comprise entre 750 et 800 °C [ECCC, 2005] pendant une durée variable en fonction de l'épaisseur de la pièce. Il est essentiel que le revenu de la martensite soit réalisé à une température inférieure à Ac1 afin d'éviter la formation d'austénite de réversion et ainsi de garantir une ténacité acceptable.

Le matériau s'adoucit au cours de ce traitement thermique. La restauration et la précipitation ont lieu, ce qui réduit la dureté de la martensite. La densité de dislocations diminue et les contraintes internes sont réduites. Plus de détails sur l'adoucissement de la matrice martensitique seront donnés dans la suite de cet état de l'art.

2.1.3 Microstructure des aciers à 9% de chrome

La martensite, phase métastable, est formée à partir d'un refroidissement rapide de la phase austénitique. L'austénite cristallise dans un système cubique à faces centrées. La martensite cristallise dans une structure quadratique centrée. Cependant, pour de faibles teneurs (<0,2%) en carbone, elle peut être considérée comme une structure cubique centrée. A ce stade, elle est revenue.

Les transformations survenues au cours des trois étapes de traitement thermique ont abouti à la formation d'une microstructure complexe.

Le grain austénitique initial se subdivise en plusieurs petites structures imbriquées, dont les dimensions sont hiérarchisées (Figure 2-1) [Morito et al., 2006, Kitaraha et al., 2006].

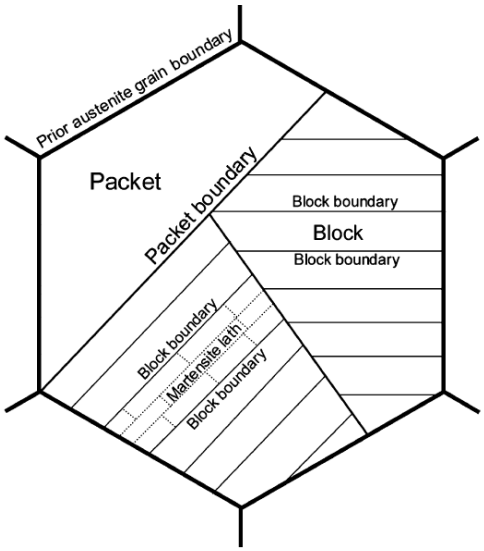


Figure 2-1 : schéma simplifié de la microstructure imbriquée de la structure martensitique, [Kitahara, 2006].

1. L'ancien grain austénitique est la structure de plus grande taille. Ses dimensions varient entre 10 et 60 µm en fonction de la température d'austénitisation. Ennis et al. estiment à environ 22 µm la taille moyenne des anciens grains austénitiques d'un acier P92 après 2h d'austénitisation à 1070°C [Ennis et al., 1997].
2. Le paquet est composé d'un ensemble de blocs de lattes [Morito, 2006] dont un plan dense $\{110\}_\alpha$ est approximativement parallèle au même plan dense $\{111\}_\gamma$. Les observations sur des coupes du matériau indiquent que les paquets formés au sein d'un même grain austénitique varient significativement en forme et en taille. Néanmoins, ce constat n'a jamais été vérifié en trois dimensions.
3. Le bloc de lattes est composé de lattes de martensite d'orientations cristallines proches.
4. L'entité la plus fine avant le revenu est la latte de martensite. Les lattes sont séparées par des joints de faible désorientation [Morito, 2006]. Le revenu entraîne ensuite la formation de sous-grains. La latte est alors considérée comme un alignement de sous-grains.

La microstructure martensitique du métal de base, arrangée en paquets et en blocs de lattes, est observable sur la micrographie optique de la Figure 2-2. Les tailles d'anciens grains austénitiques de l'acier Grade 92 non détensionné de cette étude sont comprises entre 20 et 40 µm [Giroux et al., 2010].

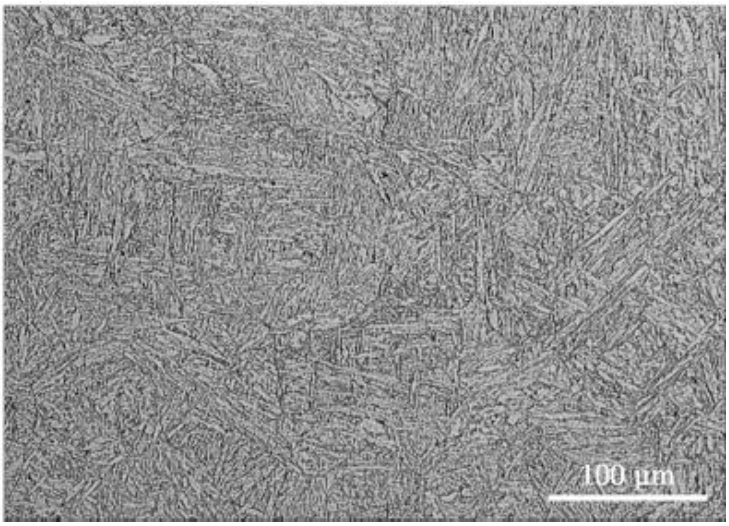
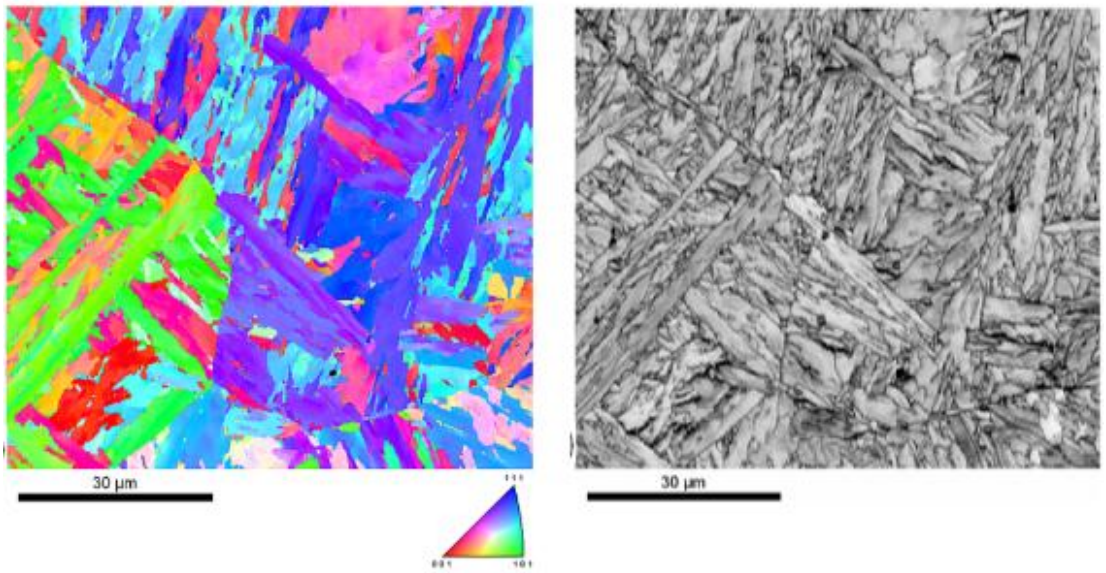


Figure 2-2 : micrographie optique de la structure du métal de base non détensionné [Giroux et al., 2010].

Une cartographie EBSD du métal de base P92 est présentée sur la Figure 2-3. La cartographie a été réalisée avec un grandissement de 500 et un pas de 150 nm. Seuls les angles de désorientation de plus de 2° et les grains de diamètres supérieurs à 5 pixels, ont été considérés. La cartographie révèle la structure en blocs de lattes de la martensite.



a) b)

Figure 2-3 : a) cartographie d'orientation du métal de base non détensionné et b) cartographie en qualité de cliché de diffraction. L'orientation est selon la direction Z (normale au plan d'observation) dans le triangle standard du cristal de structure cubique centrée [Giroux et al., 2010]..

2.1.4 Evolution de la microstructure au cours du revenu

Le déplacement coordonné des atomes lors de la transformation martensitique génère des contraintes internes importantes. En conséquence, la sous-structure martensitique en lattes produite suite à la trempe est constituée d'une forte densité de dislocations enchevêtrées.

Les fortes contraintes internes et la densité élevée de défauts induites par la transformation martensitique ont pour conséquence de fragiliser l'acier et de le rendre particulièrement dur (typiquement 500 HV).

Un revenu est appliqué à la martensite afin de réduire ces contraintes internes. Il permet d'adoucir l'acier en réduisant la densité de dislocations.

Le revenu active les phénomènes de diffusion et de restauration grâce à la montée et au maintien en température entre 600 et 800°C. La restauration correspond à un réarrangement des éléments de la microstructure vers un état plus stable. Elle entraîne la formation de sous-grains et de réseaux de dislocations, qui constituent les frontières de ces sous-grains [Ennis, Zielinska-Lipiec et al., 2000, Hald, 2008]. La densité de dislocations, élevée après l'étape de trempe, est réduite grâce à la formation des sous-grains [Pešička, 2003].

Par ailleurs, la précipitation de certains carbures et carbonitrures se produit au cours du revenu. Nous détaillerons ce point par la suite.

Giroux et al. [Giroux et al., 2010] ont évalué la taille moyenne des sous-grains du métal de base non détensionné. Les mesures de tailles de sous-grains ont été réalisées grâce à des observations par microscopie électronique en transmission sur des lames minces. Le MET utilisé est un PHILIPS EM430, dont la tension d'accélération est de 300 kV. Trois clichés de la microstructure obtenus avec un grandissement de 15000 et pris dans différentes zones de la lame mince, ont été utilisés pour obtenir les distributions de tailles de sous-grains.
Les contours de sous-grains ont été tracés manuellement par l'auteur. Une procédure de dépouillement grâce au logiciel d'analyse d'images Visilog a ensuite été appliquée. Le logiciel fournit une estimation du diamètre équivalent des sous-grains.
Des mesures de tailles de sous-grains issues de la littérature sont rassemblées dans le tableau suivant (Tableau 2-3).

Références	Traitements thermiques	Largeur des sous-grains (µm)
P. J. Ennis, A. Zielinska-Lipiec et A. Czyrska-Filemonowicz, 2000, 2003.	1070°C (2h) - 715°C (2h)	0,37 +/- 0,1
	1070°C (2h) - 775°C (2h)	0,42 +/- 0,1
	1070°C (2h) - 835°C (2h)	0,50 +/- 0,1
	970°C (2h) - 775°C (2h)	0,38 +/- 0,1
Giroux et al., 2010	1070°C (2h) - 770°C (2h)	0,37 +/- 0,17

Tableau 2-3 : Taille moyenne des sous-grains dans l'acier P92 à réception en fonction du traitement thermiques [Ennis et al., 1997].

Ces données sont cohérentes avec celles du matériau de l'étude pour le traitement thermique considéré.

La largeur des sous-grains varie très peu avec la température de revenu entre 715 et 775 °C, en particulier compte-tenu de l'incertitude de mesure, mais évolue au-delà de 775 °C. Dronhofer et al., [Dronhofer et al., 2003] indiquent que la durée du revenu influence la taille des micro-grains pour des températures de revenu supérieures à 750 °C.

Par ailleurs, la température d'austénitisation n'a pas d'influence sur la taille des sous-grains. Pour une même température de revenu de 775°C, les dimensions des sous-grains sont très proches pour des températures d'austénitisation de 970 et 1070°C.

2.1.5 Relations d'orientation au sein de la microstructure

Il existe plusieurs relations approchant celle entre la phase "mère" austénitique et le produit de transformation, la martensite. Aucune d'entre elles n'est cependant exactement suivie.

Les principales relations rapportées dans la littérature sont [Barcelo et al., 2010] :

- KURDJUMOV-SACHS (KS)

$$(011)_\alpha // (111)_\gamma \ \ et \ [1\overline{1}1]_\alpha // [0\overline{1}1]_\gamma$$

- NISHIYAMA-WASSERMANN (NW)

$$(011)_\alpha // (111)_\gamma \ \ et \ [0\overline{1}1]_\alpha // [\overline{11}2]_\gamma$$

- GRENINGER/TROIANO (GT)

$$(011)_\alpha // (111)_\gamma \ \ (\text{à } 1°) \ et \ [\overline{17} \ 17 \ 7]_\alpha // [\overline{12} \ 17 \ \overline{5}]_\gamma$$

Le plan d'habitat de la martensite en lattes est proche de {1 1 1} γ [Morito et al., 2006].

Les différentes échelles de structures présentent les relations d'orientations suivantes :

- L'acier P92 n'est pas texturé. Le traitement de normalisation et de trempe appliqué n'entraine pas la formation de grains austénitiques texturés.

- Les désorientations entre paquets de lattes sont partiellement aléatoires. Au sein d'un même ancien grain austénitique, les désorientations entre paquets ne sont pas aléatoires, ceux-ci étant liés par des relations d'orientation avec le même grain d'austénite mère.

- Au sein d'un paquet, les blocs comportent des lattes d'orientations cristallines proches issues des différents variants de martensite. Les relations d'orientation précisent la formation de 24 variants.

- Les sous-grains sont séparés par des frontières de faible désorientation (<5°).

La structure en sous-grains de la martensite est observable grâce à des micrographies réalisées au MET (Figure 2-4).

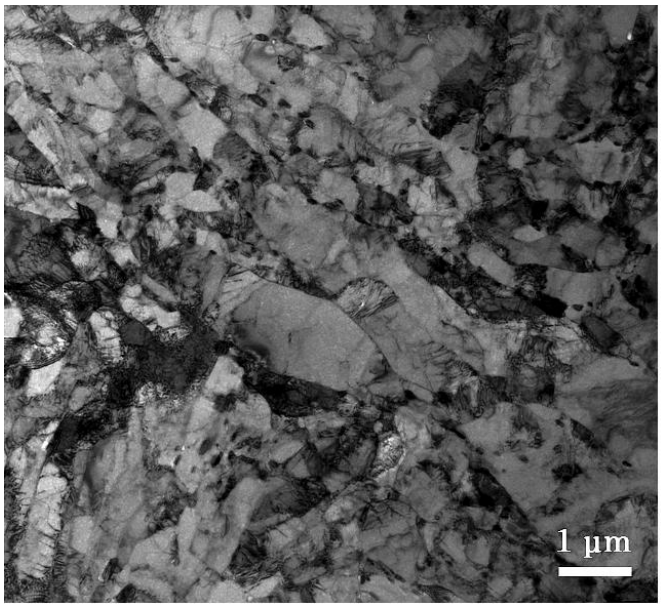


Figure 2-4 : micrographie MET en champ clair de la structure de sous-grains dans le métal de base de l'acier Grade 92 non détensionné de l'étude [Giroux et al., 2010].

2.1.6 Densité de dislocations

On trouve dans l'acier, deux types de dislocations :

- Les dislocations mobiles, responsables de la déformation viscoplastique. Au cours de leur mouvement, elles interagissent avec les éléments de la microstructure (autres dislocations, précipités, joints…).
- Les dislocations immobiles dont l'arrangement constitue les sous-joints.

La densité de dislocations mobiles de l'acier Grade 92 non détensionné de l'étude est estimée à $2.10^{14}m^{-2}$ [Giroux et al., 2010].

Le Tableau 2-4 ci-dessous rassemble des valeurs de densités de dislocations mobiles dans l'acier P92 en fonction du traitement thermique appliqué [Ennis et al., 1997, 2000].

Les densités de dislocations ont été mesurées en utilisant la méthode des intercepts linéaires sur des micrographies en transmission. Cette méthode consiste à mesurer le nombre de points d'intersection des lignes de dislocations avec un quadrillage superposé à la micrographie.

Références	Traitements thermiques	Densité de dislocations ($10^{14}m^{-2}$)
P. J. Ennis, A. Zielinska-Lipiec et A. Czyrska-Filemonowicz , 1997, 2000.	1070°C (2h) - 715°C (2h)	9,0 +/- 1,0
	1070°C (2h) - 775°C (2h)	7,0 +/- 0,9
	1070°C (2h) - 835°C (2h)	2,3 +/- 0,6
	970°C (2h) - 775°C (2h)	8,7 +/- 1,2

Tableau 2-4 : Densité de dislocations mobiles dans l'acier P92 à réception en fonction du traitement thermiques.

En tenant compte des incertitudes de mesure, on constate que la densité de dislocations évolue peu pour des températures de revenu comprises entre 715 et 775°C. Par ailleurs, elle diminue

lorsque la température de revenu augmente mais reste élevée (>10^{14} m^{-2}) quel que soit le revenu [Dronhofer at al., 2003].

La température d'austénitisation ne semble pas avoir d'influence sur la densité de dislocations, pour les conditions utilisées ici.

2.1.7 Précipités

Ces éléments sont présents au sein de la microstructure. Ils sont présents à plus de 85 % sur les joints et sous-joints de la microstructure [Abe et al., 2007].

Ils agissent sur le mouvement des dislocations et sur l'évolution de la microstructure sous sollicitations. Ainsi, ils ont une influence sur le comportement mécanique de l'acier.

Les plus gros précipités sont mis en évidence par attaque chimique au réactif de Villela. Ils révèlent l'existence des joints et des sous-joints.

Il existe deux types de précipités répartis selon des proportions différentes [Fournier, 2007, Abe et al., 2007, Kaneko et al., 2004] :

- Les précipités de type $M_{23}C_6$, riches en chrome, (en molybdène et en tungstène en petite quantité), situés sur ou très près de l'ensemble des joints de grains ou de sous-grains [Fournier, 2007, K. Kaneko, 2004] (Figure 2-5). La micrographie en champ clair sur réplique extractive de la Figure 2-5 illustre cette répartition. Ils précipitent au moment du revenu. Au cours de l'étape d'austénitisation, ils sont complètement dissous. Ces précipités retardent le grossissement des sous-grains et ainsi participent à la tenue en fluage de ces matériaux.

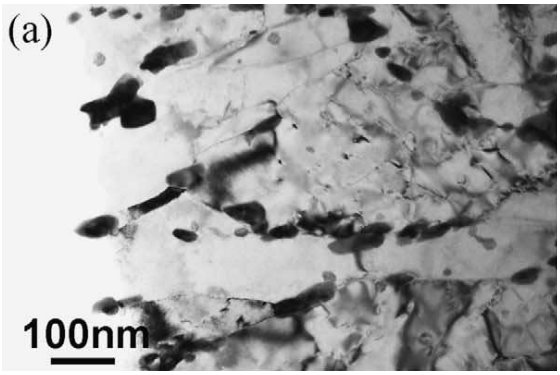


Figure 2-5 : micrographie au MET en champ clair de précipités $M_{23}C_6$ dans un acier 9%Cr[1] [Kaneko et al., 2004].

Certains auteurs ont évalué l'influence du traitement thermique sur la taille des précipités (Tableau 2-5). Les valeurs ont été mesurées au MET sur des répliques extractives.

[1] 9Cr-0,1C-0,4Si-0,4Mn-1Mo-0,25V-Fe

Références	Traitements thermiques	Diamètre moyen des précipités (nm)
P. J. Ennis et al., Zielinska et al. [1997, 2000]	1070°C/715°C	72 +/-16
	1070°C/775°C	89+/- 13
	1070°C/835°C	82+/- 12
	1145°C/775°C	68+/- 18
Igarashi et al, 2000	1070°C/775°C	90

Tableau 2-5: diamètre moyen de précipités $M_{23}C_6$ dans un acier Grade 92 à réception en fonction du traitement thermique.

A partir d'une température de revenu de 715°C, on constate que le diamètre moyen des $M_{23}C_6$ n'évolue plus de manière significative avec la température de revenu.

- Précipités de type MX, riches soit en vanadium soit en niobium [Kaneko, 2004]:
  - Les V(C,N) : de forme aplatie, ils contiennent du niobium en faible quantité et précipitent principalement pendant le revenu. Les VN sont présents dans les lattes.
  - Les Nb(C,N) : de forme sphéroïdale, ils contiennent un peu de V (d=30-40nm). Ils sont répartis de manière uniforme et homogène dans la microstructure. Ces précipités sont déjà présents dans la microstructure avant l'étape d'austénitisation [Ennis, 1997]. L'austénitisation et le revenu ne permettent pas une remise en solution de l'ensemble de ces précipités car ils sont stables à haute température.

Ces précipités sont très stables jusqu'à des températures élevées. L'augmentation de température de revenu jusqu'à 835°C n'entraîne pas une augmentation du diamètre moyen des précipités, comme l'indique le Tableau 2-6 [Ennis, Zielinska-Lipiec, 1997, Igarashi, 2000]. Les mesures ont été réalisées au MET sur des répliques extractives.

Auteurs	Traitements thermiques	Diamètre moyen des précipités (nm)
P. J. Ennis, et al., Zielinska et al., 2000	1070°C/715°C	14 +/- 1
	1070°C/775°C	16 +/- 1
	1070°C/835°C	16 +/- 1
	1145°C/775°C	16 +/- 1
Igarashi et al, 2000	1070°C/775°C	20

Tableau 2-6 : diamètre moyen des précipités MX dans l'acier P 92 à réception en fonction du traitement.

Les précipités majoritairement présents parmi les MX sont les nitrures de vanadium [Abe, 2007].

Dans la structure martensitique des aciers à 9% de chrome, les plus gros précipités $M_{23}C_6$ (200nm) sont localisés au niveau des anciens joints de grains austénitiques, alors que les précipités $M_{23}C_6$ de plus petite taille (50-100 nm) sont situés aux frontières de sous-grains [Abe, 2007, Kaneko, 2004].

Comme il a été décrit précédemment, les frontières des anciens joints de grains austénitiques correspondent pour la plupart à des désorientations cristallines élevées. A l'inverse, les joints de lattes de martensite ont principalement des faibles angles de désorientation. La diffusion d'atomes le long des interfaces dépend de la structure de celles-ci. Les vitesses de diffusion le long des joints de forte désorientation sont généralement plus élevées que les vitesses le long des joints de faibles désorientations. Les anciens joints de grains austénitiques constituent alors des chemins de diffusion plus rapides, favorisant ainsi la formation des carbures le long des anciens joints de grains austénitiques au cours du revenu. Le grossissement des $M_{23}C_6$ est donc plus rapide aux anciens joints de grains austénitiques qu'entre les lattes de martensite [Kaneko, 2004]. La formation des carbures dépend également des ségrégations locales (chrome, carbone, azote …), différentes dans les différents types de joints.

Les MX de type Nb(C, N) apparaissent avant la phase d'austénitisation. Les plus gros ne sont pas dissous au cours de cette phase et grossissent pendant le revenu [P.J. Ennis, W.J. Quadakkers, 2000]. Les autres précipitent à nouveau pendant le revenu. A l'inverse, les précipités VN apparaissent au moment du revenu. Le site préférentiel de germination de ces deux types de précipités, Nb(C, N) et VN, se situe dans les lattes de martensite, sur les dislocations. Ils servent d'obstacles aux mouvements des dislocations et retardent le réarrangement des dislocations au cours de la déformation en fluage.

Ces précipités épinglent les dislocations mobiles dans la matrice, conduisant à l'augmentation de la résistance au fluage de ces aciers.

Les VN sont pour la plupart dispersés de manière homogène dans les lattes [Panait et al. 2010, Sawada et al., 2001]. Les NbC ont une taille supérieure à celles des VN.

Les précipités Nb(C, N) de forme sphéroïdale non dissous au cours de l'austénitisation, peuvent servir de sites de germination à des précipités V(N, C) en forme de lamelle lors du revenu. On observe alors des précipités de formes et de compositions complexes, les "V-wings". [P.J. Ennis et al., 1997]. Ces précipités ne sont pas stables et évoluent fortement avec la température de revenu. Ennis et al. ont mesuré une évolution du diamètre moyen de ces précipités de 43 à 104 nm pour la même gamme de traitements thermiques testée.

Le schéma de la Figure 2-6 récapitule les différents lieux de ségrégation des deux types de précipités présents dans un acier 9% de chrome.

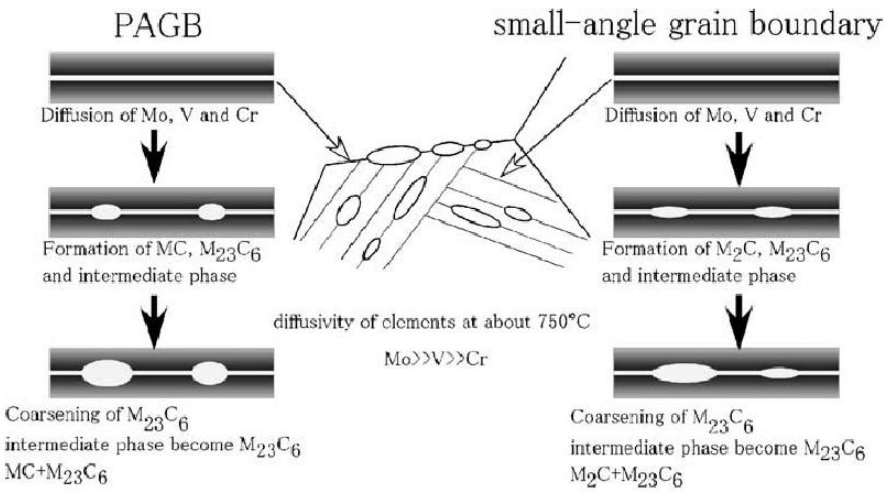


Figure 2-6 : Schéma de répartition des précipités aux différentes interfaces d'un acier 9% de chrome [Kaneko, 2004]. PAGB : ancien joint de grains austénitiques.

Les éléments W et Mo en solution solide retardent la restauration des dislocations lors du fluage en gênant la diffusion des atomes de fer [Abe et al., 1991]. Ces éléments peuvent se dissoudre dans les carbures $M_{23}C_6$, améliorant ainsi leur stabilité à haute température et favorisant la résistance en fluage sur des longues durées.

2.1.8 Conclusions sur le métal de base détensionné

Cet état de l'art sur le métal de base décrit la microstructure du métal de base en acier Grade 92 à l'état de réception après un traitement thermique de normalisation et de revenu. Il s'agit d'une microstructure martensitique arrangée en paquets et en blocs de lattes. La taille des anciens grains austénitique peut varier entre 10 et 80 µm. Les résultats ci-dessus montrent que le traitement thermique de détensionnement post-soudage (PWHT) ne devrait pas a priori affecter la microstructure du métal de base. On peut donc a priori les appliquer au métal de base « détensionné ».

La taille moyenne des sous-grains de ce matériau est de l'ordre de 0,42 µm (+/- 0,1µm). La densité de dislocations est estimée à environ 7.10^{14} m^{-2}.

Deux types de secondes phases sont présents dans la microstructure : les précipités $M_{23}C_6$, riches en chrome, en molybdène ou en fer, et les précipités de types MX (M = V ou Nb, et X = C ou N).

Les $M_{23}C_6$ sont localisés au niveau des anciens joints de grains austénitiques ou des sous-joints, et contribuent à la tenue en fluage du matériau, en stabilisant la sous-structure. Dans ce matériau, la taille moyenne de ces précipités est estimée à 89 nm (+/- 13 nm).

Les MX sont répartis de manière homogène dans la microstructure et jouent un rôle prépondérant dans la tenue en fluage du matériau en limitant le mouvement des dislocations. Dans ce matériau, la taille moyenne de ces particules est évaluée à 16 nm (+/- 1nm).

2.2 Etude du métal de base Grade 92 détensionné

Les tubes d'acier Grade 92 de l'étude ont été assemblés par soudage. Un traitement thermique post-soudage (PWHT) a été appliqué à la soudure afin de réduire les contraintes internes introduites lors du procédé de soudage. Il consiste en un revenu de 2h à 760 °C. Une caractérisation microstructurale approfondie du métal de base détensionné, à différentes échelles de la microstructure, est détaillée dans cette partie.

Brozda et Zeman [Brozda et Zeman, 1996] indiquent qu'un traitement thermique minimal à 750 °C pendant 3h est requis afin de relâcher une grande partie des contraintes résiduelles et de conférer au matériau des propriétés en ténacité suffisantes.

La microstructure martensitique du métal de base détensionné, formée en paquets et en blocs de lattes est observable sur la micrographie de la Figure 2-7. La surface de l'échantillon a été polie puis attaquée au réactif de Villela.

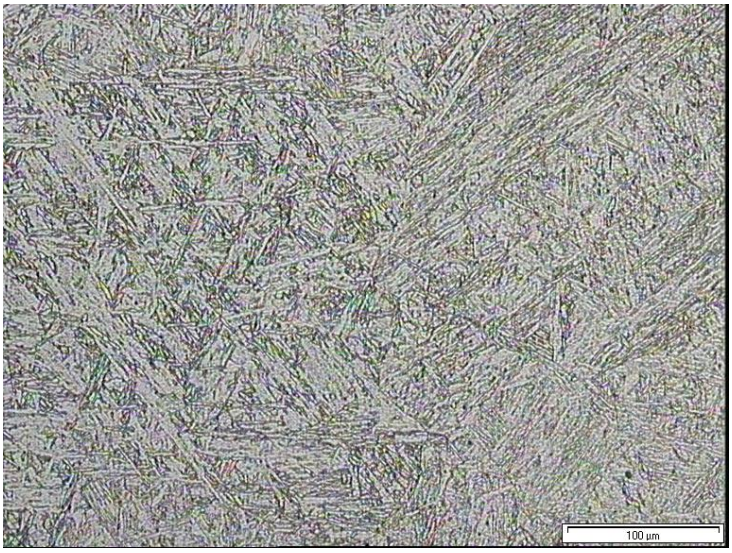


Figure 2-7 : micrographie optique du métal de base.

La taille des anciens grains austénitiques dans le métal de base est de l'ordre de 80 µm avec une dispersion importante. La dureté mesurée est de 230 $Hv_{0,5}$.

2.2.1 Caractérisation microstructurale du métal de base détensionné à l'échelle du bloc de lattes

Une caractérisation approfondie de la microstructure du métal de base à l'échelle du bloc de lattes a été réalisée. L'étude s'est portée sur les blocs et non sur les anciens grains austénitiques car l'échelle du bloc de lattes est considérée comme étant la plus pertinente pour l'étude de la tenue en fluage. Plusieurs zones du métal de base détensionné ont été étudiées à travers des cartographies EBSD (Electron Backscattered Diffraction ou diffraction des électrons rétrodiffusés). Les cartographies ont été réalisées avec un MEB-FEG ZEISS DSM 982 Gemini, sous une tension de 20 kV, une distance de travail de 19mm, un angle d'inclinaison de 70° et un courant de sonde de quelques dixièmes de nA. Trois cartographies ont été réalisées dans le métal de base et leur caractéristiques sont données dans le Tableau 2-7. La cartographie MB2 du métal de base est de dimension inférieure aux autres mais avec un pas d'analyse plus fin.

L'acquisition des données d'une cartographie prend typiquement entre 2 et 3 heures.

Zone	Nom de la cartographie	Pas d'analyse (nm)	Dimensions de la cartographie (µm×µm)	% de pixels non indexés
Métal de base détensionné	MB1	150	174×84	14
	MB2	70	43×44	4,9
	MB3	150	152,7×117,6	10

Tableau 2-7 : caractéristiques des cartographies EBSD réalisées.

La microstructure a été caractérisée en termes de tailles de blocs, de facteurs de forme et de désorientations entre les blocs.

2.2.1.1 Acquisition des cartographies et méthode de dépouillement

Avant de procéder à l'étape des mesures de taille de grains, les cartographies obtenues ont subi une procédure de « nettoyage ».

Elle consiste à supprimer les points considérés comme sans signification physique réelle (artefacts de mesure). Une étape dite de « détection de grains » a donc été faite sur chaque cartographie brute préalablement à tout dépouillement. Le logiciel détecte toute succession continue de pixels formant un contour fermé et dont l'angle de désorientation est supérieur à une valeur seuil imposée. Une étude [Barcelo, 2010] a montré que la relation d'orientation de Greninger-Troiano (GT) était la mieux adaptée pour décrire les désorientations dans les aciers martensitiques à 9%Cr. Cette relation révèle que la plus faible désorientation théorique entre deux blocs de lattes est de 5°. La valeur seuil a donc été choisie à 5°. Le logiciel Channel 5 modélise chaque contour fermé par un cercle équivalent. La taille de grain obtenue correspond au diamètre du cercle équivalent. Cette étape fait apparaître des petits grains isolés, constitués de un ou quelques pixels. Les grains détectés de diamètre inférieur à 0,3µm (soit 2 à 5 pixels selon le pas utilisé pour la cartographie) ont été jugés sans signification et ont été supprimés. Cette valeur de 0,3 µm correspond à la taille moyenne d'un sous-grain, mesurée par microscopie électronique en transmission [Ennis et al., 1997, P.F. Giroux, 2010].

L'annexe 0 présente la cartographie MB3 en IPF avant et après l'étape de nettoyage.

L'étape suivante est une étape de reconstruction de la cartographie. Les cartographies brutes présentent un certain nombre de points non indexés, liés par exemple à un état de surface de l'échantillon imparfait. Il peut également s'agir d'une mauvaise indexation au niveau des joints de grains, zones où plusieurs clichés de diffraction se superposent. Une partie de ces pixels supprimés vient en outre de l'étape précédente. L'étape de reconstruction consiste alors à remplacer les points non indexés, auxquels sera attribuée l'orientation de leurs plus proches voisins indexés. Par ailleurs, on considère qu'un minimum de trois points indexés adjacents et ayant la même orientation (à quelques degrés près), est nécessaire pour représenter un bloc.

L'outil de dépouillement des cartographies EBSD est le logiciel Channel 5 [HKL]. Cet outil fournit trois méthodes de mesure de tailles de « grains » (pour nous, de blocs) à partir de cartographies. Il a donc dans un premier temps été nécessaire de choisir et de valider la méthode de dépouillement.

La première est la méthode de détections de grains, décrite ci-dessus.

Les deux autres méthodes sont celles dites des « intercepts » linéaires horizontaux et verticaux. Une dizaine de lignes horizontales ou verticales (le nombre varie de 12 à 16 selon la cartographie) est tracée sur la cartographie et chaque distance entre deux intersections d'une ligne et d'un contour est mesurée. Ces méthodes mesurent des distances entre les contours détectés, qui ne sont pas nécessairement fermés, contrairement à la première méthode.

Les distributions de tailles de grains ont été mesurées avec ces trois méthodes. Les premiers résultats ont montré que les distributions obtenues par les deux méthodes des « intercepts » sont très proches. Par la suite, l'utilisation d'une seule des deux méthodes des « intercepts » a été jugée suffisante et le choix s'est arbitrairement porté sur la méthode des « intercepts horizontaux ». L'objectif sera ensuite de ne sélectionner qu'une seule méthode, entre celle de la « détection de grains » et celle des « intercepts ».

2.2.1.2 Cartographies réalisées

Les Figure 2-8 à 2.10 présentent les différentes cartographies réalisées dans le métal de base. Pour chaque zone sont données les cartographies en IPF (orientation de la direction Z dans le triangle standard du cristal de structure cubique centrée), en angles d'Euler et en contraste de bandes. Les cartographies en IPF sont prises selon la direction Z, qui correspond à l'axe orthogonal du tube. Les couleurs des cartographies correspondent à celles du triangle standard. La cartographie des grains détectés représentés en couleurs aléatoires est également introduite, de même que la cartographie des joints désorientés de plus de 5°, 10° et 40°, et les figures de pôles en isodensité.

On observe une morphologie en lattes, caractéristique de la microstructure martensitique.

Une portion de la cartographie MB3 semble présenter une morphologie légèrement différente, des blocs plus « arrondis ». Cela est lié à la reconstruction de la cartographie par traitement des points non indexés (ou supprimés), estimés à 10% du nombre total de points.

Certaines cartographies ne présentent pas de texture particulière. Cependant, la figure de pôles de la cartographie MB3 présente un ensemble de maxima typiques de microstructures de trempe issues de quelques grains austénitiques seulement. Ce constat suggère que cette cartographie contient peu d'anciens grains austénitiques.

L'observation de ces cartographies met également en évidence la difficulté de la détection de grains à prendre en compte l'ensemble des grains de la structure. Certains grains d'orientations différentes, observables sur les cartographies en IPF ou en contraste de bande, ne sont pas distingués par la cartographie de détection de grains, les contours de ces grains n'étant pas parfaitement fermés (les zones entourées d'un cercle noir sur les cartographies de la Figure 2-8 illustrent ce constat). Les mesures de tailles de grains obtenues par cette méthode sont donc légèrement surestimées.

Par ailleurs, les cartographies d'orientation des joints révèlent l'existence de joints au sein de certains grains détectés. La plupart sont des joints faiblement désorientés (5°). Ces joints ne forment pas des contours fermés et les grains n'apparaissent pas sur la cartographie de détections de grains (les zones entourées d'un cercle noir sur les cartographies de la Figure 2-10 illustrent ce constat).

Les cartographies des désorientations aux joints révèlent une prépondérance des joints désorientés de plus de 40°. Ce constat est en accord avec les distributions des angles de désorientation prédits par la relation GT (existence de pics de désorientations entre 47 et 60°). Par ailleurs, le critère de désorientation imposé à 5° explique l'absence de joints de faibles désorientations, également très nombreux dans la structure.

Certains anciens grains austénitiques sont repérables sur les cartographies du métal de base. D'après les cartographies MB1 et MB3 (Figure 2-8 et Figure 2-10) les tailles moyennes de ces quelques anciens grains sont estimées visuellement à environ 40 µm, ce qui correspond aux valeurs usuelles obtenues pour des aciers martensitiques à 9% de chrome, ayant subi des traitements de normalisation similaires.

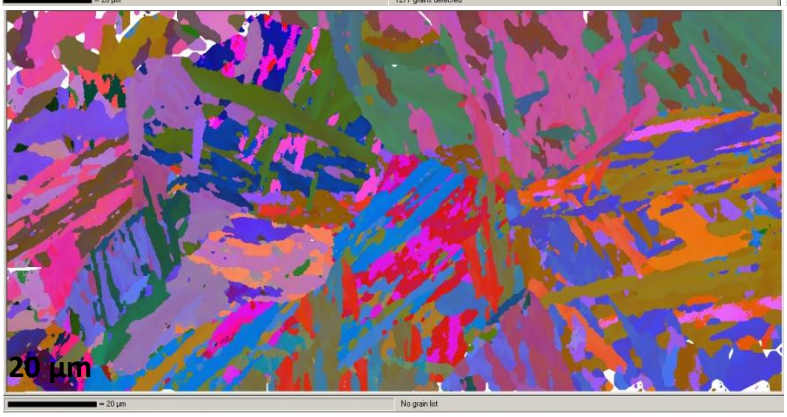
La figure de pôles de la cartographie MB2 (Figure 2-9) indique que la zone observée ne comprend que très peu d'anciens grains austénitiques (environ 2 ou 3).

Les cartographies en contraste de bande révèlent davantage d'interfaces que les cartographies de joints désorientés. La mise en parallèle des deux types de cartographies montre qu'une grande quantité d'interfaces correspond à des désorientations inférieures à 5°. Cependant, ces interfaces délimitent des zones dont la taille moyenne est supérieure à la taille des sous-grains déterminée au MET [Ennis et al., 1997, P.F. Giroux, 2010]. Ce paradoxe n'est pas encore résolu à ce jour.

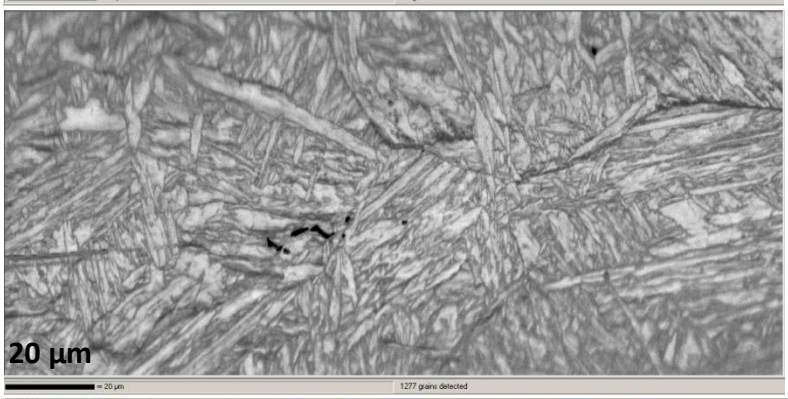
a)

20 µm
111
001
101
1277 grains detected

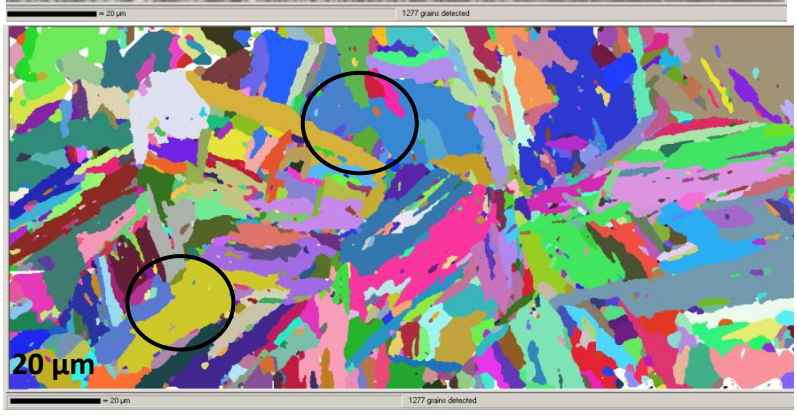
b)


20 µm
No grain list

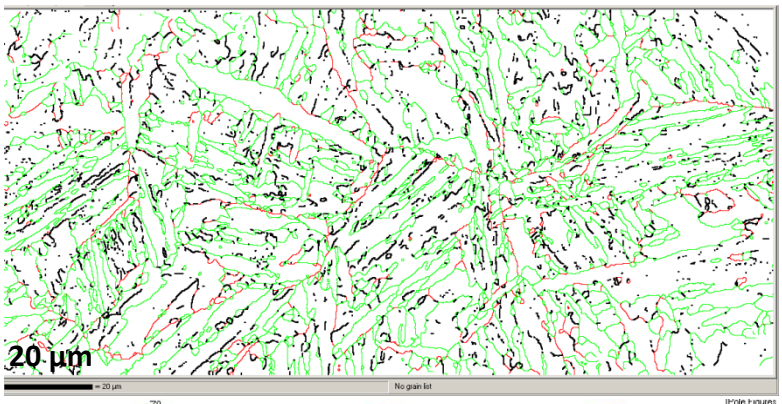
c)


20 µm
1277 grains detected

d)


20 µm
1277 grains detected

e)



f)

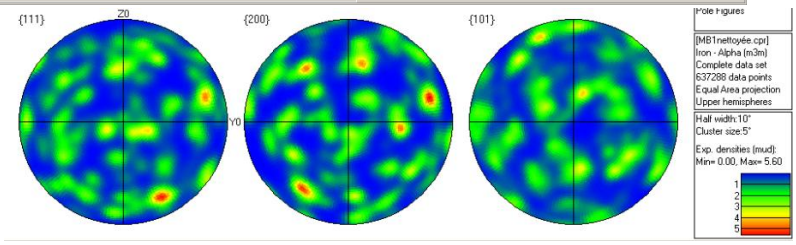


Figure 2-8 : cartographies de MB1 : a) en orientation de la normale à la surface observée, dans le repère du cristal (« IPF »), b) en angles d'Euler (codage rouge-vert-bleu) et c) en contraste de bande. d) Cartographie des grains détectés en couleurs aléatoires. e) Cartographies des joints désorientés de plus de 5° (en noir), 10° (en rouge) et 40°(en vert). f) Trois projections stéréographiques en isodensité.

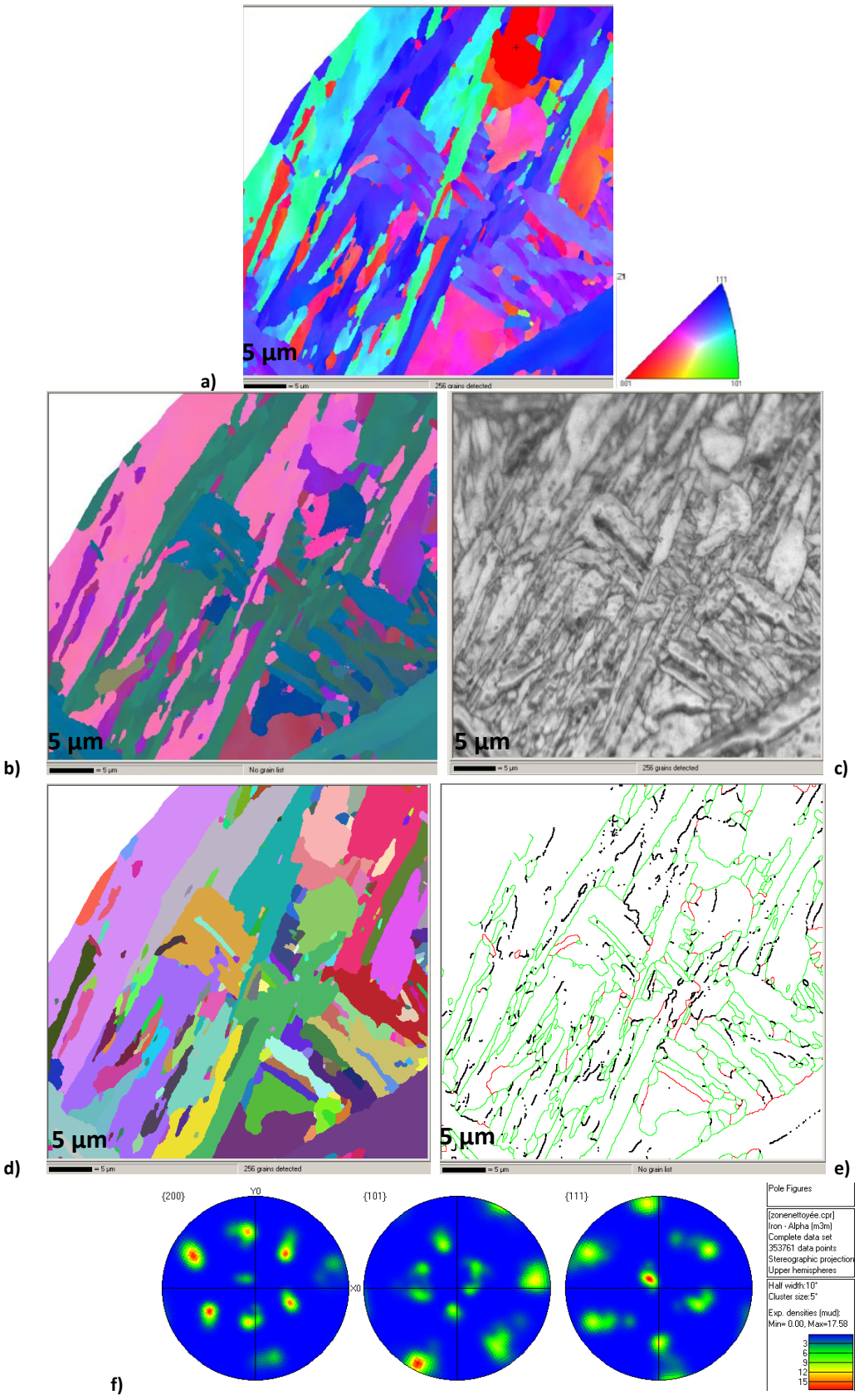


Figure 2-9 : cartographies de MB2 : a) en orientation de la normale à la surface observée, dans le repère du cristal (« IPF »), b) en angles d'Euler (codage rouge-vert-bleu) et c) en contraste de bande. d) Cartographie des grains détectés en couleurs aléatoires. e) Cartographies des joints désorientés de plus de 5° (en noir), 10° (en rouge) et 40°(en vert). f) Trois projections stéréographiques en isodensité.

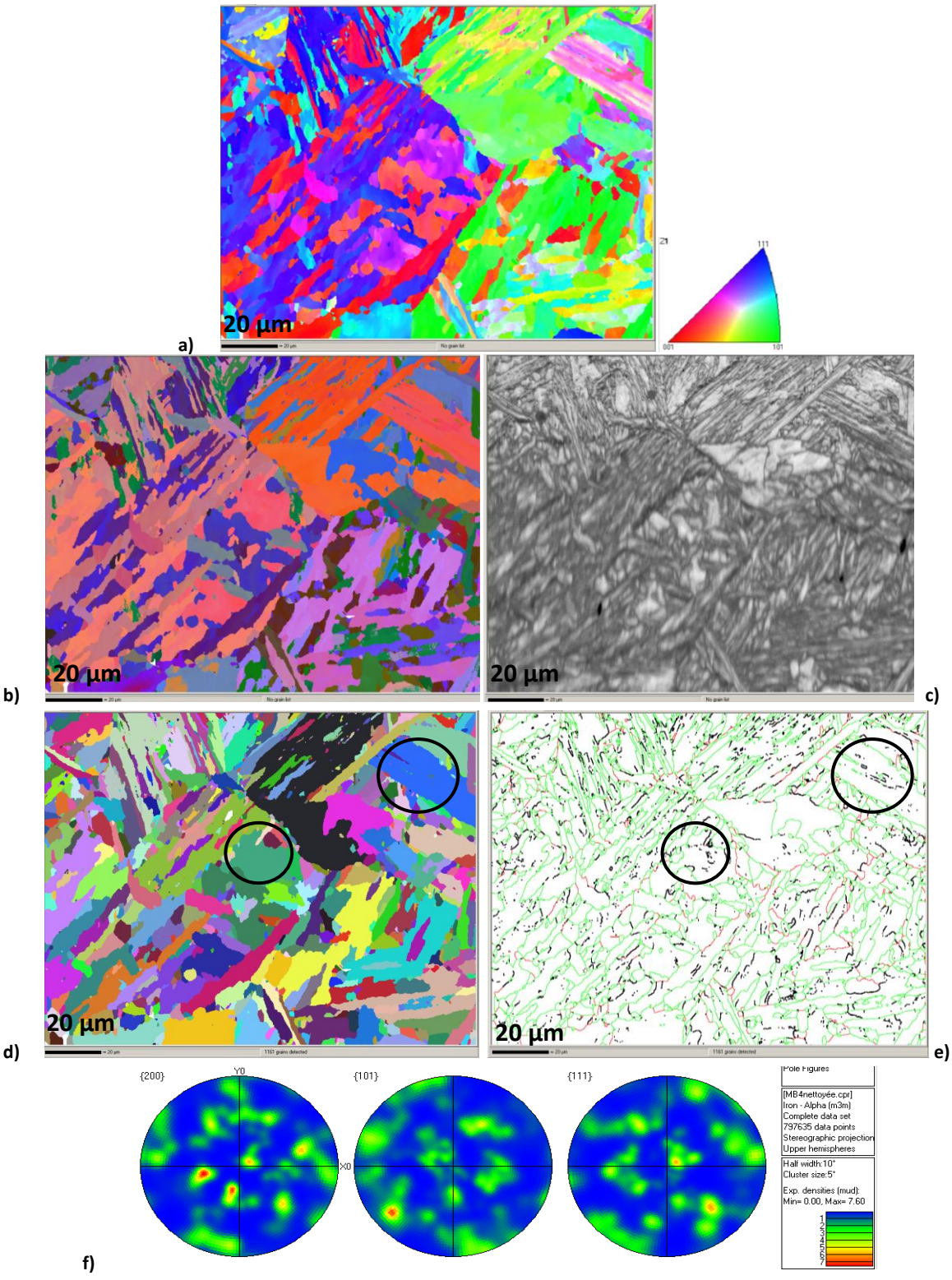


Figure 2-10 : cartographies de MB3 : a) en orientation de la normale à la surface observée, dans le repère du cristal (« IPF »), b) en angles d'Euler (codage rouge-vert-bleu) et c) en contraste de bande. d) Cartographie des grains détectés en couleurs aléatoires. e) Cartographies des joints désorientés de plus de 5° (en noir), 10° (en rouge) et 40°(en vert). f) Trois projections stéréographiques en isodensité.

2.2.1.3 Taille de blocs

2.2.1.3.1 Choix de la méthode de détermination des « tailles de grains »

Avant d'étudier les distributions de tailles de blocs, il est important d'estimer la représentativité des distributions en termes de grains austénitiques considérés. Les tailles de grains austénitiques sont comprises entre 10 et 80 µm. Au vu des cartographies MB1 à MB3, on peut considérer qu'une dizaine de grains austénitiques a été étudiée ici. Ce n'est pas suffisant pour considérer les résultats comme statistiquement représentatifs, on les considérera donc comme indicatifs, à des fins de comparaison avec les autres zones du joint soudé. .

Les distributions de tailles de blocs du métal de base détensionné, obtenues à partir des deux méthodes (méthode de détection de grains et méthode dite des « intercepts » horizontaux) sur les trois cartographies, ont tout d'abord été comparées graphiquement (Figure 2-11 et 2-12). Les courbes correspondent aux distributions des effectifs cumulés. La distribution MB-total correspond à l'ensemble des données concaténées.

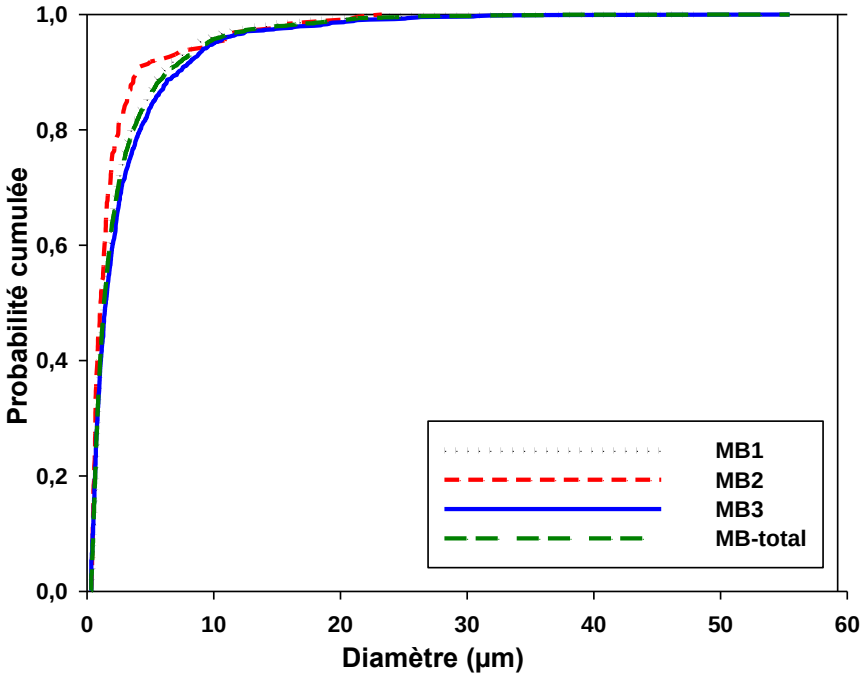


Figure 2-11 : distributions des tailles de blocs mesurées sur les trois cartographies du métal de base par la méthode de « détection de grains », comparées avec la distribution de l'ensemble de ces données.

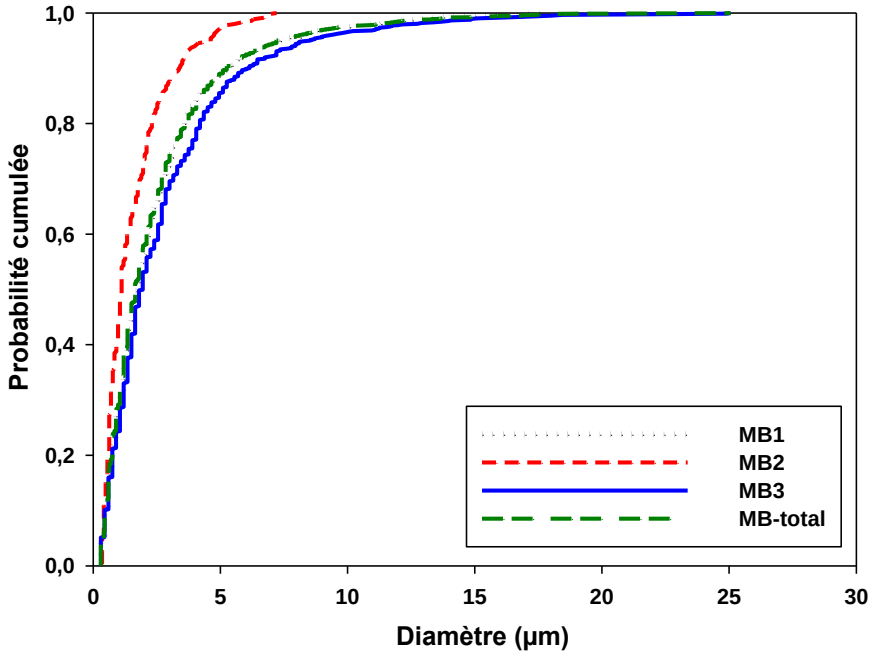


Figure 2-12 : distributions des tailles de blocs mesurées sur les trois cartographies du métal de base par la méthode des « intercepts » horizontaux, comparées avec la distribution de l'ensemble de ces données.

Pour les deux méthodes, les trois distributions MB1, MB3 et MB-total sont assez proches. En particulier, pour la méthode des « intercepts », les deux courbes de distributions MB1 et MB-total sont pratiquement superposées.

Les distributions obtenues avec les deux méthodes ne présentent pas de différences significatives, pour une cartographie donnée. Pour les deux méthodes, environ 85% des grains mesurés ont un diamètre inférieur à 5 µm. On note que la méthode de détection de grains mesure des tailles maximales de grains supérieures à celles fournies par l'autre méthode : un maximum d'environ 35 µm mesuré par la méthode de détections de grains contre 22,5 µm environ estimé par la méthode des « intercepts ». Plusieurs hypothèses peuvent justifier ce constat. D'une part, la détection de grains passe outre plusieurs joints puisqu'elle ne prend en compte que les contours fermés. D'autre part, les mesures obtenues par la méthode des intercepts sont dépendantes de l'orientation des lignes, ici tracées horizontalement. La plupart des grains sont orientés aléatoirement et les longueurs maximales ne sont pas systématiquement prises en compte. Quelle que soit l'orientation de la ligne, la probabilité de couper un bloc dans le sens de la longueur est faible. Cela introduit un biais systématique dans les mesures. Dans le cadre de l'étude, l'objectif est d'obtenir des distributions moyennes représentatives. L'étude microstructurale d'un matériau dans le cadre d'une campagne d'essais de résilience ou de ténacité, nécessiterait des mesures plus précises des blocs de grandes tailles et l'utilisation de la méthode de « détection de grains » serait alors plus appropriée.

Pour les deux méthodes, la distribution MB2 est décalée vers les plus petites valeurs par rapport aux autres distributions. Ce constat résulte de deux caractéristiques de la cartographie. D'une part, les dimensions de MB2 sont inférieures à celles des autres cartographies. La cartographie étant plus petite, peu de blocs de grande taille sont observables. D'autre part, le pas de MB2 est plus fin que celui des autres cartographies. Ainsi, plus de détails et donc de petits contours de grains sont observables. Cette remarque reflète en outre que le pas introduit un biais statistique dans les

mesures de tailles de blocs. En effet, le nombre de pixels nécessaires pour former un bloc varie en fonction du pas utilisé. Ainsi, la cartographie MB2, réalisée avec un pas plus fin, fait apparaitre des blocs de plus petites tailles que les cartographies MB1 et MB3.

Par ailleurs, les joints d'une cartographie réalisée avec un faible pas sont représentés par un nombre de pixels plus important par rapport à une cartographie présentant un pas plus élevé. Plus le nombre de pixels est élevé, plus les possibilités d'obtenir deux pixels adjacents orientés différemment sont grandes. Dans le cas de la détection de grains, la probabilité d'obtenir un contour fermé est donc plus grande.

Les distributions MB-total obtenues avec les deux méthodes sont comparées sur le graphique de la Figure 2-13. Ces distributions sont très proches mais diffèrent par leur borne supérieure. La méthode de détection de grains mesure des tailles maximales nettement supérieures à l'autre méthode (50 µm contre 30 µm).

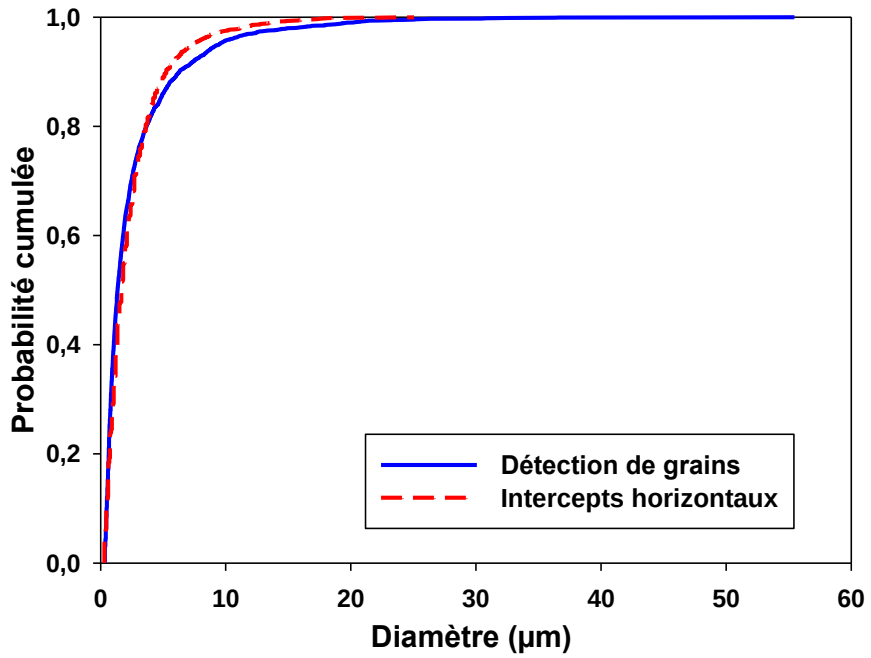


Figure 2-13 : distributions des tailles de blocs de la série MB-total, mesurées à partir de la méthode des « intercepts » horizontaux et par la méthode de détection de grains.

Ces deux différences entre les distributions des données concaténées du métal de base ne sont néanmoins pas considérées comme significatives.

Les statistiques descriptives des distributions obtenues avec les deux méthodes sont rassemblées dans le Tableau 2-8 et le Tableau 2-9.

Cartographies	Nombre de grains mesurés	Moyenne (µm)	Ecart-type (µm)	Coefficient d'asymétrie	Bornes de définition (µm)
MB1	1250	2,57	3,6	4,75	0,34/48,49
MB2	245	2,23	3,5	3,68	0,34/23,27
MB3	1126	2,99	4,3	4,43	0,34/55,45
MB-total	2621	2,72	3,9	4,56	0,34/55,45

Tableau 2-8 : statistiques descriptives de chaque série de données expérimentales de tailles de blocs dans le métal de base, obtenues par la méthode de détections de grains.

Cartographies	Nombre de grains mesurés	Moyenne (µm)	Ecart-type (µm)	Coefficient d'asymétrie	Bornes de définition (µm)
MB1	795	2,51	2,5	2,66	0,3/17,85
MB2	348	1,57	1,3	1,80	0,35/7,21
MB3	821	2,87	3,1	2,93	0,3/25,05
MB-total	1964	2,50	2,7	3,04	0,3/25,05

Tableau 2-9 : statistiques descriptives de chaque série de données expérimentales de tailles de blocs dans le métal de base, obtenues par la méthode des « intercepts » horizontaux.

Les moyennes des distributions obtenues avec les 2 méthodes sont relativement proches. En particulier les moyennes sur les distributions MB-total sont voisines.

Les valeurs maximales mesurées par la méthode de détection de grains sont plus élevées par rapport à celles mesurées avec l'autre méthode, ce qui explique les valeurs d'écarts-types globalement supérieures.

Chaque distribution a été représentée par une loi log-normale. La densité de probabilité de la loi log-normale utilisée par Matlab est notée de la manière suivante :

$$f(x,\mu,\sigma) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}}\int_0^x \frac{e^{\frac{-(\ln(t)-\mu^2)}{2\sigma^2}}}{t}dt$$

µ et σ sont respectivement la moyenne et l'écart-type de la distribution log-normale ajustée à partir d'une distribution expérimentale, soit si on note µ' et σ' la moyenne et l'écart-type de la distribution expérimentale :

$$\mu' = \exp(\mu)$$

$$\sigma' = \exp(\sigma)$$

La distribution de tailles de blocs mesurés par la méthode des intercepts horizontaux est comparée graphiquement à la loi log-normale associée sur la Figure 2-14.

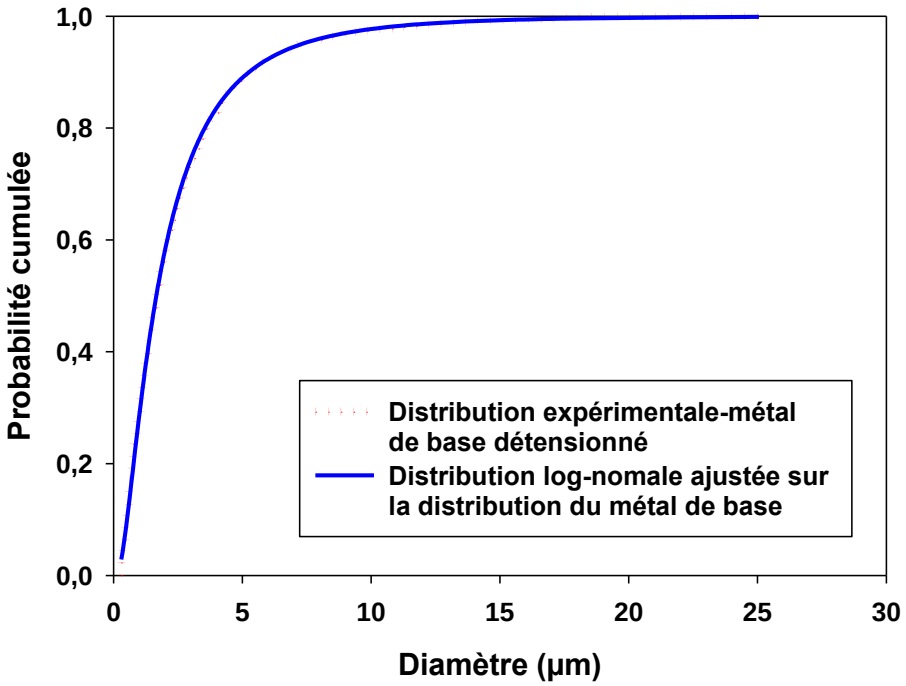


Figure 2-14 : distributions de tailles de blocs mesurées par la méthode des intercepts horizontaux comparée à la distribution log-normale ajustée.

Les deux distributions sont pratiquement superposées. La distribution des tailles de blocs dans le métal de base détensionné, mesurées par la méthode des intercepts horizontaux, semble donc bien suivre une loi de type log-normale.

La fonction de distribution de tailles de grains expérimentales la plus utilisée est la loi log-normale (Dronhofer et al, 2003, Humphreys et al., 1997), mais il n'était pas certain que ce type de loi puisse s'appliquer à des blocs de lattes martensitiques, dont le mécanisme de formation n'est pas lié à une transformation de phase diffusionnelle.

Une étude statistique de traitement de ces données de tailles de blocs a été entreprise. Les outils statistiques et la méthode de dépouillement utilisés sont présentés en annexe. Des tests d'adéquation ont été appliqués entre chaque distribution expérimentale et la distribution log-normale associée, pour les deux méthodes. Les deux tests utilisés sont le test de Kolmogorov-Smirnov (test de « KS ») et le test du χ^2.

Ces deux tests sont basés sur le même principe, à savoir la mesure de la distance entre un échantillon de données et la loi statistique, ici la loi log-normale, ou la distance entre deux séries de données.

Pour chaque test seront données les valeurs suivantes :

- K, pour le test de KS : cette valeur correspond à la distance mesurée entre la valeur expérimentale et la distribution log-normale.
- Q, pour le test du X^2 : il s'agit de la distance du Chi2.
- P : il s'agit de la valeur p. Elle correspond à la probabilité que la distance mesurée (Q ou K) provienne uniquement du hasard de l'échantillonnage. En d'autres termes, elle représente

la probabilité de rejeter à tort l'adéquation. Elle est calculée à partir des données expérimentales. Cette valeur est comparée à la valeur de risque imposée (5%). Si la valeur p est supérieure à 5%, l'adéquation n'est pas rejetée.

Ces deux tests ont été systématiquement utilisés afin d'obtenir des données complémentaires.

L'utilisation de tels tests statistiques suppose une indépendance totale des variables aléatoires réalisées dans les distributions étudiées. Cette hypothèse n'est pas vérifiée dans le cas des tailles de blocs d'une même cartographie. En effet, la croissance de chaque grain est liée à celle de ses proches voisins. Les valeurs de tailles de blocs sont caractérisées par une corrélation spatiale. Cette corrélation, déjà difficile à quantifier en 3D, est encore plus difficile à évaluer sur les coupes métallographiques cartographiées par EBSD. On ne s'attachera donc pas à la quantification de telles corrélations.

Pour cette raison, l'étude s'est également basée sur des représentations graphiques et des statistiques descriptives pour valider les conclusions.

Les résultats des tests sont présentés dans le Tableau 2-10 et le Tableau 2-11.

	MB1	**MB2**	**MB3**	**MB-total**
Test de KS	Rejet $P_1 = 5{,}3876.10^{-07}$ $K_1 = 0{,}0776$	Rejet $P_2 = 0{,}0168$ $K_2 = 0{,}0982$	Rejet $P_3 = 3{,}4026.\ 10^{-04}$ $K_3 = 0{,}0619$	Rejet $P_T = 3{,}0911.\ 10^{-10}$ $K_T = 0{,}0655$
Test du χ^2	Rejet $P_1 = 5{,}1763.\ 10^{-05}$ $Q_1 = 19{,}7377$	Rejet $P_2 = 0{,}0026$ $Q_2 = 14{,}2557$	Rejet $P_3 = 1{,}9399.\ 10^{-04}$ $Q_3 = 13{,}8884$	Rejet $P_T = 3{,}2844.10^{-09}$ $Q_T = 39{,}0682$

Tableau 2-10 : résultats des tests d'adéquation entre chaque série de données expérimentales du métal de base obtenues par la méthode de « détections de grains », et la loi log-normale ajustée.

	MB1	**MB2**	**MB3**	**MB-total**
Test de KS	Non rejet P1 = 0,0333 K1 = 0,0506	Rejet P2 = 0,0186 K2 = 0,0816	Non rejet P3 = 0,0391 K3 = 0,0488	Rejet $P_T = 6{,}1988.10^{-04}$ $K_T = 0{,}0453$
Test du χ^2	Non rejet $P_1 = 0{,}2181$ $Q_1 = 7{,}0348$	Non rejet $P_2 = 0{,}1511$ $Q_2 = 8{,}0954$	Non rejet $P_3 = 0{,}8426$ $Q_3 = 1{,}4090$	Non rejet $P_T = 0{,}2656$ $Q_T = 6{,}4415$

Tableau 2-11 : résultats des tests d'adéquation du KS et du X^2 entre chacune série de données expérimentales du métal de base, obtenues par la méthode des « intercepts » horizontaux, et la loi log-normale ajustée.

Les résultats des deux tests montrent qu'aucune série de données expérimentales obtenues par la méthode de détections de grains ne peut être représentée par une loi log-normale avec les critères fixés.

Les résultats du test de KS réalisés sur la méthode des « intercepts » horizontaux valident cependant l'adéquation entre les séries de données expérimentales MB1 et la distribution des données ajustées par une loi log-normale. Par ailleurs, les valeurs de p obtenues pour MB1 et MB3 sont relativement élevées et peu éloignées du seuil critique (5%).

Malgré ce dernier point, le test de KS semble inadapté à l'étude des distributions de tailles de blocs. Le rejet systématique du test est lié d'une part à la dépendance des variables étudiées (les tailles de bloc), et d'autre part à un effet de seuil. En effet, la loi log normale débute à l'origine alors que les distributions de tailles de bloc sont seuillées. Les pentes à l'origine de la distribution log-normale et la distribution expérimentale sont donc décalées et le test mesure automatiquement un écart important.

Le test du χ^2 valide l'adéquation entre les quatre séries de données et la distribution log-normale associée. Par ailleurs, les résultats de ces tests révèlent la nature log-normale des distributions de tailles de blocs dans le métal de base, obtenues par la méthode des « intercepts » horizontaux.

Suite à ces premiers constats, il a été décidé de poursuivre l'étude de la distribution des tailles de grains uniquement avec la méthode des « intercepts » horizontaux. Cette méthode semble représentative de la distribution de taille de blocs dans le métal de base et reproductible d'une distribution à une autre.

2.2.1.3.2 Etude des distributions de taille de blocs dans le métal de base détensionné

Les statistiques descriptives estimées à partir des séries de données obtenues par la méthode des « intercepts » horizontaux sur les 3 cartographies du métal de base et MB-total, sont reportées dans le Tableau 2-9.

On constate que les moyennes et les écarts-types des données expérimentales de MB1, MB3 et MB-total sont très proches. Les allures des distributions semblent identiques.

En particulier, les moyennes obtenues avec MB1 et MB-total sont identiques.

Ces constats suggèrent que les cartographies MB1 et MB3 sont suffisamment étendues pour représenter la distribution MB-total. Cette distribution comporte au minimum 7 grains austénitiques.

La cartographie MB2 est de dimension inférieure aux deux autres. Ainsi, les diamètres de grains mesurés sont plus petits, la borne supérieure étant de 7,21 µm, ce qui explique une moyenne de tailles de grains si différentes de celles obtenues par MB1 et MB3.

Les coefficients d'asymétrie sont tous positifs. Les queues de distributions sont donc étalées vers les valeurs élevées.

Etant donnée la superficie de la zone couverte par MB-total, on considérera que ladite distribution est caractéristique de l'ensemble du métal de base. Le matériau de l'étude est considéré comme homogène, selon la circonférence et dans l'épaisseur du tube soudé. En effet, Giroux et al., [Giroux et al., 2010] ont mesuré une dureté similaire dans l'épaisseur du même tube Grade 92 non détensionné, à la fois parallèlement et perpendiculairement à l'axe du tube. Le traitement de détensionnement de modifie pas cette homogénéité. Les tailles de grains n'ont pas été mesurées en peau interne et en peau externe du tube. Néanmoins, les éprouvettes sont prélevées à mi-épaisseur du tube, là où le matériau a été caractérisé par EBSD. Le métal de base détensionné caractérisé est donc considéré comme représentatif du matériau testé en fluage.

Le test de KS a été appliqué pour étudier l'adéquation entre les courbes expérimentales. Les résultats sont présentés en annexe. Les résultats du test ne valident pas l'adéquation entre toutes les

courbes. Or, le graphique de la Figure 2-12 révèle une réelle similarité des distributions MB1, MB3 et MB-total. La sévérité de ce test statistique nous a conduits à écarter l'utilisation de tels tests pour l'étude des tailles de blocs.

Cette première étape de l'étude a essentiellement permis d'approcher par une loi log-normale des distributions de tailles de blocs. Par ailleurs, les distributions de tailles de blocs de MB1, MB3 et MB-total semblent représentatives des distributions de tailles de blocs dans le métal de base.

2.2.1.4 Distributions des facteurs de forme

Les distributions des facteurs de forme sont obtenues par la méthode de « détection de grains ». Le logiciel Channel 5 modélise chaque contour fermé par une ellipse équivalente. Le facteur de forme correspond au rapport du grand axe de l'ellipse sur le petit axe. Dans cette partie de l'étude, il est nécessaire de tenir compte de l'erreur induite par la méthode de mesure, dont l'utilisation est inévitable ici.

Dans un premier temps, les séries de données du métal de base ont été comparées entre elles ainsi qu'avec la série des données concaténées, MB-total (Figure 2-15).

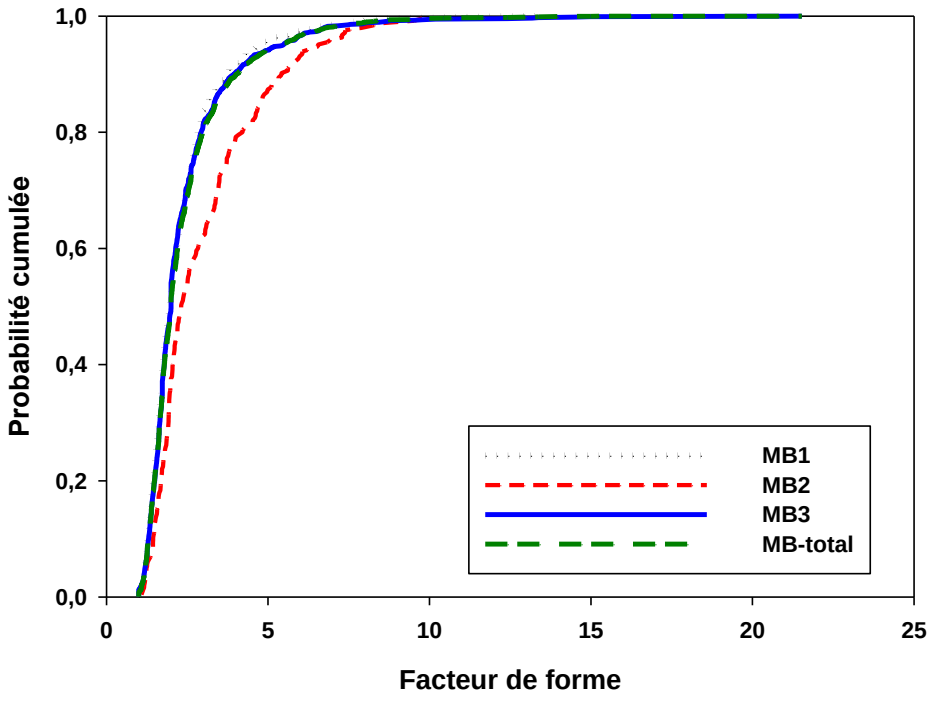


Figure 2-15 : distributions des facteurs de forme mesurées sur les trois cartographies du métal de base, comparées avec la distribution de la série MB-total.

On constate que les courbes des distributions cumulées des trois séries de données MB1, MB3 et MB-total sont très proches. Pour ces zones, on constate que 80% des blocs ont un facteur de forme inférieur à 3.

La distribution MB2 ne présente pas la même allure. On y trouve (proportionnellement) beaucoup de blocs « allongés », comme le confirme la Figure 2-16, qui présente l'ensemble des tailles de blocs des trois cartographies du métal de base en fonction de leur facteur de forme. Ce graphique fournit

une idée globale de la forme des blocs. On constate que la cartographie MB2 contient principalement des petits grains minces et des petits blocs plus arrondis mais comprend également quelques gros blocs de forme arrondie. En outre, les gros blocs sont presque tous de forme équiaxe. En revanche, seuls les plus petits ont des facteurs de forme relativement élevés et donc des formes allongées.

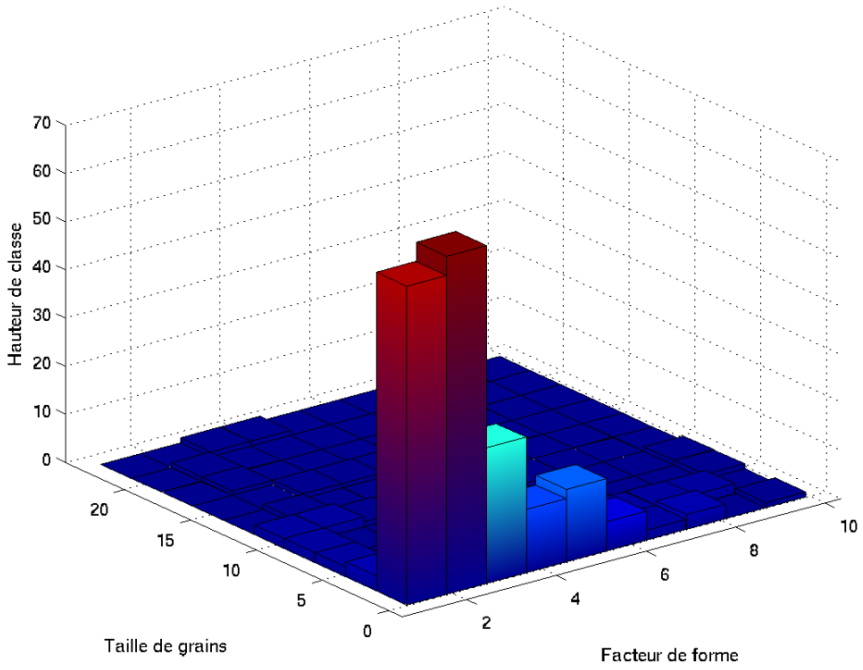


Figure 2-16 : taille de blocs de la cartographie MB2 en fonction de leur facteur de forme.

Comme pour la taille des blocs, on peut supposer que la cartographie MB2 ne fournit pas un nombre de données suffisant pour représenter entièrement la distribution des facteurs de forme dans le métal de base. En particulier, la distribution présente peu de grains de forme très allongée et avec un facteur de forme supérieur à 10.

Les données statistiques des trois distributions du métal de base et de la série MB-total sont rassemblées dans le Tableau 2-12.

Cartographies	Nombre de grains mesurés	Moyenne	Ecart-type	Coefficient d'asymétrie	Valeurs minimales/ maximales
MB1	1250	2,32	1,3	2,97	1/13,29
MB2	245	3,02	1,7	1,56	1,08/9,92
MB3	1126	2,42	1,6	4,27	1/21,53
MB-total	2621	2,43	1,5	3,49	1/21,53

Tableau 2-12 : données statistiques obtenues à partir des séries de données de facteurs de forme du le métal de base.

On constate que les moyennes et les écarts-types sont relativement proches pour les cartographies MB1, MB3 et MB-total.

La borne supérieure des facteurs de forme mesurés sur MB2 est très petite par rapport aux autres, en raison des dimensions inférieures de la cartographie. Ce résultat a également été mis en valeur à travers la Figure 2-16.

Le test du KS a été utilisé pour comparer les distributions expérimentales de facteurs de forme entre les cartographies faites dans le métal de base détensionné. Les résultats des tests sont présentés en annexe. A nouveau, ces résultats ne sont pas considérés pour l'étude des tailles de blocs.

2.2.1.5 Etude des désorientations

En premier lieu, les désorientations corrélées ont été considérées. Il s'agit des désorientations entre chaque paire de points indexés voisins, qui correspondent aux « joints » potentiels. Le logiciel les calcule deux à deux et fournit une distribution de l'ensemble des désorientations.

Les distributions des désorientations dans le métal de base sont présentées sur la Figure 2-17. Ces courbes correspondent à l'enveloppe des histogrammes des désorientations, d'une largeur de classe de 1°. Les données traitées ont été seuillées à une désorientation minimale de 2°. Le choix de cette valeur est lié à la précision angulaire de l'indexation, d'environ 0,5°. En-deçà de 2°, la distinction entre les très faibles désorientations et les artefacts de mesure est difficile [Panait, 2010]. Sonderegger et al. [Sonderegger et al., 2008] ont analysé le rapport signal sur bruit à partir de mesures de désorientations sur plusieurs échantillons en acier 9-12% de chrome. Leur analyse a montré que l'angle de désorientation minimum pour lequel le niveau de bruit n'augmente pas considérablement, est d'environ 1,5°.

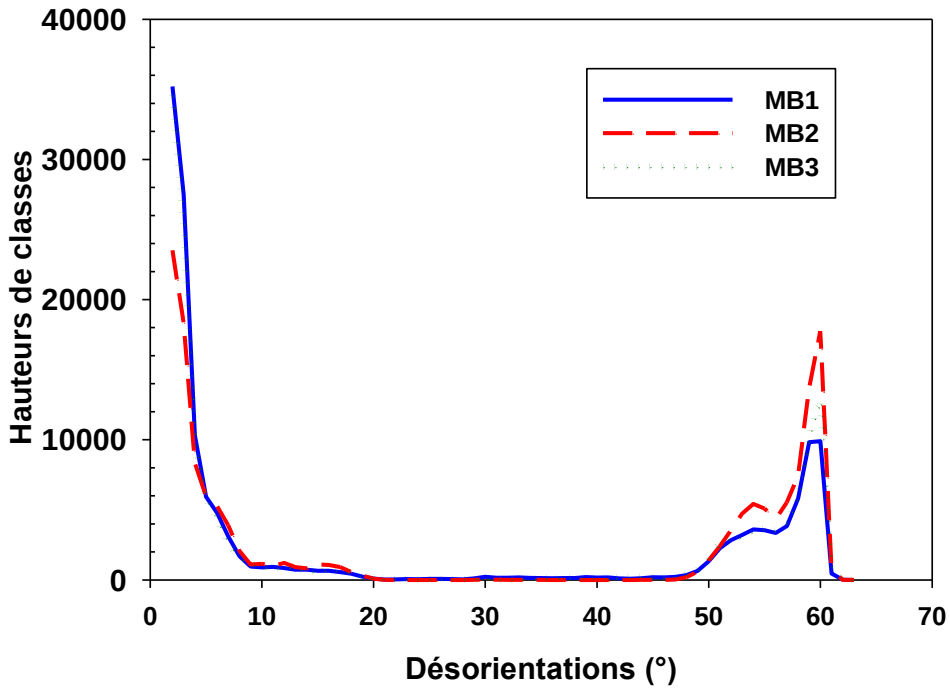


Figure 2-17 : distribution des désorientations corrélées mesurées sur les trois cartographies du métal de base.

Les hauteurs de classe ont préalablement été pondérées par le rapport entre le nombre de données de la cartographie considérée et le nombre de données de la plus grande cartographie (en

l'occurrence, MB1). Ce calcul permet de comparer directement les distributions des différentes cartographies.

Les courbes issues des différentes cartographies sont similaires et présentent la même position des pics de désorientation.

Ces distributions sont considérées comme représentatives de la distribution des désorientations dans le métal de base.

Les désorientations non corrélées ont également été comparées afin d'évaluer la texture globale du matériau. Dans ce cas, le logiciel calcule les désorientations entre deux points indexés pris aléatoirement sur la cartographie et fournit une série de ces mesures. Cette série de données correspond à la distribution des désorientations entre blocs non nécessairement voisins.

Les distributions obtenues avec les cartographies de la microstructure du métal de base ont été concaténées. La distribution complète, appelée MB-total , est comparée à la distribution théorique de MacKenzie (texture aléatoire) [MacKenzie, 1985] et présenté sur la Figure 2-18.

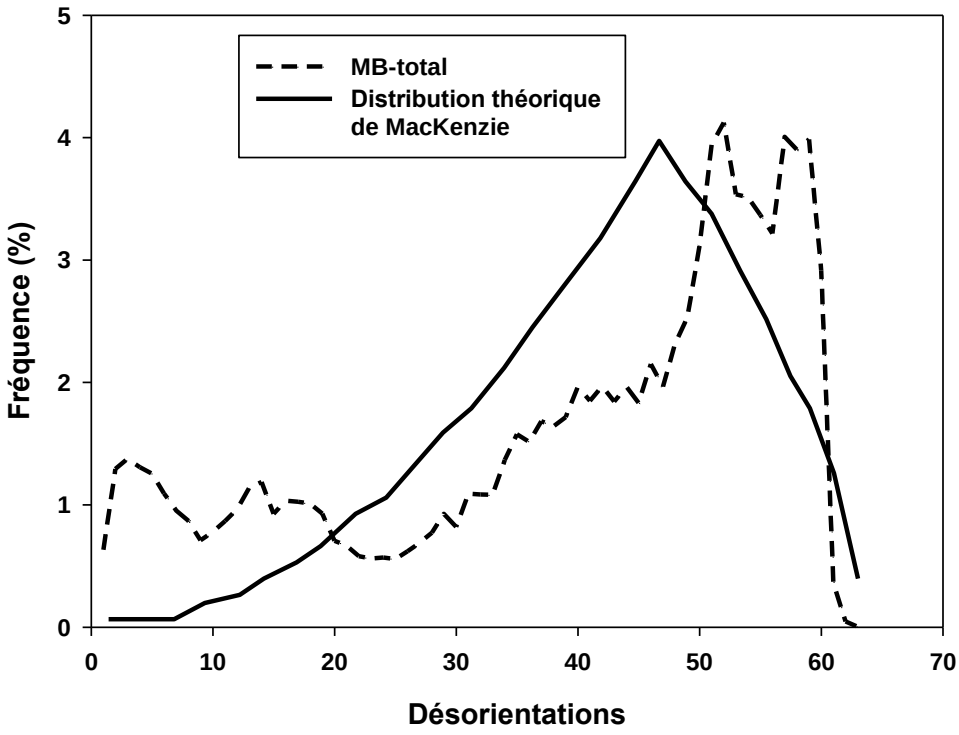


Figure 2-18 : distributions des désorientations non corrélées des deux séries de données MB-total et ZA-total, comparées à la distribution théorique de Mackenzie [MacKenzie, 1985].

Cette distribution ne suit pas la distribution théorique établie par MacKenzie [MacKenzie, 1985]. Ce constat est lié au faible nombre de grains austénitiques étudié.

La distribution présente un certain nombre de sous-joints et un maximum de désorientations situé vers 55-60°. Cette distribution des désorientations dans le matériau est cohérente avec la relation d'orientation de Greninger-Troiano (GT).

2.2.1.6 Conclusions

A la suite de cette partie de l'étude, différents constats sont faits.

Tout d'abord, des données quantitatives sur les distributions de tailles et de facteurs de forme de blocs, ainsi que sur les distributions de désorientations entre les blocs ont été obtenues. La taille moyenne des blocs de lattes est estimée à 2,5 µm (l'écart-type vaut 2,7 µm). Le facteur de forme « moyen » est évalué à 2,43 (l'écart-type vaut 1,5). Ces données seront réutilisées dans la suite de l'étude.

Ensuite, une méthode d'analyse de la microstructure du matériau à l'échelle du bloc de lattes a été définie.

En premier lieu, des critères d'acquisition des cartographies ont été établis. Afin de représenter précisément ces distributions, des tailles de cartographies minimales de l'ordre de 130 µm par 130 µm sont donc requises. Le pas maximal acceptable dépend de la taille minimale des entités à mesurer. Nous avons fait l'hypothèse qu'une taille inférieure à 300 nm n'est pas représentative d'une taille de bloc. Par ailleurs, on considère qu'un minimum de trois points indexés adjacents et ayant la même orientation, est nécessaire pour représenter un bloc. Ainsi, afin de prendre en compte l'ensemble des blocs, un pas maximal de 150 nm est requis. Un pas fin permet de visualiser plus de détails et ainsi plus de contours de grains. Les cartographies les plus grandes réalisées ici représentent donc un bon compromis entre la résolution spatiale et la représentativité statistique des données. Cette méthode a donc été mise en application pour la présente étude et la représentativité des distributions de tailles de blocs dans le métal de base a été confirmée. La plupart des cartographies réalisées sont considérées comme de tailles suffisamment grandes et fournissent un échantillonnage représentatif des distributions de tailles de blocs dans le métal de base détensionné. La plus petite cartographie, MB2, semble être la seule à ne pas représenter fidèlement la distribution de tailles de blocs dans le métal de base, sans doute en raison de ses dimensions insuffisantes.

En second lieu, une méthode traitement des cartographies EBSD pour ce type de microstructure a été proposée. La représentativité de la méthode de mesures de tailles de blocs, dite des « intercepts » horizontaux, a été validée. Cette méthode présente l'avantage de détecter toutes les interfaces, à l'inverse de la méthode de détections de grains qui ne prend en compte que les contours fermés. Néanmoins, cette méthode sous-estime la taille des grains les plus grands. La méthode des « intercepts » a été conservée pour la suite de l'étude.

L'utilisation de tests statistiques pour le traitement et la comparaison de distributions de tailles de blocs a été étudiée. Les résultats de l'étude indiquent que ces tests sont trop sévères pour l'étude de telles entités dans les conditions explorées. En outre, ces entités sont des variables dépendantes et la mise en application des tests statistiques requiert l'indépendance des variables.

2.2.2 Caractérisation microstructurale du métal de base détensionné à l'échelle du sous-grain

2.2.2.1 Taille de sous-grains

La sous-structure du métal de base détensionné est observable sur le cliché MET de la Figure 2-19. Les mesures de tailles de sous-grains ont été réalisées grâce à des observations par microscopie électronique en transmission sur des lames minces. Le MET utilisé est un PHILIPS EM430, dont la tension d'accélération est de 300 kV.

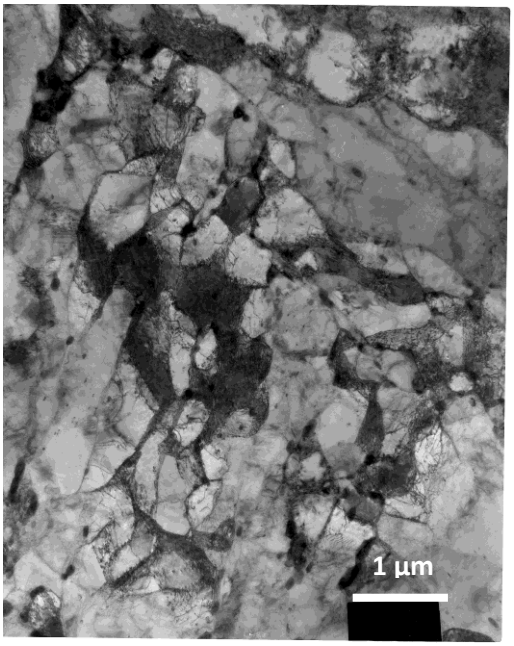


Figure 2-19 : micrographie au MET de la sous-structure du métal de base détensionné.

La taille moyenne des sous-grains a été mesurée sur cinq micrographies, prises à différentes zones dans la lame et avec un grandissement de 36000. La procédure de mesures de sous-grains est la même que celle utilisée par Giroux et al. [Giroux et al., 2010] sur le métal de base non détensionné et décrite au paragraphe 2.1.4. La taille moyenne évaluée est de 0,28 µm +/- 0,12 µm. La taille moyenne des sous-grains de cette étude est plus faible que celles fournies par la littérature sur des aciers Grade 92 non détensionnés. Elle est également plus faible que celle évaluée par la même méthode sur le même métal de base non détensionné. Ce résultat n'est pas en accord avec ce qui est attendu compte-tenu du traitement post soudage appliqué à la microstructure, et qui aurait dû avoir tendance à les faire grossir.

La filiation de dureté réalisée dans la section transversale du joint soudé (présentée dans la partie 3.2.1) révèle une évolution de la dureté entre le métal de base proche de la zone affectée thermiquement et le métal de base situé à une plus grande distance, estimée à environ 5 mm. Un écart de 10 $HV_{0,5}$ est constatée entre ces deux zones.

Les tailles moyennes de sous-grains dans le métal de base détensionné ont été réévaluées mais l'échantillon a cette fois-ci été prélevé à une plus grande distance de la soudure, à plus de 15 mm de la ligne de fusion. Six micrographies ont été utilisées pour réaliser les distributions. Elles ont cette fois-ci été réalisées à l'aide d'un MET JEOL 2100, fonctionnant à une tension d'accélération de 200 kV, à un grandissement de 20000. La taille moyenne mesurée pour cette seconde distribution est estimée à 0,45 µm +/- 0,2 µm. Cette valeur est cohérente avec les résultats de la littérature. Cette

taille moyenne est supérieure aux valeurs obtenues par Giroux et al et Ennis et al.. Cela s'explique par une légère restauration survenue lors du traitement post-soudage.

Le Tableau 2-13 compare les tailles moyennes de sous-grains mesurées dans le métal de base non détensionné et dans le métal de base détensionné, situé à la fois à moins de 5 mm de la ligne de fusion et à plus de 15 mm de la ligne de fusion. Les nombres de clichés et de sous-grains considérés sont également indiqués.

Matériau	MB non détensionné [Giroux et al., 2010]	MB détensionné A moins de 5 mm de la ligne de fusion	MB détensionné A plus de 15mm de la ligne de fusion
Nombre de clichés	3	5	7
Nombre de sous-grains mesurés	4956	1108	642
Moyenne (µm)	0,37	0,28	0,45
Ecart-type (µm)	0,17	0,12	0,2
Moyenne µ de la distribution log-normale ajustée	-0,43	-0,55	-0,35
Moyenne σ de la distribution log-normale ajustée	-0,77	-0,92	-0,70

Tableau 2-13 : tailles moyennes de sous-grains mesurées dans le métal de base non détensionné et dans le métal de base détensionné, situé à moins de 5 mm de la ligne de fusion et à plus de 15 mm de la ligne de fusion.

Les deux distributions de tailles de sous-grains dans le métal de base détensionné sont présentées sur la Figure 2-20. Les distributions de tailles de sous-grains suivent une loi de type log-normale, dont les paramètres sont donnés dans le Tableau 2-13.

La distribution de tailles de sous grains examinés loin de la ligne de fusion est décalée vers les plus grandes valeurs.

Les tailles de sous-grains mesurées dans le métal de base près de la ligne de fusion sont donc petites et inférieures à ce qui est attendu. Une hypothèse a été formulée afin d'expliquer ce constat. Cette microstructure est probablement liée aux conditions de soudage. Les tubes sont bridés lors du soudage. Une zone de métal de base, confinée entre un métal de base dans lequel la température est relativement faible et dont la microstructure n'évolue pas, et le métal fondu dans lequel se produisent des transformations et des changements de phases. La microstructure confinée de cette zone de métal de base a donc probablement subit une déformation plastique (et donc une augmentation de la densité de dislocations) résultant des contraintes thermiques liées au confinement. Le traitement de détensionnement consécutif au soudage aurait activé le phénomène de restauration à l'origine de cette fine sous-structure. On aurait donc affaire à une zone affectée thermomécaniquement (TMAZ) située entre la ZAT et le métal de base détensionné.

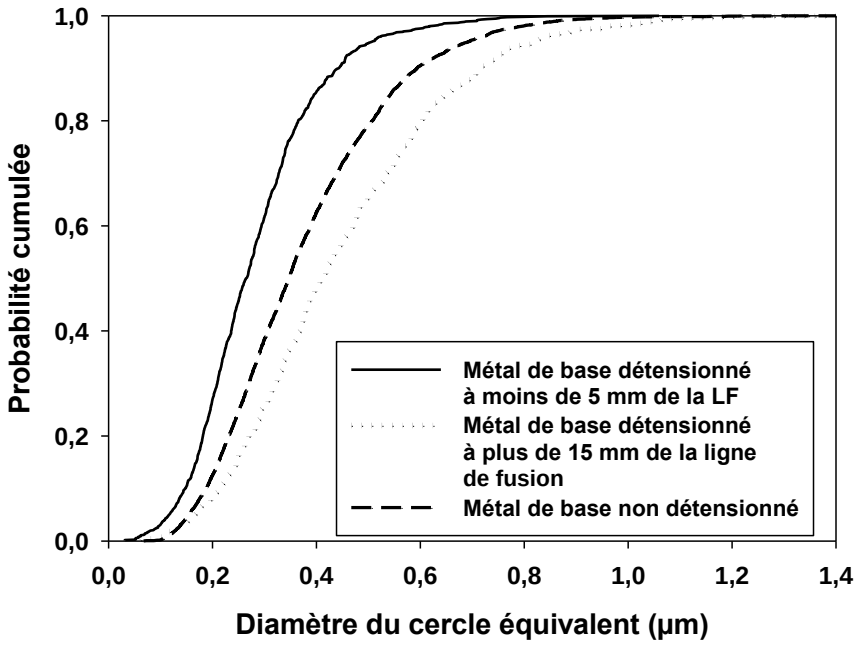


Figure 2-20 : distributions en probabilités cumulées des tailles de sous-grains dans le métal de base à moins de 5 mm de la ligne de fusion (LF) et le métal de base à plus de 5 mm de la ligne de fusion.

2.2.2.2 Densités de dislocations

La densité de dislocations mesurée dans le métal de base détensionné est estimée à 3,5 x $10^{14}m^{-2}$.

Cette valeur est cohérente avec les valeurs trouvées dans la littérature sur du métal de base en acier Grade 92 non détensionné (Tableau 2-4).

Cette valeur a été obtenue suite à des mesures faites sur cinq sous-grains. Ces mesures fournissent un ordre de grandeur de la densité de dislocations dans le métal mais ne sont pas des mesures précises. Afin d'améliorer la précision, il serait plus rigoureux de mesurer systématiquement l'épaisseur de la lame mince à chaque cliché. Par ailleurs, pour qu'elle soit représentative, il faudrait mesurer cette valeur sur un plus grand nombre de clichés et donc de sous-grains. En effet, la densité de dislocations est répartie de manière très hétérogène dans ce matériau, comme l'illustre le cliché en champ clair de la Figure 2-21 a). D'après cette micrographie, certains sous-grains comportent beaucoup de dislocations et d'autres en semblent presque exempts, du moins pour les conditions de diffraction utilisées ici.

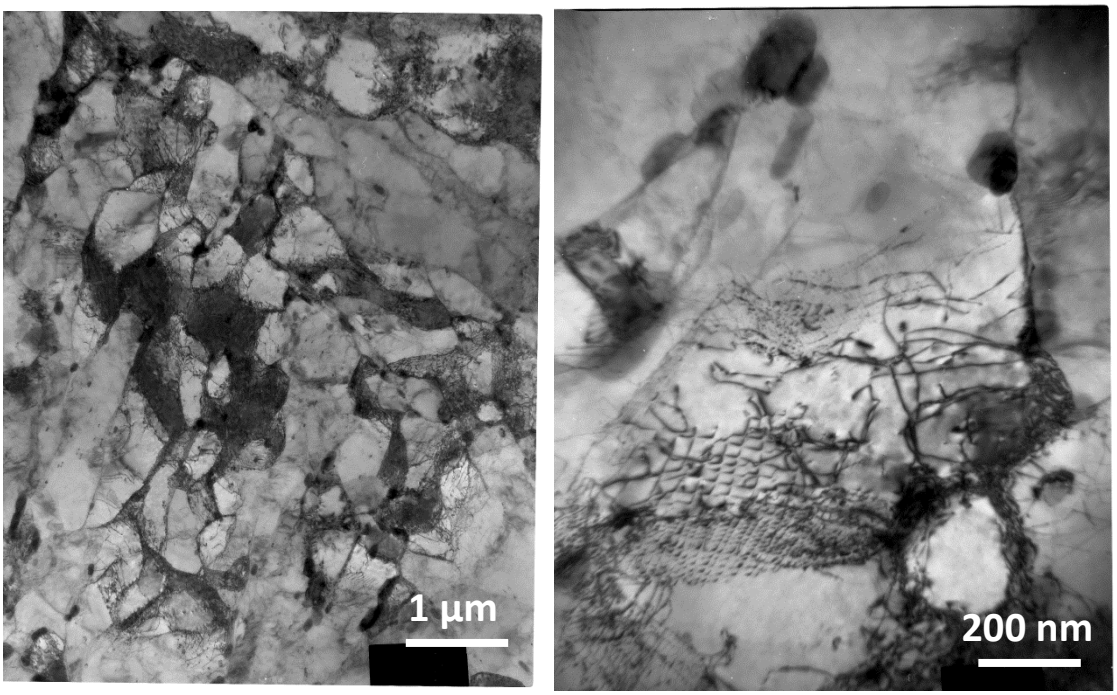


Figure 2-21 : images en champ clair réalisées au MET a) de la sous-structure du métal de base détensionné, et b) d'une paroi de dislocations.

Les clichés MET de la Figure 2-21b) illustre la répartition des dislocations dans ce matériau. Le cliché présente un enchevêtrement de dislocations formant très probablement un sous-joint.

Les incertitudes liées à ces mesures ont été quantifiées. Ces incertitudes sont liées aux caractéristiques de l'échantillon, à la méthode d'analyse ainsi qu'à la qualité de l'image. Deux paramètres, l'épaisseur de la lame et le nombre d'intersections, ont été modifiés et leur influence sur la mesure finale a été estimée.

L'incertitude sur l'épaisseur de la lame mince est généralement proche de 50 nm. L'épaisseur estimée de la lame a donc été modifiée de 50 nm. Les densités de dislocation sont estimées, à partir des mêmes mesures, pour des épaisseurs de lame de 150 nm et de 250 nm.

Une moyenne de 52 intersections sur l'ensemble des sous-grains est mesurée pour le métal de base détensionné « TMAZ » (proche de la ligne de fusion) avec un écart-type de 8. Les calculs ont été faits en faisant varier de 10 le nombre d'intersections. Cet écart peut, en outre, être lié à l'erreur induite par les différences de grandissement des clichés MET, ce qui entraine alors un nombre d'intercepts différent.

Les densités de dislocations estimées ont été recalculées après modification de ces différents paramètres (Tableau 2-14).

Zone	Métal de base	
	Moyenne ($10^{14}m^{-2}$)	**Ecart-type ($10^{13}m^{-2}$)**
Valeur initiale	3,5	4,9
e - 50 nm	4,7	6,6
e + 50 nm	2,8	3,9
n - 10	2,8	3,9
n + 10	4,2	6,2
e - 50 nm **n + 10**	5,6	8,2
e + 50 nm **n - 10**	2,3	3,2

Tableau 2-14 : sensibilité de la valeur moyenne et de l'écart-type des densités de dislocations dans le métal de base (proche de la ligne de fusion), calculées en fonction des paramètres utilisés pour leur estimation.

On observe qu'une augmentation de l'épaisseur de la lame de 50 nm diminue la valeur de la densité de dislocations de 20% et une réduction d'épaisseur de 50 nm augmente la densité de dislocation de 35%.

La modification du nombre d'intersections modifie de 20% les densités de dislocations.

La densité de dislocations a également été calculée en modifiant cette fois-ci les deux paramètres. L'erreur induite est évaluée entre 35 et 60 %.

2.2.2.3 Caractérisation des précipités dans l'acier de l'étude.

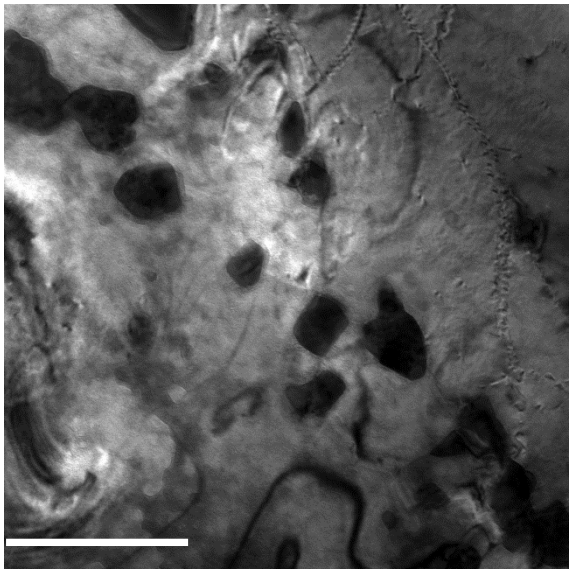
Les précipités présents dans le métal de base ont été caractérisés en microscopie électronique en transmission par énergie filtrée (EFTEM) et en haute résolution. Les observations et analyses ont été faites sur des répliques extractives et sur des lames minces. La microscopie électronique en transmission par énergie filtrée est une technique puissante pour la détection et la quantification de précipités dans les aciers [P. Warbicheler et al., 1998]. Hättestrand and Andrén [M. Hättestrand and H.-O. Andrén, 2001] ont utilisé l'EFTEM afin de déterminer les distributions de tailles de précipités VN, $M_{23}C_6$ et des phases de Laves dans un acier Grade 92 dans des conditions à réception et après essais de vieillissement et de fluage. Les auteurs ont constaté une augmentation de 20% de la taille des $M_{23}C_6$ après vieillissement à 600 °C pendant 26 000 h et une augmentation de 70 % à 650 °C. Les précipités VN sont stables dans ces conditions de vieillissement (environ 40 nm). Hättestrand and Andrén ont également constaté l'apparition de phases de Laves à partir de 10 000 h de vieillissement à 600 °C.

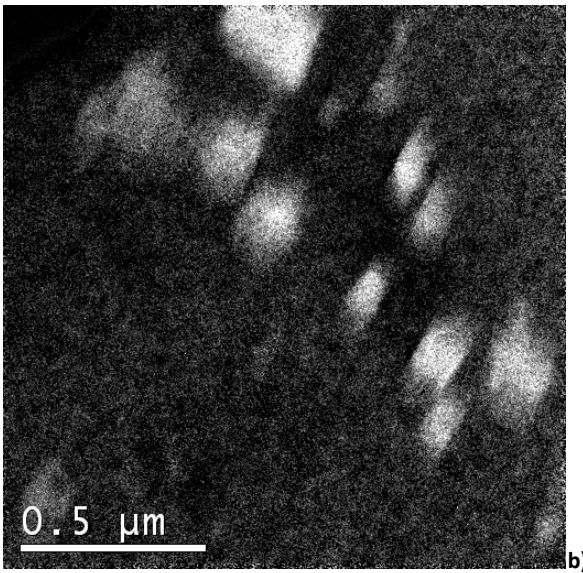
Les analyses en EFTEM ont été faites à l'aide d'un microscope électronique en transmission JEOL 2100 équipé d'un filtre d'image Gatan (GIF) travaillant avec une tension d'accélération de 200kV. Les observations en haute résolution ont été faites à l'aide d'un microscope électronique en transmission JEOL 2010.

Les observations en microscopie électronique en transmission révèlent que deux types de précipités sont présents dans le matériau et qu'ils se distinguent par leur taille. Des précipités de plusieurs dizaines de nanomètres de diamètre sont observables, ainsi que des précipités de plus de 100 nanomètres. Les précipités majoritairement présents dans ce matériau sont les $Cr_{23}C_6$ et les VN.

Afin d'obtenir de détecter ces précipités, des cartographies du chrome et du vanadium ont été faites sur lames minces en métal de base à plus de 15 mm de la ligne de fusion. Pour l'acquisition des cartographies, le seuil pour les deux éléments correspond à L_2. Le temps d'acquisition est de 10 secondes.

Une des zones analysées est présentée sur la Figure 2-22. En premier lieu, on observe l'image en champ clair (Figure 2-22a)). Les cartographies du chrome et du vanadium sont observables sur les Figure 2-22 b) et c).

a) 



b)

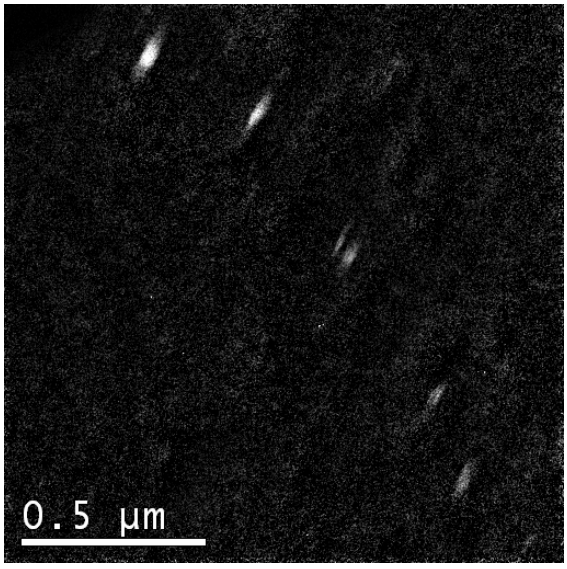
c) 

Figure 2-22 : a)image en champ clair sur cliché obtenu dans le métal de base, b) cartographie du chrome, c) cartographie du vanadium.

On constate que deux types de phases sont présents dans le matériau Grade 92. On observe des phases riches en chrome, qui sont des particules de grande taille, typiquement comprise entre 80 nm et 200 nm, et des phases riches en vanadium, de taille plus petite, typiquement comprise entre 20 nm et 50 nm.

L'analyse chimique de ces précipités est complétée par une caractérisation de leur structure cristallographique. Pour cela, la microscopie en haute résolution est utilisée.

L'étude des structures cristallographiques des précipités n'a pas pu être faite sur les précipités analysés en EFTEM.

Néanmoins, seulement deux types de précipités ont été mis en évidence en EFTEM. Les analyses en haute résolution n'ont révélé que deux structures cristallographiques différentes. Deux particules analysées sont présentées ci-dessous.

Les précipités étudiés et les clichés issus des transformées de Fourier sont présentés sur la Figure 2-23 et la Figure 2-24. L'indexation du premier cliché (Figure 2-23) indique qu'il s'agit d'une structure cubique à faces centrées (CFC). Ce cliché coïncide avec le cliché de diffraction d'un précipité MX selon l'axe de zone (1 1 0). Le paramètre de maille est évalué à 3,6 Å. Il s'agit bien d'un précipité MX [Ennis et al., 2000, Shen et al., 2009].

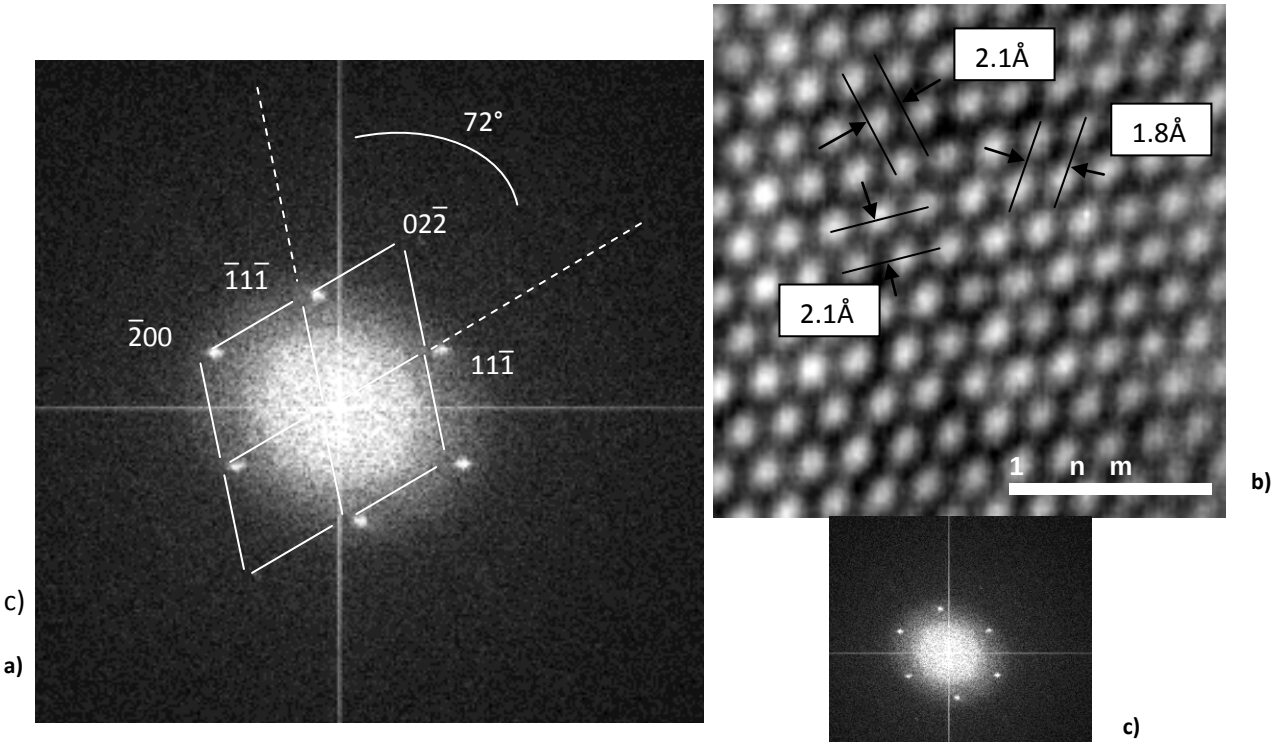
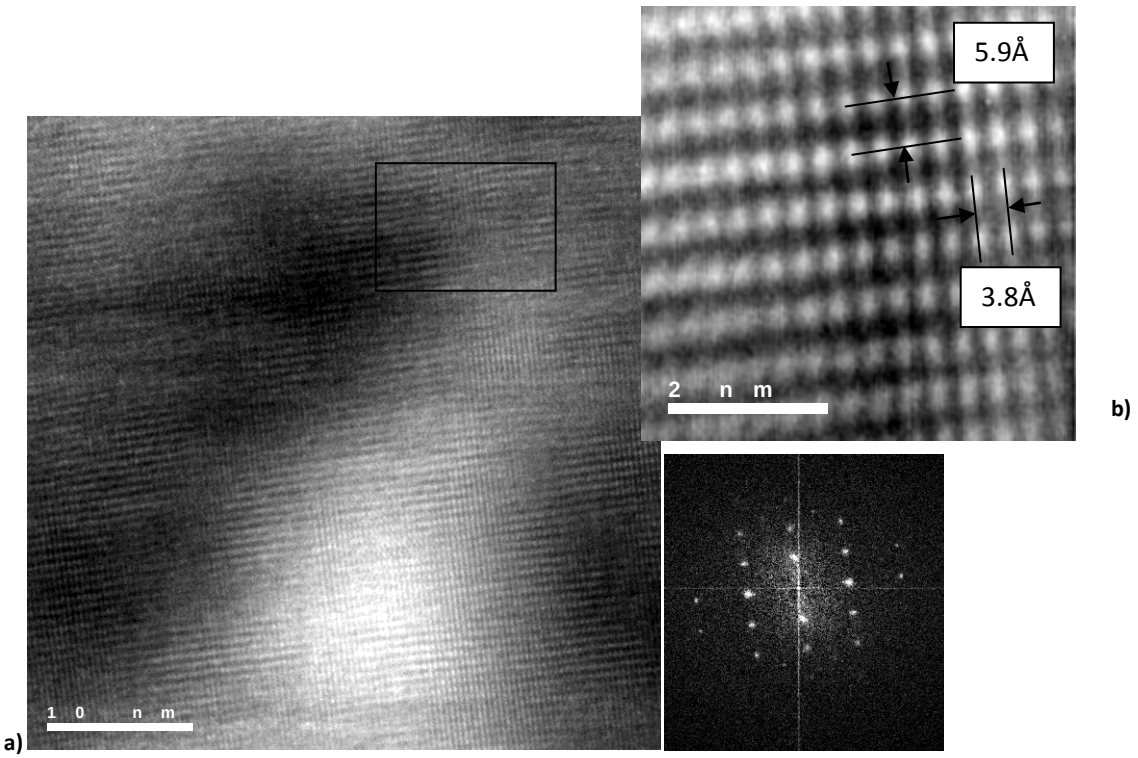


Figure 2-23 : a) image d'un précipité MX étudié, b) cliché issu de la transformée de Fourier et c)cliché de diffraction.

L'indexation du second cliché indique également que la structure est CFC (Figure 2-24). Ce cliché coïncide avec le cliché de diffraction d'un précipité $M_{23}C_6$ selon l'axe de zone (1 -1 2). Le paramètre de maille est évalué à 10,3 Å. Il s'agit bien d'un précipité $M_{23}C_6$ [Ennis et al., 2000, Shen et al., 2009].



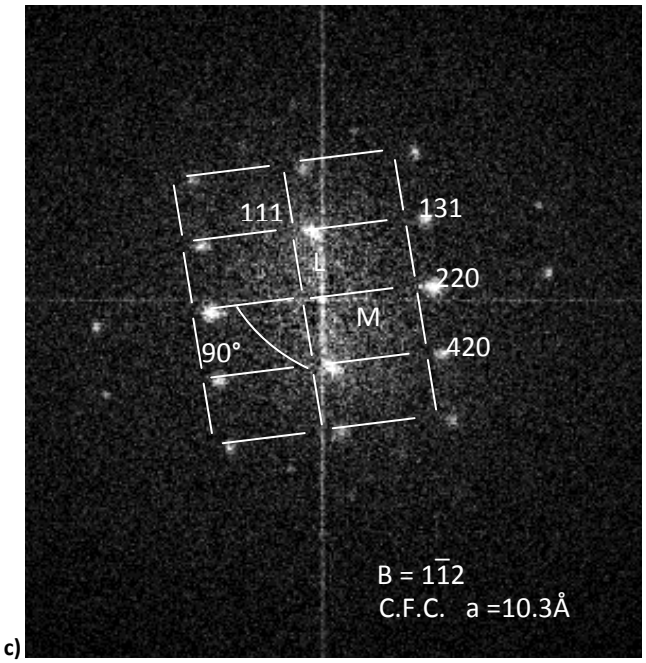


Figure 2-24 : a) image du précipité $M_{23}C_6$ étudié, b) cliché issu de la transformée de Fourier et c)cliché de diffraction.

Les analyses ont donc permis de caractériser les précipités présents dans ce matériau. Les phases majoritairement présentes dans ce métal de base Grade 92 détensionné sont des précipités $M_{23}C_6$ riches en chrome et des précipités MX riches en vanadium. Ces résultats sont en accord avec les résultats de la littérature (paragraphe 2.1.7).

Les analyses réalisées en EFTEM sont également utilisées afin de définir une taille seuil permettant de différencier les deux types de précipités sur des observations au MEB FEG, sans utiliser systématiquement l'EFTEM. Des distributions de tailles de particules ont été obtenues grâce à cinq

cartographies élémentaires faites dans le métal de base détensionné. 72 particules riches en chrome et 40 particules riches en vanadium ont été considérées.

Les cartographies ont été traitées à l'aide du logiciel d'analyse d'images Visilog. Le contour de chaque particule a été dessiné manuellement au moyen d'un stylet. Cette étape a dans un premier temps été réalisée sur les particules riches en chrome et dans un second temps sur les particules riches en vanadium. Le logiciel réalise ensuite des opérations de binarisation puis affecte aléatoirement des couleurs aux contours dessinés, afin ensuite d'obtenir une cartographie des contours de précipités. Un exemple de cartographie obtenue suite à ce traitement est observable sur la Figure 2-25. Pour terminer, le logiciel réalise des opérations morphologiques sur les particules dessinées, afin d'obtenir les distributions de diamètres circulaires équivalents de particules. Il est difficile de quantifier précisément l'erreur sur les mesures de tailles de particules à l'aide de cartographies faites en EFTEM. Les incertitudes sont liées à l'outil d'observation et de caractérisation, ainsi qu'à la mesure par l'opérateur en elle-même. En effet, la démarche utilisée a fait appel à des étapes de traitement d'images et du signal. L'incertitude est arbitrairement estimée à 10%.

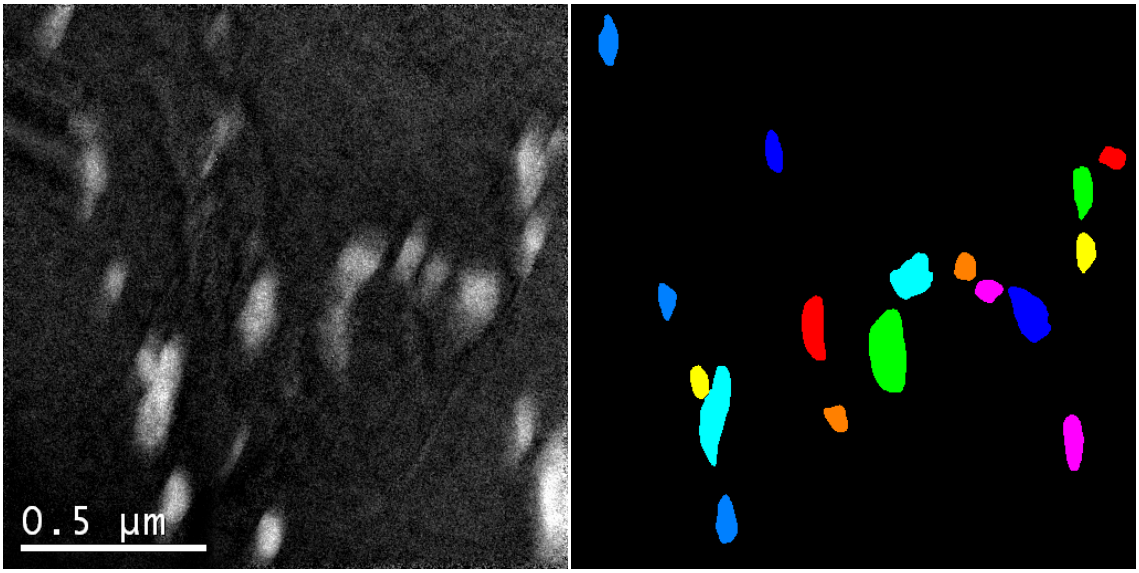


Figure 2-25 : a) cartographie du chrome faite dans le métal de base et b) cartographie des particules associée obtenue avec Visilog.

Les distributions des tailles des deux types de particules sont présentées sur le graphique de la Figure 2-26.

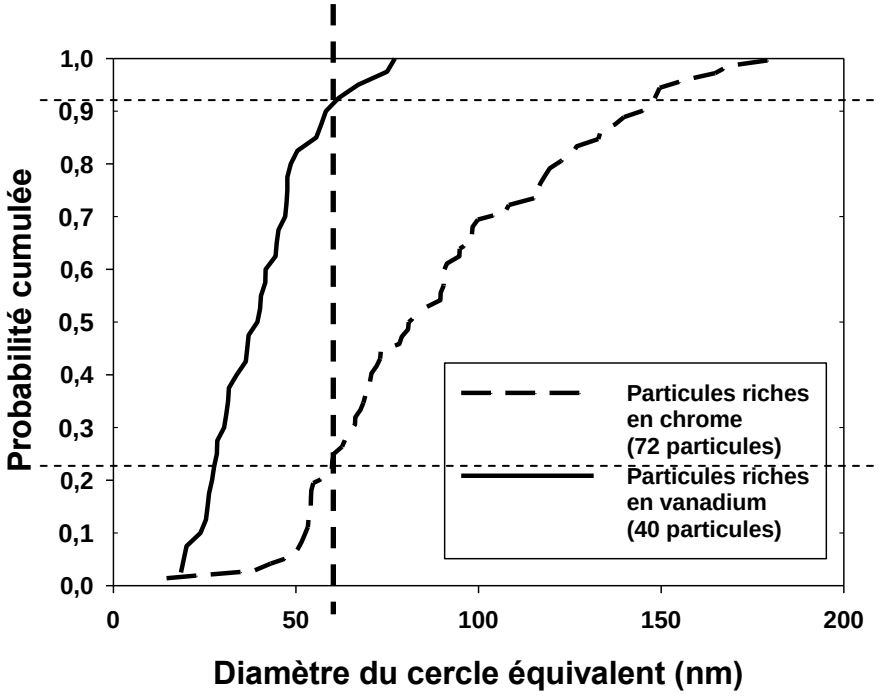


Figure 2-26 : évolution des fréquences cumulées en fonction du diamètre circulaire équivalent.

Les tailles des plus petites particules mesurées sont de l'ordre de 15 nm. Les tailles minimales mesurables sont donc supérieures à la limite de résolution. En effet, une particule de 2 nm de rayon est supérieure à la taille de pixels. Les diamètres maximaux des particules riches en vanadium sont de l'ordre de 50 nm.

On constate un recouvrement des distributions de tailles pour les deux types de précipités. Près de la moitié des précipités $M_{23}C_6$ présente des diamètres du même ordre de grandeur que les MX.

Il est donc difficile sans analyse chimique EFTEM de différencier les plus larges MX des plus fins $M_{23}C_6$.

L'étape suivante a consisté à déterminer une taille seuil afin de différencier ces deux types de précipités à travers des observations au MEB FEG ou au MET, plus aisées et permettant à priori de traiter d'importantes populations de données.

L'évolution du diamètre moyen des particules en fonction de la taille seuil imposée est présentée sur la Figure 2-27.

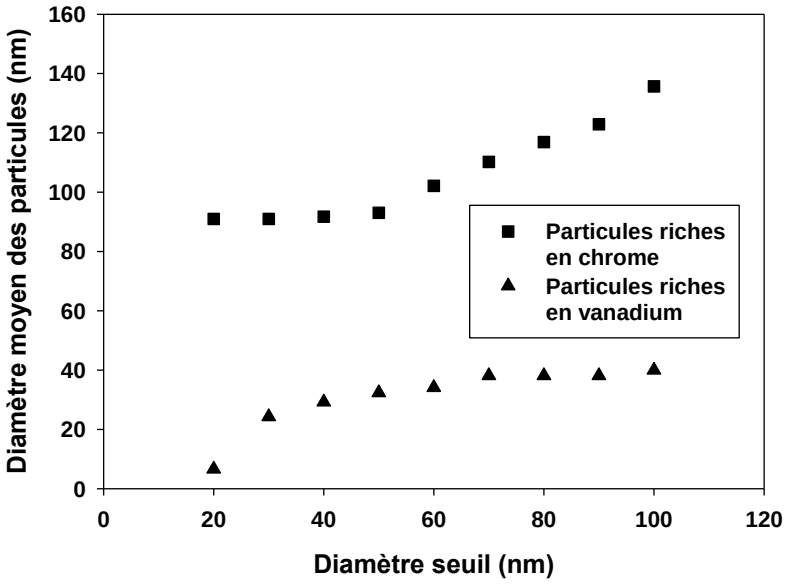


Figure 2-27 : évolution du diamètre moyen de particules en fonction du diamètre seuil.

Les particules riches en chrome possèdent un diamètre moyen constant lorsque le seuil est entre 20 et 50 nm. Ce résultat est également observable sur la distribution de la Figure 2-26. Au-delà d'un seuil de 50 nm, le diamètre moyen des particules augmente. Cela signifie qu'il y a très peu de particules riches en chrome de diamètre inférieur à 50 nm dans la distribution, moins de 10% d'après la Figure 2-26. Pour un diamètre seuil de 50 nm, la taille moyenne des particules est de 110 nm.

De la même manière, le diamètre moyen des particules riches en vanadium est constant lorsque le diamètre seuil est supérieur à 60 nm. En-deçà d'un seuil de 60 nm, le diamètre moyen des particules diminue. Peu de particules riches en vanadium présentent un diamètre supérieur à 60 nm (10% d'après la Figure 2-26). Pour un diamètre seuil de 60 nm, le diamètre moyen des particules est de 40 nm.

La Figure 2-28 trace la distribution des tailles de précipités en nombre.

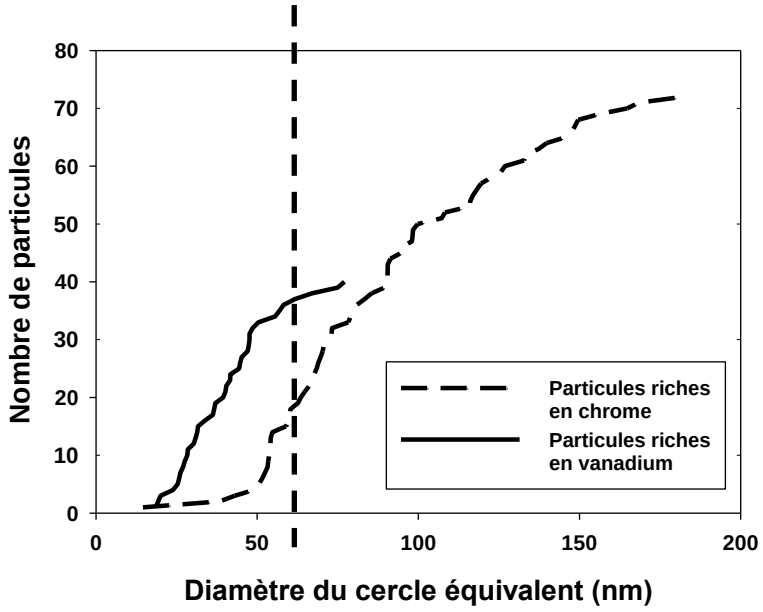


Figure 2-28 : évolution du nombre de particules en fonction du diamètre circulaire équivalent.

Le Tableau 2-15 compare le nombre et le pourcentage de chaque type de particule en fonction du seuil choisi, d'après les données présentées ci-dessus.

	$M_{23}C_6$ (72 particules)		MX (40 particules)	
	Nombre de particules de taille inférieure à 50 nm	**Nombre de particules de taille inférieure à 60 nm**	**Nombre de particules de taille inférieure à 50 nm**	**Nombre de particules de taille inférieure à 60 nm**
En probabilité cumulée	7 %	25 %	80 %	90 %
En nombre	5	18	33	36

Tableau 2-15 : comparaison du nombre de particules $M_{23}C_6$ et MX dont le diamètre est inférieur à 50 nm ou à 60 nm, en probabilité cumulée et en nombre.

D'après le Tableau 2-15, 18 particules riches en chrome ($M_{23}C_6$) et 36 particules riches en vanadium (MX) ont une taille inférieure à 60 nm. Le nombre de particules $M_{23}C_6$ en jeu lorsque le seuil est placé à 50 nm ou à 60 nm est de 13, et il est de 3 pour les MX. Compte-tenu du nombre total de particules, deux fois plus élevé pour les $M_{23}C_6$, la proportion de particules en jeu est à peu près équivalente. Ainsi, il a été décidé de fixer la taille seuil à 60 nm. Cette valeur seuil est un compromis. La taille moyenne des $M_{23}C_6$ est légèrement surestimée (20 % sont attribués à des MX) tandis qu'on sous-estime la taille moyenne des MX (10 % sont attribués à des $M_{23}C_6$).

Ainsi, l'ensemble de ces résultats permet de fixer la taille minimale des précipités attribués à la phase M23C6 à 60 nm et la taille maximale des précipités considérés comme MX, à 60 nm.

Les distributions de tailles mesurées avec l'EFTEM et seuillées, sont comparées aux distributions initiales sur la Figure 2-29.

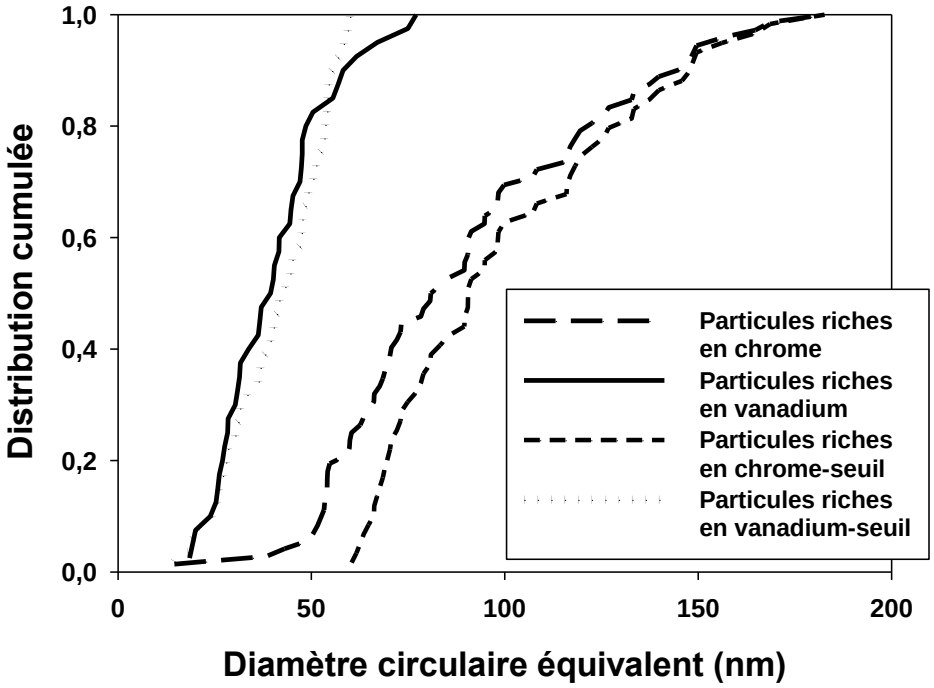


Figure 2-29 : évolution des fréquences cumulées en fonction du diamètre circulaire équivalent, en tenant compte du seuil de 60 nm fixé.

Les tailles de précipités $M_{23}C_6$ ont ensuite été étudiées à l'aide de micrographies au MEB FEG sur des répliques extractives.

Cinq micrographies ont été utilisées pour obtenir une distribution représentative. La procédure d'analyse de ces micrographies est identique à celle utilisée précédemment.

Le repérage des contours a, dans certains cas, été plus délicat. Les particules, dont le contraste par rapport au fond de l'image n'est pas assez élevé, n'ont pas été prises en compte. Par ailleurs, des agrégats de particules sont observables sur les micrographies. Seules les particules nettement différentiables parmi ces agrégats ont été considérées. Les particules constituant les agrégats sont larges. Ce biais ne modifiera pas le début de la distribution de particules (petites tailles).

Les diamètres circulaires équivalents de précipités, ainsi que les distances entre particules, ont été obtenus grâce au logiciel Visilog. La distance entre particule correspond ici à la distance minimale entre deux bords de particules. 742 particules ont été considérées.

La Figure 2-30a) est une micrographie faite au MEBFEG sur des répliques extractives prises dans le métal de base détensionné. La Figure 2-30b) correspond à une cartographie des précipités identifiés manuellement, obtenue avec le logiciel Visilog.

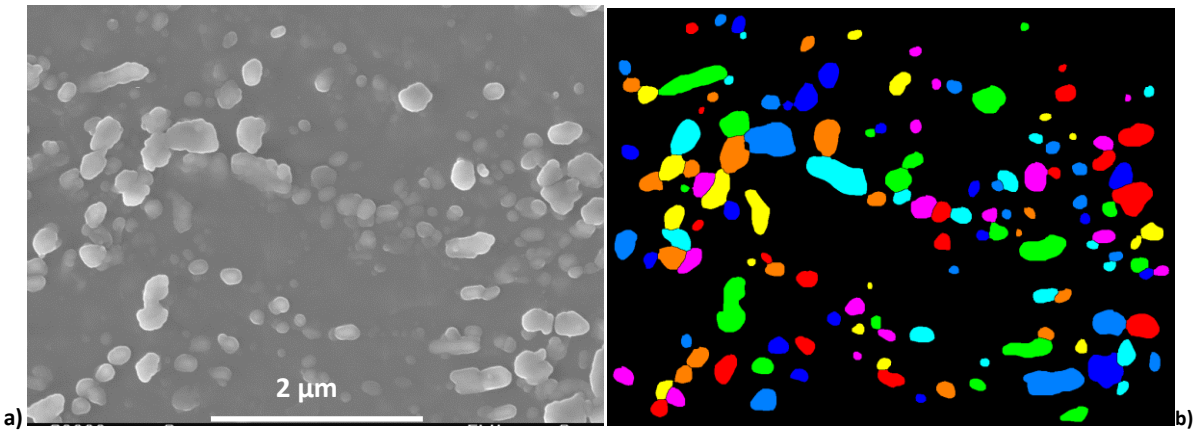


Figure 2-30 : a) micrographie au MEB FEG du métal de base sur répliques extractives et b) cartographie des précipités identifiés à l'aide de Visilog (couleurs aléatoires).

Les précipités $M_{23}C_6$ sont de forme allongée. Le facteur de forme moyen estimé à partir de l'ensemble des particules considérées, est de 1,4.

La taille moyenne des précipités identifiés est de 178 nm (l'écart-type est de 90 nm).

La taille moyenne des précipités $M_{23}C_6$ mesurés est supérieure aux tailles moyennes de précipités mesurées par d'autres auteurs dans des aciers Grade 92 (Tableau 2-5) et aux valeurs obtenues d'après la Figure 2-26.

Le traitement post-soudage a probablement favorisé le grossissement des précipités. Gao et al. et Vivier [Gao et al., 2012, Vivier, 2007] ont constaté ces évolutions après traitement thermique à 760°C respectivement sur des aciers Grade 91.

La Figure 2-31 présente la distribution des effectifs cumulés des tailles de précipités $M_{23}C_6$.

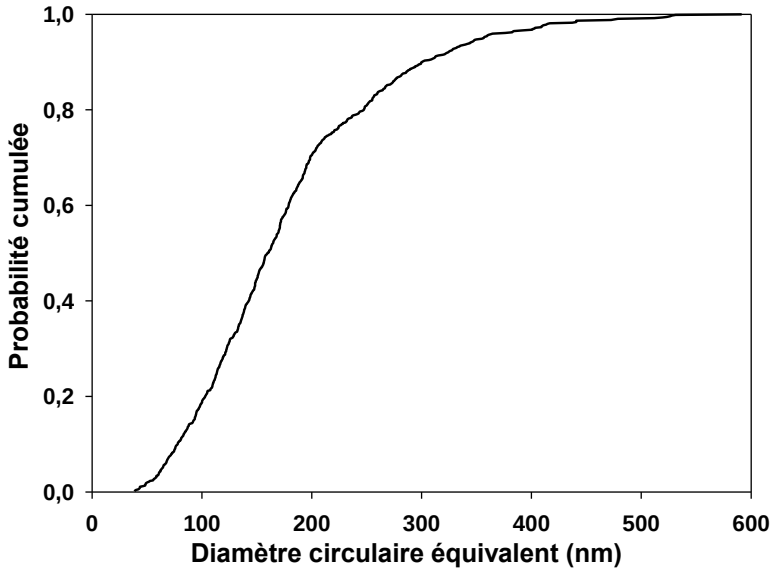


Figure 2-31 : distribution des tailles de précipités $M_{23}C_6$.

La taille maximale de précipité mesurée est d'environ 500 nm.

Il est important de souligner les incertitudes introduites par cette méthode. Certains précipités de petites tailles n'ont probablement pas pu être extraits au cours de la préparation des répliques. De plus, le polissage électrolytique est parfois inefficace et insuffisant pour permettre l'extraction des plus grosses particules. Ainsi, les précipités les plus larges et certains précipités plus fins ne sont pas pris en compte dans la distribution. Par ailleurs, la surface d'échantillonnage des particules de plus grande taille est plus petite que la surface d'échantillonnage des particules plus fines.

La distribution de précipités $M_{23}C_6$ obtenue à l'aide d'images faites au MEB FEG sur des répliques a été comparée à la distribution obtenue à l'aide de cartographies faites en EFTEM sur des lames minces. Les deux distributions sont présentées sur la Figure 2-32.

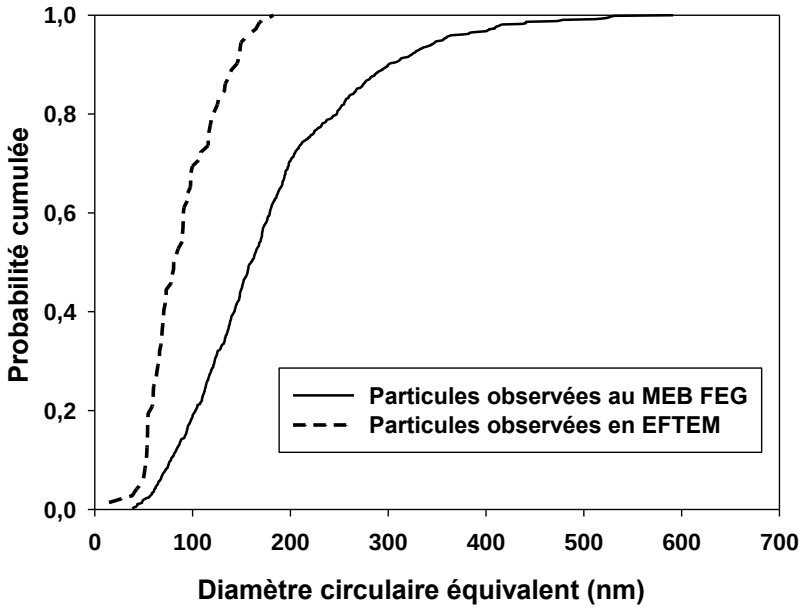


Figure 2-32 : distributions des diamètres circulaires équivalents mesurés sur des images faites au MEBFEG et sur des cartographies EFTEM.

La comparaison met en avant que les tailles de particules mesurées sur des observations faites au MEB FEG sont plus grandes que les diamètres mesurées sur des cartographies obtenues en EFTEM.

Ce résultat est lié au grandissement des images utilisées pour les mesures. Les observations faites au MEB FEG ont des grandissements plus faibles. Ainsi, la densité de particules obtenues avec cette technique est plus importante et les particules mesurées sont globalement plus larges. Les particules les plus larges n'avaient pas pu être observées au MET.

Les diamètres de particules mesurés dépendent donc de la technique d'observation utilisée. Aucune étude à ce sujet n'a été entreprise sur des précipités $M_{23}C_6$. Néanmoins, Korcakova et al. [Korcakova et al., 2001] ont obtenu des résultats symétriques à partir de mesures de tailles de phases de Laves sur matériau vieilli (Figure 2-33). Les auteurs ont constaté que les diamètres de phases de Laves mesurés sur des cartographies faites en EFTEM sont plus grands que ceux mesurés sur des images faites au MEBFEG. Cette différence est liée au nombre de particules considérées, plus faible sur des cartographies faites en EFTEM. Par ailleurs, les phases de Laves sont des particules de

grandes tailles et le nombre de particules sur chaque cartographie sera d'autant plus faible. La représentativité statistique de la distribution de tailles de particules obtenue est donc discutable.

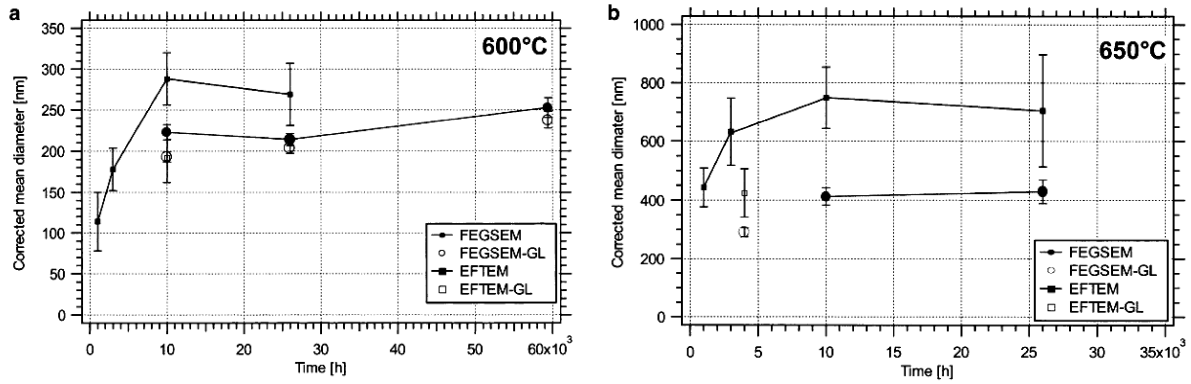


Figure 2-33 : diamètres moyens corrigés des phases de Laves en fonction du temps d'exposition a) 600 °C, b) 650 °C. (les symboles vides désignent les données de fluage, les symboles pleins désignent les données de vieillissement thermique, sans contrainte appliquée [Korcakova et al., 2001].

Les tailles de particules mesurées dépendent également du type d'échantillon utilisé. Les précipités observés sur des lames minces ont été coupés lors de la préparation de l'échantillon. A l'inverse, les précipités observables sur répliques ont été prélevés intégralement et leur forme initiale est conservée.

La taille maximale des particules observées au MEBFEG est plus élevée que celle obtenue avec des cartographies EFTEM. Deux phénomènes peuvent expliquer ce constat.

En premier lieu, cela peut être lié à la présence d'agrégats de particules (initialement présents ou créés par la réalisation des répliques). Sur certaines images, le contour des particules est difficilement discernable et certains agrégats ont pu être considérés comme de larges particules. Sur le cliché fait au MET de la Figure 2-19 des regroupements de précipités sont observables. Ainsi, ces particules rapprochées pourront facilement s'agglomérer lors de l'extraction des répliques.

En second lieu, certaines précipités $M_{23}C_6$ ont probablement des formes sinueuses, dont l'observation sur des lames minces au MET est difficile puisque les particules sont aléatoirement coupées. La forme des particules est révélée sur des répliques extractives.

L'évolution de l'indice de concavité des particules en fonction de leur diamètre du cercle équivalent a été étudiée (Figure 2-34). L'indice de concavité correspond au rapport de l'aire de la particule sur l'aire de l'enveloppe convexe de la particule.

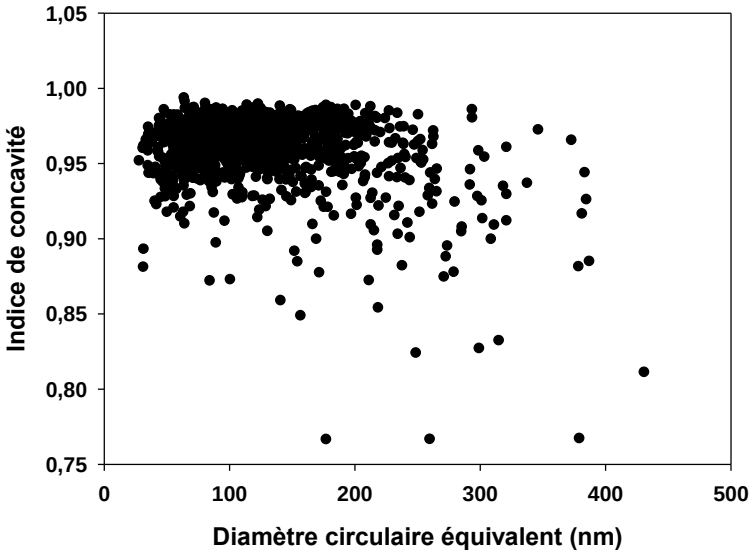


Figure 2-34 : évolution de l'indice de concavité en fonction du cercle équivalent.

Une fraction importante de plus grosses particules ont un indice de concavité nettement inférieur à 1 par rapport aux plus petites particules. Cette évolution indique que certaines particules de diamètre supérieur à 200 nm présentent des formes sinueuses. Ces particules correspondent sans doute à des précipités de forme dendritique (Figure 2-30). En outre, certains agrégats ont probablement été considérés comme des particules à part entière.

Les clichés faits au MET sur lame mince ne permettent pas de révéler la forme des particules. Le diamètre maximal de certaines larges particules sera donc systématiquement sous-estimé.

Les tailles de précipités MX ont été déterminées à l'aide de clichés faits au MET sur des répliques extractives. La procédure utilisée pour obtenir la distribution est identique à celle utilisée pour obtenir la distribution de précipités $M_{23}C_6$, à l'aide du logiciel Visilog.

La Figure 2-35 présente la distribution de précipités MX. Les Figure 2-36 a) et b) sont des micrographies obtenues au MET sur des répliques extractives. La taille moyenne des précipités MX est estimée à 20 nm +- 10 nm. Sawada et al. [Sawada et al., 2001] ont évalué la taille moyenne des MX dans un acier Grade 92 (Austénitisation à 1070 °C pendant 2 heures et revenu à 780 °C pendant 2 heures). Ils ont étudié les tailles de 150 à 250 particules sur des clichés au MET sur répliques extractives. La valeur moyenne mesurée est de 15 nm. Cette valeur est cohérente avec les résultats de notre étude.

La distribution des tailles de précipités MX obtenue avec l'EFTEM sur lames minces, est comparée à la distribution des tailles obtenues à partir de clichés MET sur des répliques extractives. La distribution est décalée vers les plus grandes valeurs. L'ensemble des tailles mesurées à partir de cartographies EFTEM, est supérieur de plus de 10 nm. Ce résultat est très probablement lié aux larges incertitudes apportées par la mesure avec l'EFTEM.

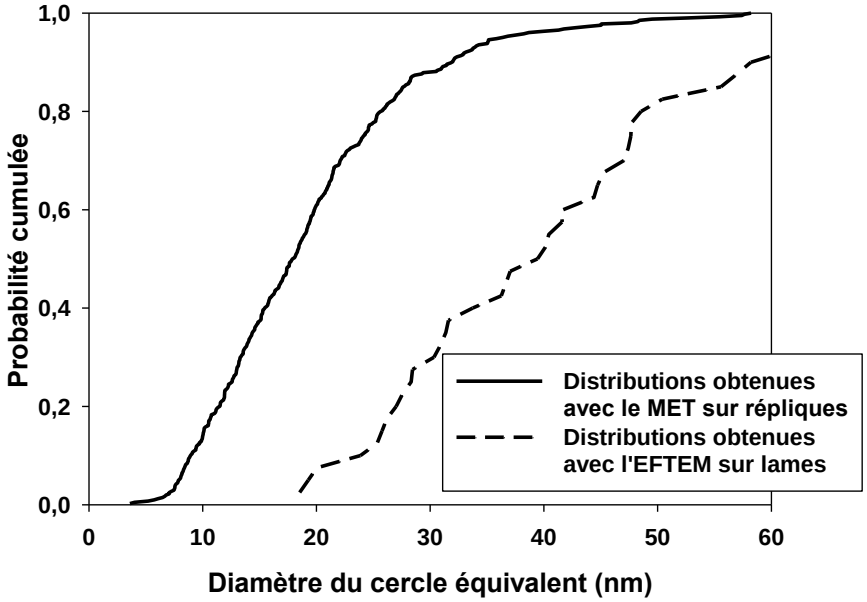


Figure 2-35 : distribution en probabilité cumulée des diamètres circulaires équivalents des précipités de tailles inférieures à 60 nm dans le métal de base détensionné.

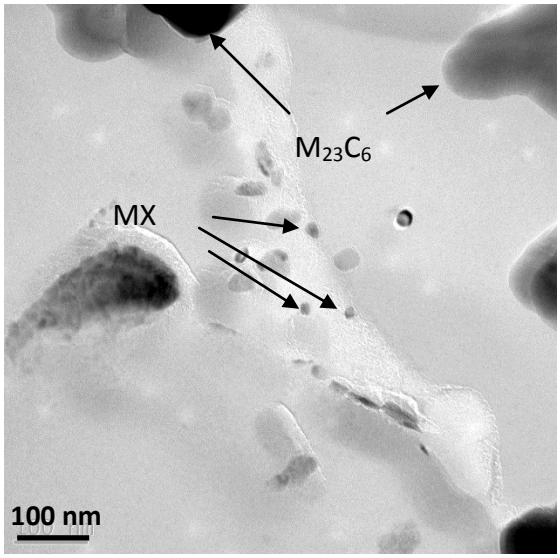


Figure 2-36 : image en champ clair sur répliques extractives prélevées dans le métal de base.

2.2.2.4 Conclusions

Plusieurs conclusions sont obtenues grâce à la caractérisation microstructurale à l'échelle du sous-grain de martensite :

- La taille moyenne de sous-grains dans le métal de base Grade 92 détensionné est évaluée à 0,45µm. Cette valeur est légèrement supérieure aux tailles moyennes de sous-grains trouvées dans la littérature dans le même type d'acier mais non détensionné. Ce constat est probablement lié à l'application du traitement de détensionnement.
- La taille moyenne des précipités $M_{23}C_6$ est estimée à 178 nm. Cette taille est légèrement plus élevée que celles mesurées par d'autres auteurs sur du Grade 92 non détensionné. Le

traitement de détensionnement a probablement favorisé la croissance de ces précipités. La taille des précipités MX est d'environ 20 nm. Les tailles obtenues dans la littérature sont du même ordre de grandeur. Le traitement de détensionnement n'a pas eu d'influence sur la croissance de ces précipités.

Vivier [Vivier, 2007] a comparé les microstructures du métal de base Grade 91 (Austénitisation 1070°C pendant 4h et revenu de 5h à 760 °C) détensionné et non détensionné. Il a constaté que ces microstructures étaient très peu différentes. Le traitement de détensionnement (750 °C pendant 20h) ne modifie pas l'état de précipitation ni la dureté du matériau. Seule une légère évolution de la taille de sous-grains est constatée.

Ces résultats ont également révélé la présence d'une zone intermédiaire entre le métal de base et la zone adoucie. Cette zone de 5 mm de largeur environ, présente une dureté de l'ordre de 220 $HV_{0,5}$ et est inférieure à la dureté mesurée dans le métal de base détensionné situé plus loin de la ligne de fusion. Elle présente des tailles de sous-grains inférieures à celles mesurées dans le métal de base loin de la ligne de fusion (la taille moyenne est de 0,28 µm). Des contraintes thermomécaniques subies liées aux conditions de soudage sont probablement à l'origine de cette microstructure. Cette zone sera appelée « zone affectée thermo-mécaniquement » (TMAZ) dans la suite de l'étude.

2.2.3 Conclusions sur la microstructure du métal de base détensionné

La microstructure du métal de base Grade 92 détensionné a été caractérisée à différentes échelles.

L'ensemble des données quantitatives mesurées dans le métal de base détensionné sont rassemblée dans le Tableau 2-16.

Microstructure à l'échelle du bloc de lattes		**Sous-structure**			**Etat de précipitation**	
Taille moyenne des blocs (µm)	Facteur de forme des blocs (µm)	Taille moyenne de sous-grains dans la TMAZ (µm)	Taille moyenne de sous-grains dans le métal de base à plus de 15 mm de la ligne de fusion (µm)	Densité de dislocation (10^{14} m^{-2})	Tailles de précipités $M_{23}C_6$ (nm)	Tailles de précipités $M_{23}C_6$ (nm)
2,5 (σ=2,65)	2, 43 (σ=1,49)	0,28 (σ=0,12)	0,45 (σ=0,2)	3,52	178 (σ=90)	20 (σ=10)

Tableau 2-16 : données quantitatives (moyenne et écart-type) mesurées dans le métal de base détensionné.

2.3 Comportement mécanique du métal de base

2.3.1 Comportement mécanique en traction

2.3.1.1 Résultats des essais de traction

Aucun essai de traction sur le métal de base détensionné n'a été fait dans le cadre de cette étude. Cependant, des essais de traction ont été réalisés au sein du laboratoire sur le même métal de base Grade 92 mais non détensionné.

Le comportement en traction à 550°C du métal de base Grade 92 non détensionné a été étudié par Giroux et al., 2010 [Giroux et al., 2010]. Des essais de traction à 550°C ont été réalisés à différentes vitesses de déformation initiale : de 2,5. 10^{-3} s^{-1} à 2,5. 10^{-6} s^{-1}.

La Figure 2-37 présente l'évolution des contraintes nominales en fonction de l'allongement ($\Delta L/Lo$) de l'acier, aux différentes vitesses de déformation initiale. Les essais ont été réalisés sur des éprouvettes cylindriques prélevées à mi-épaisseur dans le sens longitudinal du tube. La longueur utile est de 30 mm et le diamètre est de 4 mm. Le déplacement du vérin est mesuré au cours de l'essai. La rigidité de la machine a été prise en compte pour chaque courbe.

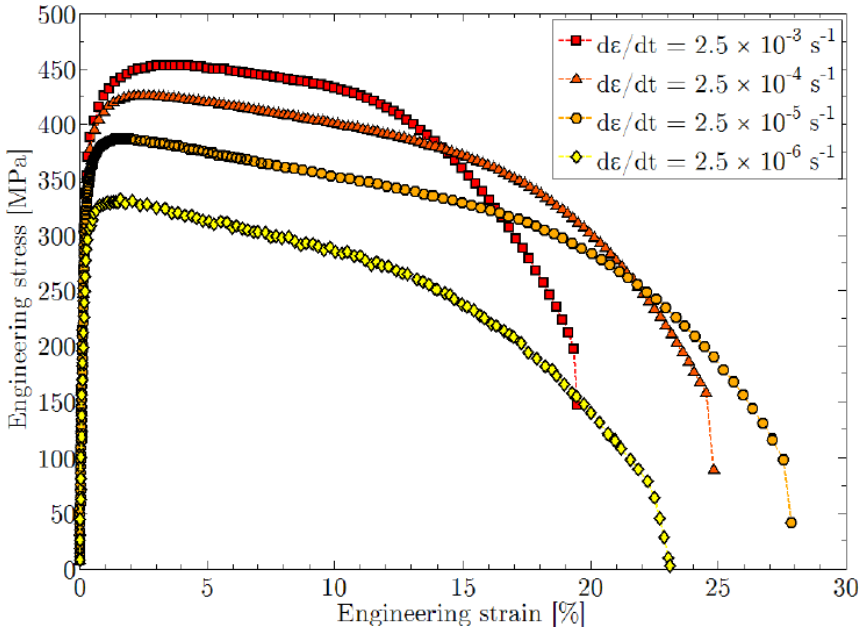


Figure 2-37 : évolution de la contrainte nominale en fonction de l'allongement, pour différentes vitesses de déformation initiale, à 550°C [Giroux et al., 2010].

Giroux et al. [Giroux et al., 2010] ont évalué la dureté de l'acier à 224 +/-4 Hv_{30} le long de l'épaisseur du tube ainsi que dans les sections parallèles et perpendiculaires à l'axe du tube. La dureté dans le métal de base détensionné, mesurée dans la section parallèle à l'axe du tube, est de 230 Hv1. Compte-tenu des incertitudes liées à la différence de la charge appliquée pour mesurer la dureté, les valeurs de dureté du métal de base détensionné et non détensionné, sont similaires. Les données obtenues sur le métal de base non détensionné sont donc considérées comme applicables au métal de base détensionné.

Les résultats des essais de traction sont présentés dans le Tableau 2-17. Les points A et B sont repérés sur la Figure 2-38 qui présente la courbe de traction de l'essai réalisé à 2,5.10^{-4} s^{-1}.

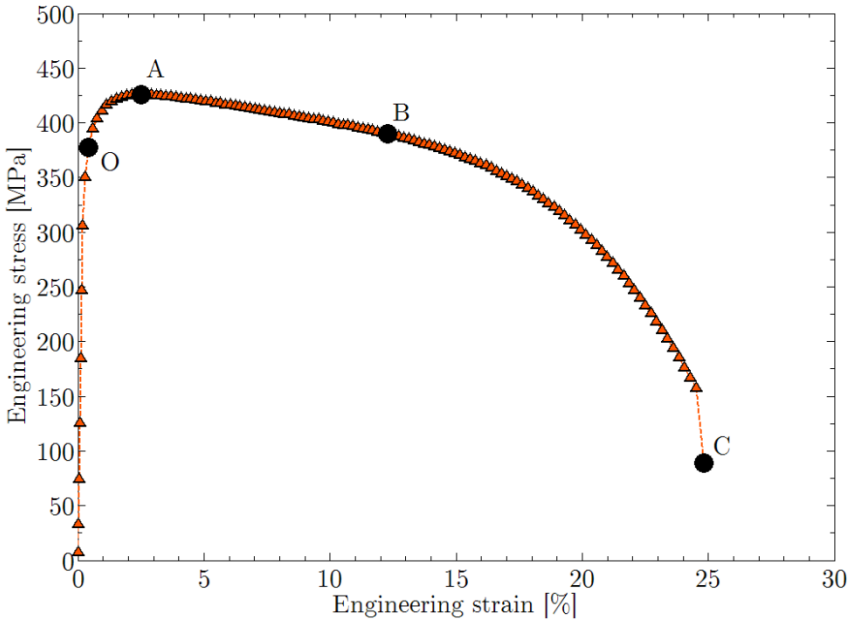


Figure 2-38 : courbe de traction de l'essai réalisé à 2,5.10^{-4} s^{-1}.

Strain rate (s^{-1})	0.2% proof stress (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation at point A (%)	Elongation at point B (%)	Softening slope (MPa)	Fracture elongation (%)	Reduction of area (%)
2.5×10^{-3}	388	454	3.2	10.1 ± 0.5	-370 ± 2	18.1	81 ± 1
2.5×10^{-4}	379	426	2.2	12.3 ± 0.5	-404 ± 2	25.0	85 ± 1
2.5×10^{-5}	358	390	1.6	13.8 ± 0.5	-442 ± 2	27.2	90 ± 1
2.5×10^{-6}	304	332	1.4	12.1 ± 0.5	-554 ± 2	23.1	93 ± 1

Tableau 2-17 : résultats des essais de traction à 550°C sur le métal de base Grade 92 non détensionné [Giroux et al., 2010].

Les propriétés en traction sont cohérentes avec les spécifications de l'acier Grade 92 (V&M, 2010). Les données sont rassemblées dans le Tableau 2-18.

	Module d'Young (GPa)	**Rp0,2**	**Rm**
20 °C	191	440	620
550 °C	130	350	400

Tableau 2-18 : propriétés en traction de l'acier Grade 92 (V&M, 2010).

Les résultats de ces essais mettent en évidence la dépendance à 550°C du comportement en traction du matériau envers la vitesse de déformation imposée. Pour des plus grandes vitesses, la contrainte maximale avant rupture est plus élevée, de même que la limité d'élasticité. Ce phénomène est lié aux changements microstructuraux et aux effets de viscosité intervenant aux températures élevées (supérieures à 500 °C). Des constats similaires ont été faits par plusieurs auteurs sur des aciers Grade 92 [Panait, 2010] mais également sur des aciers Grade 91 [Vivier, 2007, Gaffard, 2005, Yaguchi and Takahashi 1999].

L'instabilité de la structure, qui correspond probablement à la diminution de la contrainte et à l'apparition d'une striction diffuse, se produit pour des valeurs d'allongement faibles, d'environ 1 à 2%.

Les valeurs de striction suggèrent que la rupture est ductile. Ces valeurs diminuent légèrement lorsque la vitesse de déformation initiale augmente.

2.3.1.2 Evolution microstructurale au cours de l'essai de traction

Giroux et al. ont examiné l'endommagement, l'apparition de la striction et les évolutions microstructurales dans une éprouvette suite aux sollicitations en traction afin d'expliquer l'adoucissement qui se produit à 550°C et qui se manifeste par une pente négative constante sur une portion relativement longue de la courbe de traction, une fois la contrainte maximale atteinte.

L'un des essais mené à une vitesse de sollicitation de $2{,}5.10^{-4}$ s^{-1} a fait l'objet d'une étude métallographique à différentes échelles.

L'observation du faciès (Figure 2-39) révèle la présence de cupules caractéristiques d'une rupture ductile du matériau.

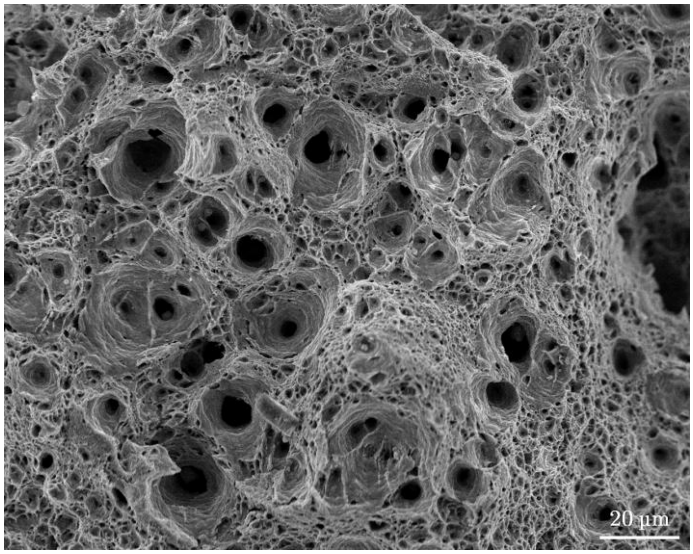


Figure 2-39 : faciès de rupture d'une éprouvette sollicitée en traction à 550°C.

Giroux [Giroux et al., 2010] a observé la microstructure de l'acier Grade 92 après essai de traction, dans la partie de l'éprouvette déformée de manière homogène, ayant été sollicitée en traction uniaxiale.

En premier lieu, il a constaté que l'endommagement dans l'éprouvette loin de la zone de striction est négligeable. La croissance des cavités au cours de la déformation uniaxiale est presque inexistante jusqu'à l'apparition de la striction localisée.

En second lieu, il a observé la microstructure de l'acier à l'échelle du bloc de lattes à travers des cartographies en EBSD. Ces analyses ne révèlent aucune évolution de la microstructure après sollicitation en traction à 550°C (Figure 2-40). Les cartographies en IPF sont prises selon la direction Z, qui correspond à l'axe orthoradial du tube.

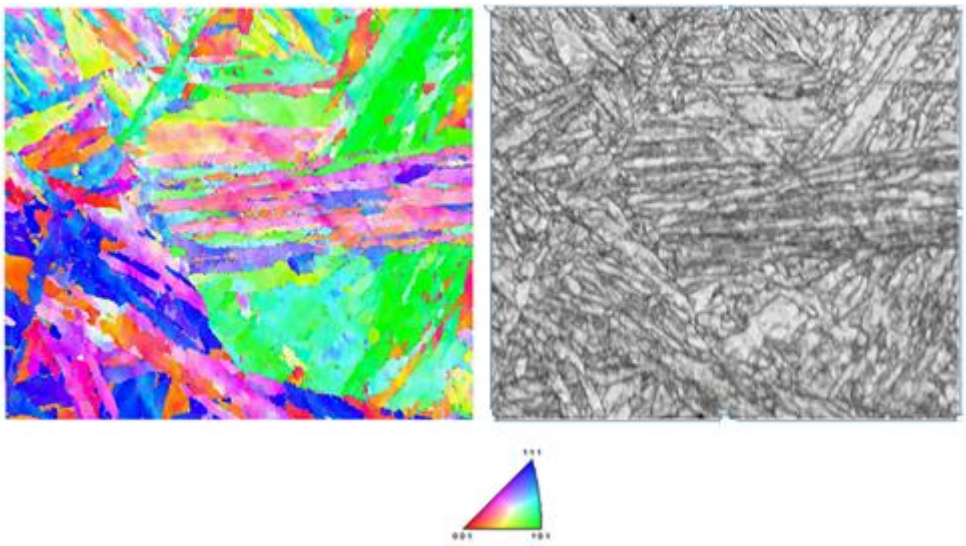


Figure 2-40 : a)Cartographie EBSD de l'éprouvette déformée en traction uniaxiale, codée d'après la direction Z de l'échantillon dans le repère du cristal, et b) cartographie en qualité du cliché de diffraction. L'orientation est selon la direction normale à la surface analysée, qui correspond à l'axe orthogonal du tube.

En dernier lieu, il a observé la microstructure à une échelle plus fine à travers des clichés en champ clair réalisés au MET.

Il a constaté une augmentation de 21% de la taille des sous-grains après l'essai à 550°C. Il a évalué la taille moyenne des sous-grains à 0,37 µm avant l'essai et à 0,43 µm après l'essai. Cette évolution est donc notable. La sous-structure avant et après essai, est observable sur les micrographies de la Figure 2-41.

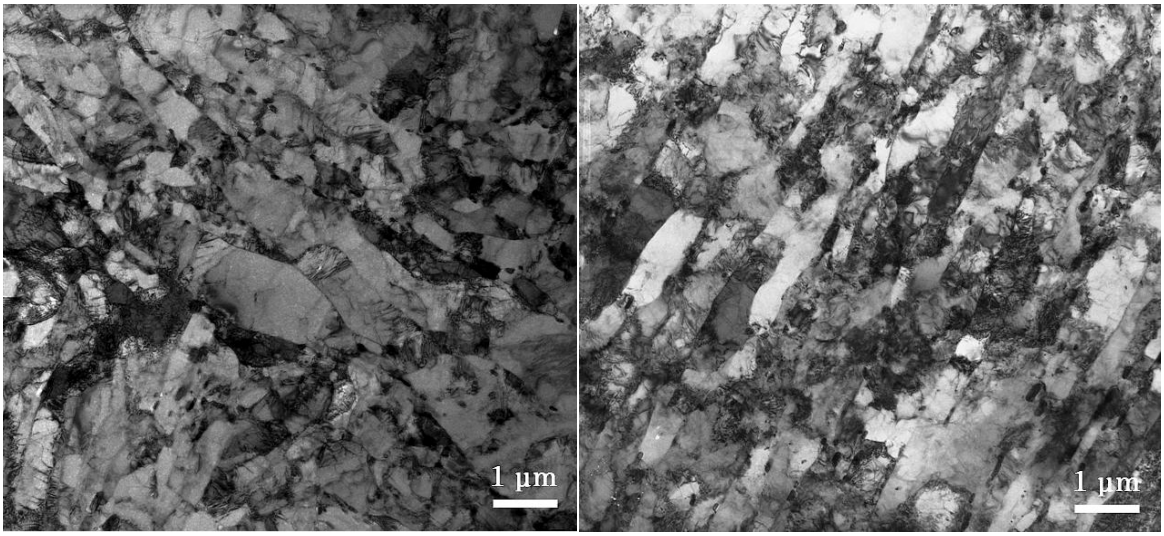


Figure 2-41 : micrographies réalisées au MET a) échantillon prélevé dans le métal de base à réception et b) échantillon prélevé loin de la zone de striction, dans la zone déformée de manière homogène. La direction de l'axe du tube est perpendiculaire au plan de l'image.

2.3.2 Comportement mécanique en fluage

2.3.2.1 Résultats des essais de fluage

Aucun essai de fluage à 550°C sur éprouvette en métal de base détensionné n'a été réalisé dans le cadre de cette étude. A nouveau, des essais de fluage à 550°C réalisés par Giroux [Giroux, 2011] sur

du métal de base non détensionné vont être utilisés. La légère évolution de la sous-structure, mise en évidence dans la partie 2.2.2.1, n'a pas d'influence significative sur le comportement en fluage à 550 °C de l'acier Grade 92.

Les essais ont été menés au CEA/SRMA. Ils ont été réalisés sur des éprouvettes cylindriques de longueur utile de 30 mm et de diamètre 8 mm (Figure 2-42). Les éprouvettes ont été prélevées à mi-épaisseur le long de l'axe longitudinal du tube. La déformation axiale a été mesurée par un extensomètre capacitif attaché sur la partie utile.

Neuf essais de fluage à 550°C ont été réalisés pour des contraintes nominales entre 145 à 235 MPa. Certains sont encore en cours. Les résultats de ces essais sont rassemblés dans le Tableau 2-19. Les courbes de fluage sont présentées sur la Figure 2-43 et la Figure 2-44.

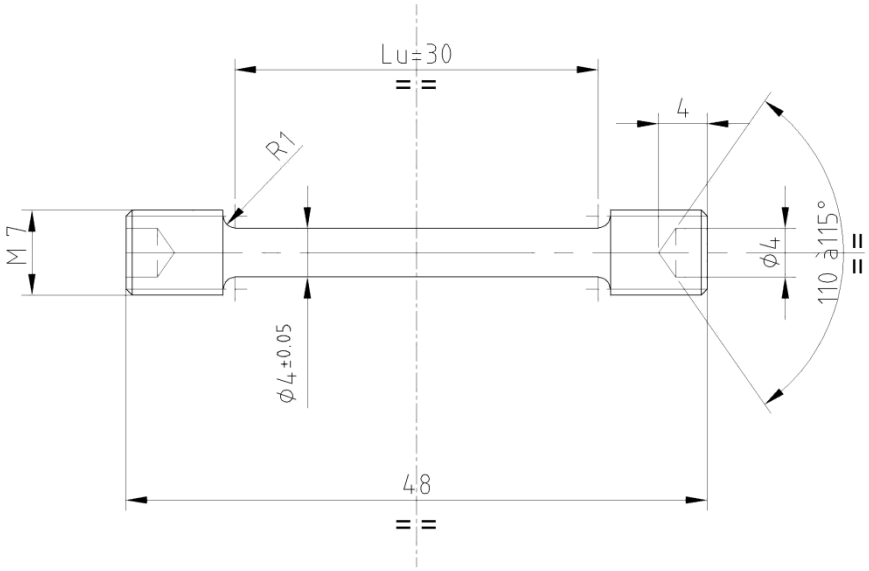


Figure 2-42 : schéma des éprouvettes de traction.

Etat de l'essai	Contrainte appliquée (MPa)	Début du stade de fluage secondaire (h)	Début du stade du stade de fluage tertiaire	Temps à rupture	Vitesse de fluage secondaire
Terminé (rupture)	235	310	850	2037	$20{,}8.10^{-6}$ h^{-1}
Terminé (rupture)	220	1500	4100	6337	$6{,}27.10^{-6}$ h^{-1}
Terminé (rupture)	210	2760	8450	15257	$2{,}46.10^{-6}$ h^{-1}
En cours	200	4000	17800	>24239	$0{,}321.10^{-6}$ h^{-1}
En cours	190	10330	>34282	-	$<0{,}176.10^{-6}$ h^{-1}
En cours	185	13000	>34288	-	$<0{,}194.10^{-6}$ h^{-1}
En cours	175	9400	>34050	-	$<0{,}140.10^{-6}$ h^{-1}
En cours	160	10300	>32063	-	$<0{,}142.10^{-6}$ h^{-1}
En cours	145	12500	>31509	-	$<0{,}031.10^{-6}$ h^{-1}

Tableau 2-19 : résultats des essais de fluage sur le métal à 550 °C de base non détensionné Grade 92 [Giroux, 2011].

Le stade tertiaire représente environ 30 à 60% des durées de vie des éprouvettes.

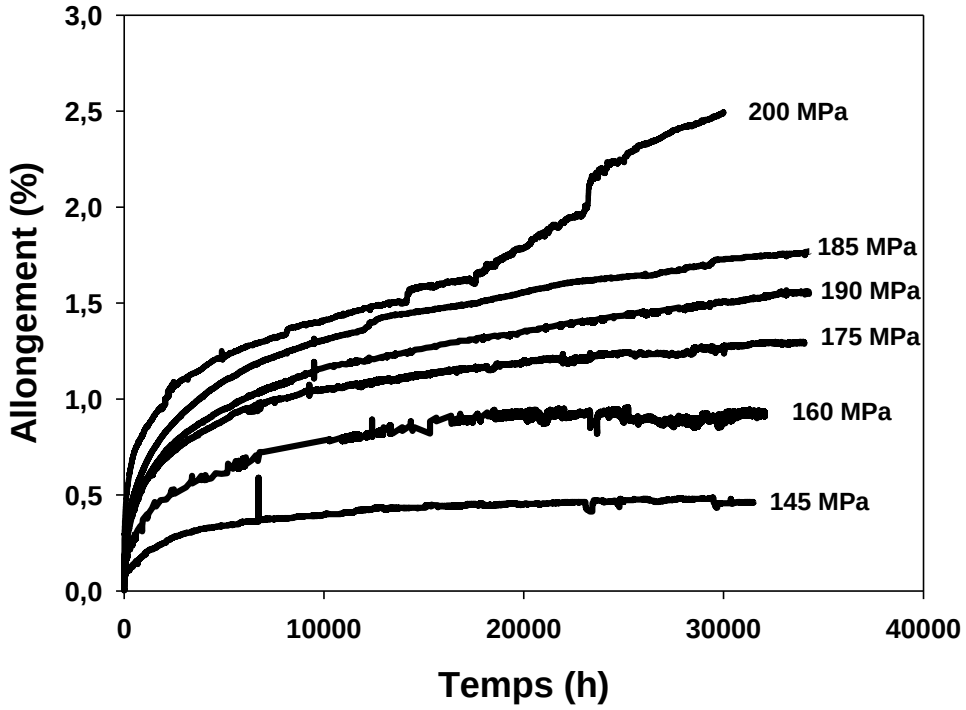


Figure 2-43 : résultats d'essais de fluage à 550°en cours sur métal de base non détensionné.

On constate de manière inattendue que la courbe de l'essai à 185 MPa est au-dessus de celle à 190 MPa. En outre, la vitesse minimale de fluage de l'essai à 185 MPa est supérieure à la vitesse minimale de fluage à 190 MPa, dans le cas où le stade secondaire est atteint sous 185 MPa.

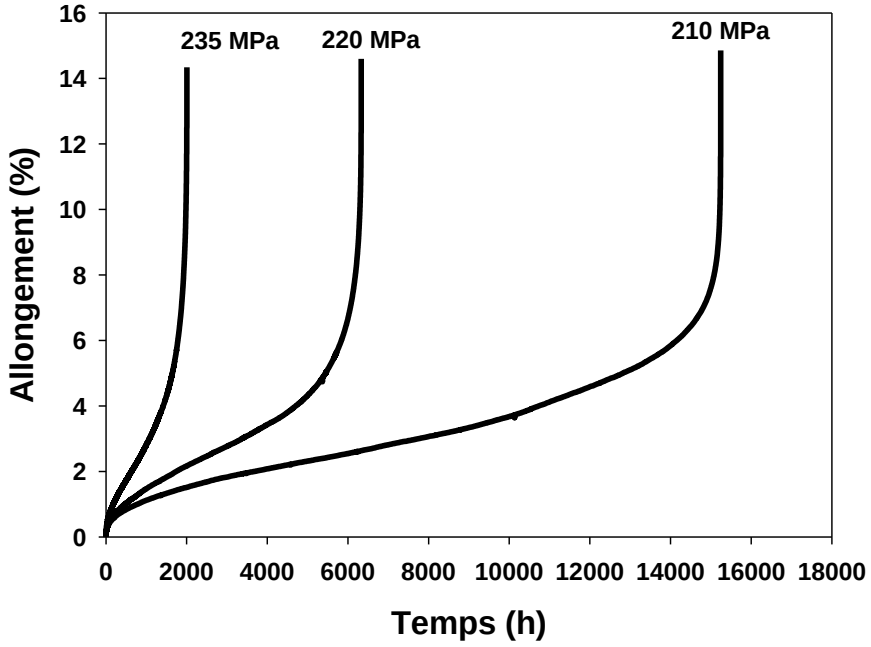


Figure 2-44 : résultats d'essais de fluage à 550°C terminés sur métal de base non détensionné.

D'après la Figure 2-44, on constate que l'allongement à rupture des éprouvettes est élevé.

Ces données de fluage sont comparées à des données de fluage issues de la littérature [Vaillant et al., 2009, Pétry et Lindet, 2008] sur un acier Grade 92 à 550 °C et à 575 °C, et à celles de la base de l'ECCC (Figure 2-45). Les résultats de fluage de cette étude à 550 °C sont en accord avec les résultats de la littérature.

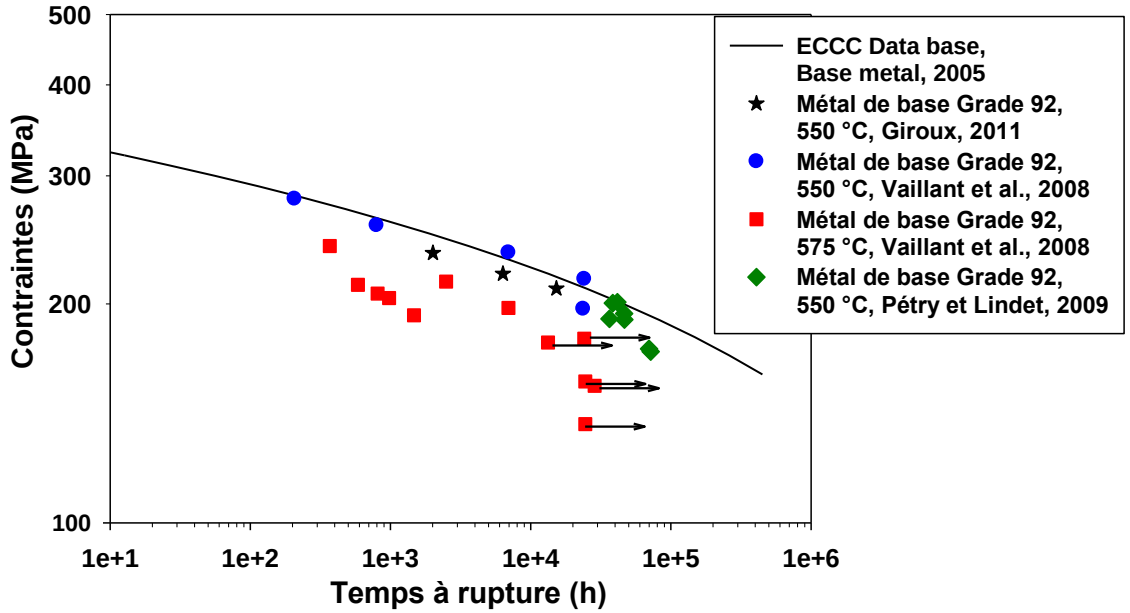


Figure 2-45 : Résultats d'essais de fluage sur métal de base Grade 92 non détensionné à 550 °C et 575 °C [Vaillant et al., 2009, Pétry et Lindet, 2008, Giroux, 2011].

2.3.2.2 Ecoulement en fluage

La vitesse de fluage minimale, obtenue à partie des courbes expérimentales, est tracée en fonction de la contrainte appliquée sur la Figure 2-46. Cette évolution peut être modélisée par une loi puissance de Norton, formulée de la manière suivante :

$$\dot{\varepsilon} = A\left\langle\frac{\sigma}{\sigma_0}\right\rangle^n$$

Où $\dot{\varepsilon}$ est la vitesse de fluage minimale en h^{-1}, σ est la contrainte appliquée, σ_0 est la contrainte de référence, ici choisie à 150 MPa, A et n sont des paramètres dépendant du matériau et de la température.

Sur la Figure 2-46*, les données de cette étude sont comparées à des données issues de la littérature sur un acier Grade 92 à 550 °C et 600 °C.*

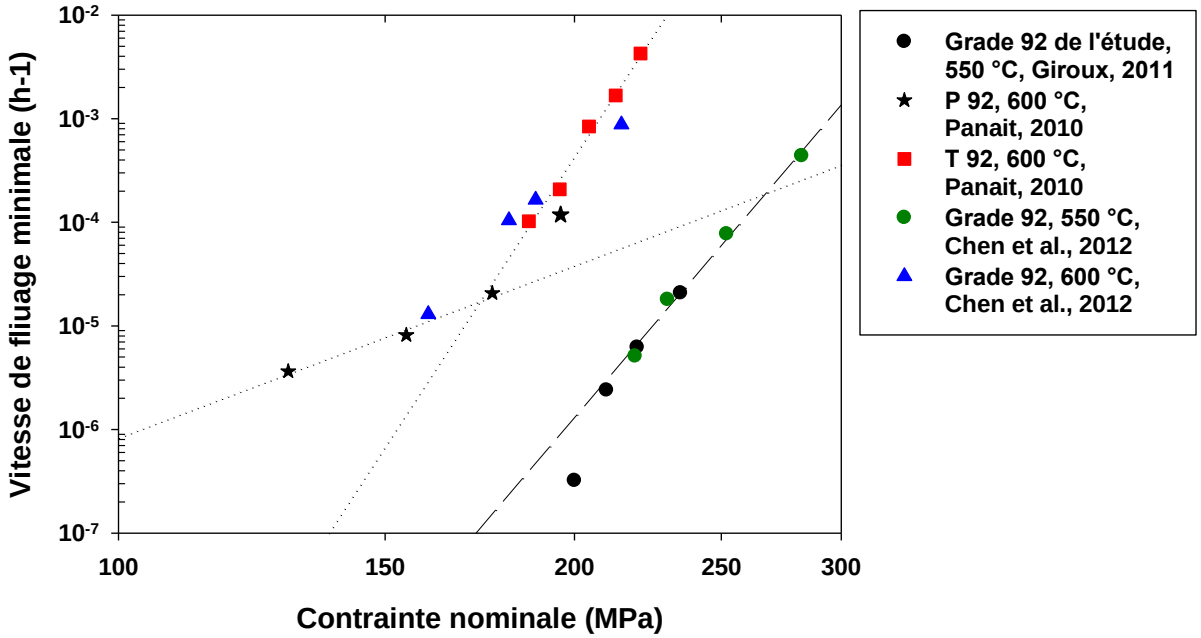


Figure 2-46 : vitesse de fluage minimale en fonction de la contrainte appliquée

Les données de cette étude sont cohérentes avec les valeurs obtenues par Chen et al., [Chen et al., 2012] à 550 °C.

Panait [Panait, 2010] a réalisé des essais de fluage à 600°C sur l'acier Grade 92 à différents niveaux de contraintes. L'évolution de la vitesse minimale de fluage en fonction de la contrainte appliquée révèle un changement de la pente. Ce constat indique un changement de mécanisme de déformation en fluage. Pour des contraintes appliquées élevées, supérieures à 160 MPa dans le cas des résultats de Panait, la déformation s'opère par le déplacement des dislocations. Les valeurs du coefficient n sont de l'ordre de 4-5 mais peuvent atteindre des valeurs d'environ 18-20 en fonction des mécanismes intervenant dans la déformation en fluage.

Différents postulats ont été proposés afin d'expliquer les mécanismes qui contrôlent la déformation en fluage. Cadek et al. [Cadek et al., 1997] proposent un mécanisme d'interaction entre les dislocations et les précipités. Dimmler et al., [Dimmler et al., 2008] indiquent que la vitesse de fluage est liée au mécanisme de montées de dislocations et pour des contraintes plus élevées, au mécanisme d'Orowan. Sklenička et al. [Sklenička et al., 2003] et Orlova et al. [Orlova et al., 1998] considèrent que la déformation en fluage est contrôlée par le réarrangement des dislocations et le grossissement des sous-grains. Ces auteurs estiment en outre que la sous-structure de dislocations joue un rôle prépondérant par rapport à la précipitation.

Le Tableau 2-20 rassemble des valeurs du coefficient de Norton et de A pour quelques aciers Grade 92, à différentes températures et pour les deux régimes de contraintes.

Références	Température d'essais (°C)	A (fortes contraintes)(h^{-1})	n (fortes contraintes) (MPa)	A (faibles contraintes)(h^{-1})	n (faibles contraintes (MPa)
Panait, 2010	600	$5{,}18\times10^{-10}$	18	$1{,}19*10^{-7}$	6
Wang et al., 2009	650	-		$3{,}98*10^{-23}$	8,66
Chen et al., 2012	550	-	18,6	-	-
	600	-	15,5	-	-
	650	-	12,7	-	-
Ennis et al., 1997	600	-	16	-	6
Kim et Lim, 2008	600	-	13,2	-	-
Giroux et al., 2012	550	$2*10^{-48}$	18	-	-

Tableau 2-20 : valeurs des paramètres A et n pour des différentes conditions de fluage.

La valeur du paramètre de Norton n obtenue sur le métal de base Grade 92 non détensionné de l'étude est cohérente avec celles de la littérature. La déformation en fluage est donc probablement liée au mouvement de dislocations.

2.3.2.3 Mode de rupture

Pétry et Lindet [Pétry et Lindet, 2008] indiquent que les examens post-mortem des éprouvettes rompues à 575 °C ont révélé la présence d'une striction marquée près du faciès de rupture. Le faciès de rupture présente des cupules caractéristiques d'une rupture ductile. L'examen de la section longitudinale n'indique pas la présence d'endommagement dans l'éprouvette. Quelques cavités ont été observées dans la zone de striction, près du faciès. A 550°C, la rupture en fluage du métal de base est très probablement liée à l'instabilité viscoplastique.

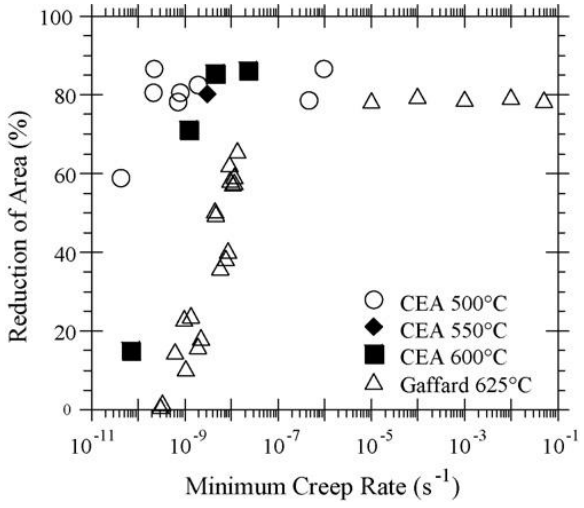


Figure 2-47 : strictions mesurées sur des éprouvettes en acier Grade 91 pour différentes conditions d'essais de fluage [Haney et al., 2009].

Ce mode de rupture se produit généralement lors de sollicitations en fluage à des régimes de fortes contraintes. Vivier [Vivier, 2009] et Haney et al. [Haney et al., 2009] ont mis en évidence ce mode de rupture sur éprouvette à 500 et 550 °C et à des niveaux de contraintes élevés. La Figure 2-47 présente des valeurs de striction mesurées en fonction de la vitesse de fluage minimale de l'essai et

de la température appliquée. Ce graphique confirme que des strictions marquées (80 %) apparaissent pour des régimes de vitesses de fluage minimales élevées ou pour des températures basses, inférieures à 600 °C.

Le graphique de la Figure 2-48 présente l'évolution de la vitesse minimale en fluage $\dot{\varepsilon}_{min}^{m}$ en fonction du temps à rupture t_r. Ces données sont reliées par la relation de Monkman-Grant :

$$t_r \dot{\varepsilon}_{min}^{m} = B$$

Où m est une constante du matériau proche de 1 et B une constante valable sur une gamme étendue de températures.

Les données de cette étude sont comparées à des résultats d'essais obtenus dans la littérature sur du Grade 92 et du Grade 91 (Figure 2-48). Dans chaque cas, les essais ont été réalisés sur des éprouvettes lisses. Les géométries d'éprouvettes sont proches (variant de 30 à 40 mm en longueur utile et de 4 à 5,5 mm en diamètre).

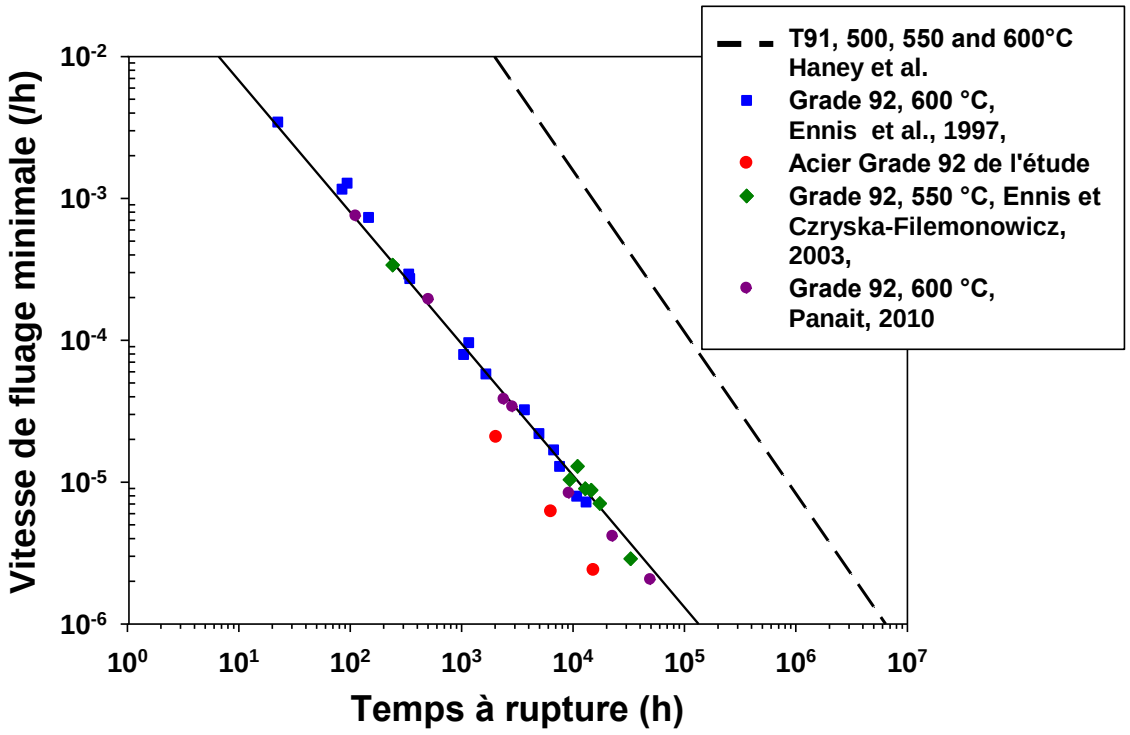


Figure 2-48 : vitesse minimale de fluage en fonction du temps à rupture.

La ligne en pointillés (longs) est obtenue par interpolation linéaire d'un ensemble de données issues d'essais de fluage sur un acier Grade 91 pour des températures variant de 500 à 625°C, réalisés par Haney et al [Haney et al., 2009].

Les données issues d'essais de fluage sur Grade 92 se répartissent le long d'une même droite, quelle que soit la température. Les paramètres de Monkman Grant sont donc valables sur une large gamme de températures et de vitesses de déformation. Néanmoins, on constate que les vitesses de fluage minimales mesurées pour l'acier Grade 92 de l'étude sont légèrement plus basses que les autres données de la littérature sur des aciers Grade 92.

D'après ce graphique, les vitesses minimales de fluage de l'acier Grade 92 sont plus faibles que pour l'acier Grade 91. De nombreux auteurs ont déjà fait ce constat [Sklenička et al., 2003, Ennis and Czyrska Filemonowicz, 2002].

2.3.2.4 Métal de base: évolutions microstructurales au cours du fluage

Au cours d'essais de fluage à des températures élevées (entre 500 et 700°C), la microstructure du métal de base et des différentes zones de la soudure évolue et les propriétés mécaniques se dégradent.

Sous l'effet de la température et de la déformation, les tailles de précipités peuvent croître.

Hald [Hald, 2008] illustre l'évolution de la taille des précipités d'un matériau P92 sollicité en fluage à 600°C (Figure 2-49 et Figure 2-50).

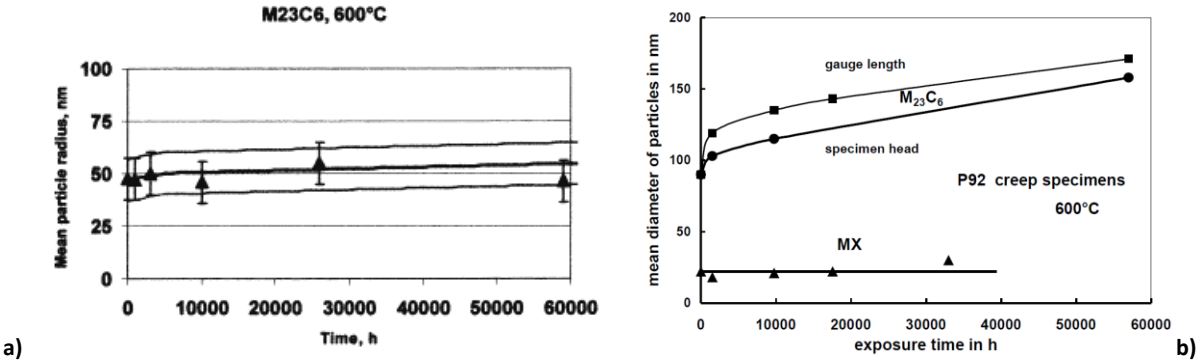


Figure 2-49 : Evolution du diamètre moyen des $M_{23}C_6$ en fonction du temps d'exposition en fluage à 600°C dans un acier Grade 92 [Hald, 2003, Ennis et Czyrska-Filemonowicz, 2002, Czyrska-Filemonowicz et al., 2006].

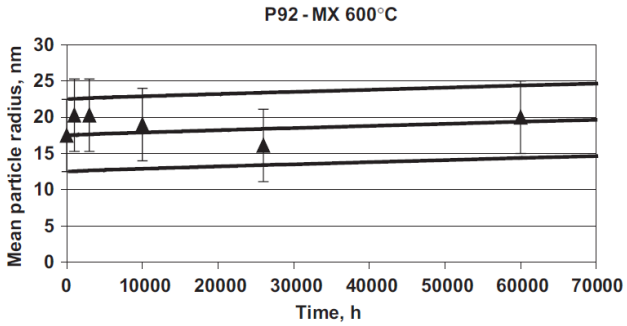


Figure 2-50 : Evolution du diamètre moyen des MX en fonction du temps d'exposition en fluage à 600°C dans un acier Grade 92 [Hald, 2008].

Les études réalisées par Hald montrent que, au cours du fluage à 600°C, la taille des $M_{23}C_6$ augmente légèrement [Hald, 2003]. Cette évolution n'est cependant pas significative d'après le graphique de la Figure 2-49 a). Une évolution d'environ 10 nm est observée, valeur relativement faible compte-tenu des incertitudes liées à la mesure. La vitesse de croissance des MX semble être quasi nulle [Hald, 2008].

Les travaux d'Ennis et al. [Ennis et al., 1997, 2000] (Tableau 2-21) sont en accord avec ceux de Hald.

Traitement thermique	Temps d'exposition en fluage (h)	Diamètre moyen des précipités $M_{23}C_6$ (nm)	Diamètre moyen des précipités MX (nm)
1070°C (2h)/ 775°C (2h)	1500	119 +/- 8	18 +/- 1
1070°C (2h)/ 775°C (2h)	10 000	125 +/- 10	21 +/- 1
1070°C (2h)/ 775°C (2h)	33 000	131 +/- 12	30 +/- 16

Tableau 2-21 : Evolution du diamètre moyen des précipités avec le temps d'exposition en fluage à 600°C [Ennis, Zielinska-Lipiec, 1997, 2000].

Le grossissement des $M_{23}C_6$ au cours d'une sollicitation en fluage est l'un des mécanismes de dégradation les plus importants [Hald, 2008, Cerri et al., 1998]. Le graphique de la Figure 2-49b) montre en outre que l'évolution des tailles de précipités est plus importante dans la partie utile de l'éprouvette que dans les têtes. L'application d'une contrainte semble donc favoriser le grossissement de ces carbures.

La croissance des $M_{23}C_6$ est contrôlée par le mécanisme de mûrissement d'Ostwald [Lee et al. 2006, Spigarelli, 2002]. La vitesse de grossissement des $M_{23}C_6$ est beaucoup plus grande aux abords des anciens joints de grains austénitiques qu'à l'intérieur des grains. Les $M_{23}C_6$ plus gros favorisent une restauration inhomogène de la microstructure. Le rôle majeur de ces précipités lors de sollicitations en fluage est d'épingler les joints de sous-grains et de limiter leur mouvement. Ils réduisent également les interactions entre les dislocations mobiles [Eggeler, 1989]. Lorsque les précipités grossissent, leur efficacité en tant qu'obstacles au mouvement des dislocations mobiles diminue et la restauration de dislocations en excès est facilitée [Hättestrand and Andren, 2001]. Leur grossissement entraîne alors une augmentation de la taille des sous-grains et une diminution de la densité de dislocations [Ennis et al. 1997, 2003, Cerri et al. 1998, Abe et al., 2007, Shen et al., 2009]. Ces changements microstructuraux occasionnent une diminution de la résistance à la déformation en fluage [Pešička et al., 2003, Abe., 1997].

Abe et al. [Abe et al 2004] ont observé l'effet du bore sur l'évolution de précipités $M_{23}C_6$. Ils ont montré que le bore réduit l'effet de la vitesse du phénomène de mûrissement d'Ostwald, au cours du fluage à 650°C et ainsi stabilisent les précipités. Le bore ralentit la croissance des précipités $M_{23}C_6$.

La taille moyenne des précipités MX n'évolue pas de manière significative, et compte-tenu des incertitudes de mesures, l'évolution est considérée comme négligeable [Cerjak et al., 1999].

Au cours de sollicitations en fluage, de nouvelles réactions de précipitation se produisent. Des phases de Laves $(Fe, Cr)_2$ (Mo, W) apparaissent rapidement dans la structure pour des sollicitations à 600 et 650°C. [Ennis et al., 1997, Hald, 2008]. La précipitation des phases de Laves entraine une diminution de la quantité de W et de Mo présente en solution solide, entrainant donc une diminution de la tenue en fluage.

Ennis et al. [Ennis et al., 1997] ont montré que les phases de Laves peuvent également contribuer au durcissement structural, si leurs dimensions sont faibles et si leur répartition est homogène. Leur présence aux frontières des sous-grains peut contribuer au renforcement en fluage en limitant la

déformation des grains et des sous-grains, ce qui compense la perte de durcissement structural par solution solide.

Abe [Abe et al., 2001] a montré que la précipitation des phases de Laves diminue la vitesse de fluage secondaire jusqu'à la phase de croissance et de coalescence. A partir de ce moment, la vitesse de fluage secondaire augmente à nouveau. Les grosses particules de phases de Laves favorisent la formation de cavités au cours de la déformation en fluage.

Les phases de Laves grossissent au cours de l'exposition en fluage à ces températures (Figure 2-51). Lee et al., [Lee et al., 2006] divisent l'évolution des phases de Laves en deux stades : le stade F désigne la germination et le croissance des particules, alors que le stade C désigne la coalescence.

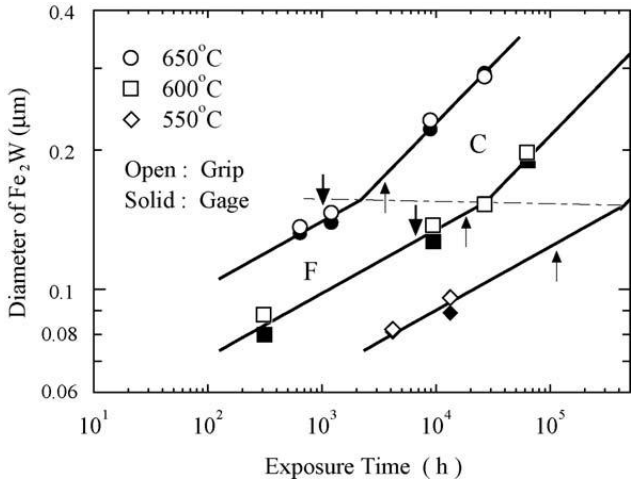


Figure 2-51 : Evolution de la taille moyenne des phases de Laves au cours du fluage à différentes températures [Lee et al,, 2006].

D'après l'étude de Lee et al., 2006 (Figure 2-51), les phases de Laves apparaissent au cours du fluage à 550°C d'un acier Grade 92 pour des temps d'exposition longs (environ 4000h). Les observations réalisées dans le cadre de la présente étude sur l'acier Grade 92 non détensionné, comme sur les différentes zones du joint soudé n'ont pas révélé la présence de telles phases pour ces durées de vie.

Au cours du premier stade de fluage, la microstructure est stable. On assiste au déplacement et à l'annihilation des dislocations. Les mécanismes de durcissement de la structure sont efficaces. La vitesse de déformation en fluage diminue.

La principale évolution microstructurale dans la zone de fluage transitoire est le réarrangement des dislocations en excès vers les frontières de lattes et la migration des frontières. Ces évolutions entraînent le grossissement des lattes et sont à l'origine la structure en sous-grains de forme équiaxe. La vitesse de fluage augmente fortement.

D'après la Figure 2-52, au cours d'une exposition au fluage à haute température, on observe que la densité de dislocations diminue jusqu'à une valeur limite et la taille des sous-grains augmente.

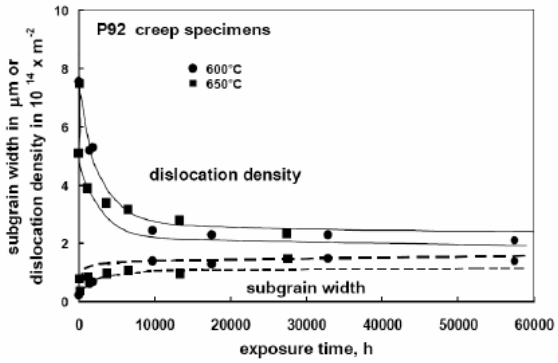


Figure 2-52 : évolution de la densité de dislocations et de la taille des sous-grains dans le Grade 92 au cours d'une exposition en fluage à 600 et 650°C [Ennis, Zielinska-Lipiec, and Czyrska-Filemonowicz, 2002].

2.3.3 Conclusions

A 550 °C et pour les contraintes considérées, la déformation en fluage est probablement liée au mouvement des dislocations.

La plupart des données microstructurales présentée dans cette partie a été obtenue à partir d'éprouvettes sollicitées en fluage à 600 et 650°C. La quantité de données sur l'acier Grade 92 après essais de fluage à 550°C, est faible. Nous avons vu que les diamètres des précipités $M_{23}C_6$ et MX évoluent peu après des temps d'exposition en fluage élevés (jusqu'à 60 000h). A 550 °C, l'évolution de ces deux types de phases est donc très probablement négligeable.

Les données de la littérature indiquent une augmentation rapide des tailles de sous-grains au cours d'une exposition en fluage, à partir de 1000h d'essai à 550°C. Parallèlement, la densité de dislocations diminue. L'évolution des tailles de sous-grains et de la densité de dislocations a donc probablement lieu à 550°C, à partir d'une certaine durée d'exposition.

2.4 Modélisation du comportement en fluage du métal de base

L'objectif de cette partie est d'établir un modèle de comportement en fluage à 550 °C du métal de base Grade 92, qui pourra ensuite être utilisé pour réaliser des simulations par éléments finis du comportement du joint soudé. Le modèle doit ensuite permettre de prédire les durées de vie en fluage.

La formulation générale des équations constitutives d'un modèle d'écoulement viscoplastique dans ces matériaux ne sera pas décrite ici. On s'attachera aux équations décrivant un écoulement viscoplastique avec un écrouissage isotrope.

Ce type de modèle d'écoulement en fluage a déjà été implémenté dans le logiciel ZéBuLoN (Besson and Foerch, 1997). Gaffard et al., 2004 et Panait, 2010 ont utilisé ce modèle de comportement pour décrire le comportement en fluage respectivement d'un joint soudé en acier Grade 91 à 625 °C et du métal de base Grade 92 à 600 °C.

A 550 °C, les résultats d'essais de fluage issus de la littérature semblent indiquer une rupture des éprouvettes par instabilité viscoplastique. La déformation est contrôlée par le mouvement des dislocations.

2.4.1 Equations constitutives

Le modèle phénoménologique tient compte d'un mécanisme qui permet de décrire la déformation viscoplastique en fluage pour des contraintes élevées. Panait [Panait, 2010] a également établi un modèle d'écoulement en fluage de l'acier Grade 92 mais à 600 °C. Dans son modèle, Panait fait intervenir un mécanisme supplémentaire dit « basse contrainte » qui permet de prendre en compte la dégradation du matériau lié à la diffusion de lacunes. Au vu des durées d'essai utilisées ici, ce régime ne sera pas considéré.

Le tenseur des déformations peut donc s'écrire comme la somme du tenseur de déformation élastique et du tenseur de déformation viscoplastique.

$$\underline{\dot{\varepsilon}} = \underline{\dot{\varepsilon}_e} + \underline{\dot{\varepsilon}_{HS}}$$

$\underline{\dot{\varepsilon}_e}$ représente le tenseur des vitesses de déformation élastique et $\underline{\dot{\varepsilon}_{HS}}$ représente le tenseur des vitesses de déformation viscoplastique.

$\underline{\dot{\varepsilon}_e}$ s'écrit en fonction de la loi de Hooke tel que :

$$\underline{\sigma} = \underline{\underline{C}} : \underline{\varepsilon_e}$$

où $\underline{\underline{C}}$ est le tenseur de rigidité d'ordre quatre et $\underline{\sigma}$ le tenseur des contraintes.

Le régime quasi-plastique n'a finalement pas été intégré dans le modèle. Le choix s'est porté sur la description du comportement au cours du stade secondaire. La suppression du régime quasi-plastique aura pour conséquence une surestimation systématique mais très faible du temps à rupture.

Le tenseur des vitesses de déformation $\underline{\dot{\varepsilon}_{HS}}$ responsable de la déformation en fluage est relié à la vitesse de déformation équivalente telle que :

$$\underline{\dot{\varepsilon}_{HS}} = \dot{p}_{HS} \frac{\vartheta \phi_{HS}}{\vartheta \sigma_{HS}}$$

Où ϕ_{HS} est le potentiel viscoplastique tel que

$$\phi_{HS} = \sigma^*_{HS} - R_{HS}$$

Où R_{HS} est la contrainte d'écoulement et σ^*_{HS} la contrainte effective scalaire, correspondant à la contrainte de von Mises dans le cas d'un matériau non endommagé. Dans ce modèle, l'hypothèse d'un critère d'écoulement isotrope de von Mises est formulée, compte-tenu du fait que la microstructure du matériau est homogène.

La déformation permanente se produit lorsque $\phi_{HS} > 0$.

$\dot{p}_{HS}$ est donné par une loi de type Norton. Il s'exprime :

$$\dot{p}_{HS} = K_{HS} \langle \frac{\phi_{HS}}{\sigma_0} \rangle^n$$

σ_0 la contrainte de référence et K_{HS} est un paramètre du matériau correspondant à la vitesse de déformation du matériau pour une contrainte appliquée égale à la contrainte de référence. La contrainte de référence est fixée à 150 MPa dans toute l'étude.

L'écoulement viscoplastique pour le mécanisme des hautes contraintes s'exprime :

$$R_{HS}(\overline{p}) = R0_{HS} + Q_{HS}\left(1 + exp(-b\overline{p})\right)$$

Où $R0_{Hs}$, Q_{Hs} et b sont des constantes et $\overline{p}$ la déformation cumulée irréversible.

Le second terme de l'équation représente l'écrouissage de l'acier à la fin du stade primaire de fluage.

2.4.2 Procédure de calcul par éléments finis

Le modèle a été implémenté dans le logiciel de calculs par éléments finis ZeBuLon (Besson and Foerch, 1997).

La simulation des essais et l'optimisation des paramètres du modèle ont été réalisées sur un élément linéaire à intégration réduite linéaire intégration réduite en deux dimensions. Une force est imposée à un nœud, en rouge sur la Figure 2-53. Le déplacement est mesuré au niveau du nœud en question.

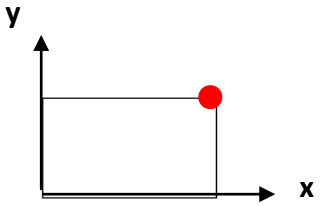


Figure 2-53 : schéma de l'élément utilisé pour la simulation.

On impose que les déplacements se produisent dans la direction x à droite et dans la direction y vers le haut. Un schéma d'intégration implicite a été utilisé. L'élément est bloqué selon l'axe x et selon l'axe y.

2.4.3 Procédure d'identification

Les paramètres du modèle ont été identifiés par comparaison avec les courbes de fluage expérimentales. Les trois essais terminés, ainsi que l'essai en stade tertiaire (200 MPa) ont été utilisés pour optimiser les paramètres. Dans un premier temps, les courbes de fluage *représentées par l'évolution de l'allongement en fonction du temps,* ont été tronquées jusqu'à $t = \frac{t_r}{2}$.

2.4.3.1 Détermination de la vitesse minimale de fluage

Afin d'obtenir une première approximation de la vitesse de fluage minimale $\dot{e}_s$, les paramètres de l'équation 1 ont été ajustés pour modéliser les stades primaires et secondaires des essais. La loi décrivant l'évolution de l'allongement en fonctions du temps lors des deux premiers stades de fluage est :

$$e(t) = \frac{\Delta L}{L_0} = e_0 + e_1\left(1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right)\right) + \dot{e}_s t \qquad \text{eq. 1}$$

$\frac{\Delta L}{L_0}$ est l'allongement mesuré, e_0 correspond à la déformation instantanée induite par les déformations élastiques et plastiques suite au chargement en fluage. Le terme $e_1(1 - exp\left(-\frac{t}{\tau}\right)$ décrit le stade primaire de fluage, 3τ correspond à la durée du stade primaire et $\dot{e}_s$ correspond à la vitesse de fluage secondaire. L'ajustement des courbes a été réalisé jusqu'à $t = \frac{t_r}{2}$.

Les résultats de l'ajustement des paramètres pour chaque courbe sont présentés dans le Tableau 2-22.

Contraintes (MPa)	Temps à rupture (h)	$\dot{e}_s$ (%/h)	e_1(%)	τ (h)	e_0 (%)
200	24239	$3{,}27.10^{-5}$	0,62	1324,	0,46
210	15256	$2{,}50.10^{-4}$	0,81	629	0,25
220	6337	$6{,}67.10^{-4}$	0,60	258	0,2
235	2037	$2{,}11.10^{-3}$	0,43	81	0,25

Tableau 2-22 : ajustement des paramètres $\dot{e}_s$, e_1, τ, e_0 en fonction des essais de fluage à 550 °C.

Une première approximation de la vitesse minimale de fluage $\dot{e}_s$ est ainsi obtenue. Cette donnée va ensuite permettre d'identifier les autres paramètres du modèle.

Une première valeur de n est estimée à partir de l'évolution *de la vitesse de fluage minimale en fonction de la contrainte (*Figure 2-54*).* La valeur de n obtenue est évaluée à 18. Cette valeur est fixée dans un premier temps.

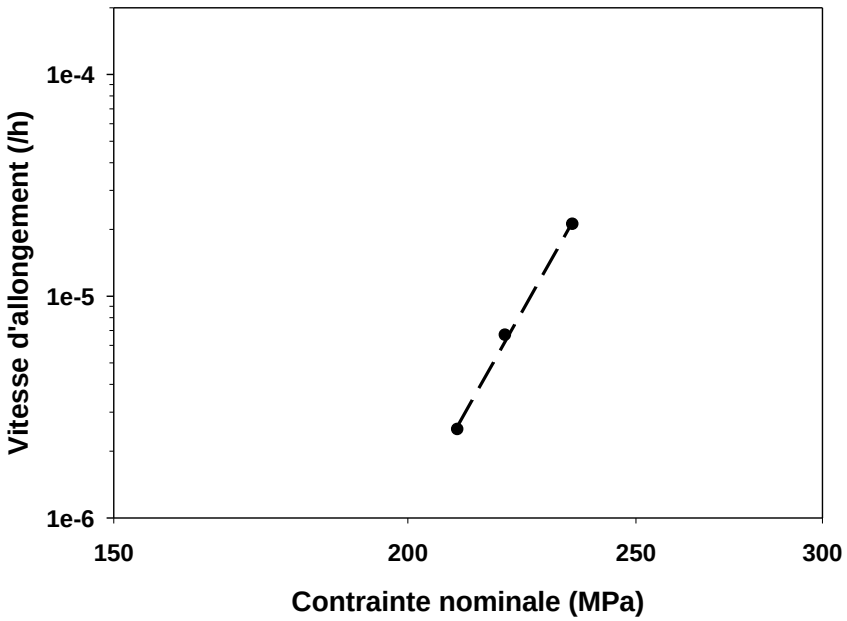


Figure 2-54 : évolution de la vitesse de déformation minimale en fonction de la contrainte nominale.

2.4.3.2 Identification de Q_{Hs} , K_{HS} *et* b

Les mécanismes de déformation en fluage secondaire sont modélisables par une loi de type Norton :

$$\dot{\varepsilon}_s = K_{Hs} \langle \frac{\sigma - R_{Hs}}{\sigma_0} \rangle^n$$

R_{Hs} représente l'écrouissage de l'acier A (h^{-1}), tel que :

$$R_{Hs}(p) = Q_{Hs}\left(1 - exp(-b * p)\right)$$

D'après les courbes de fluage des essais sur métal de base (Figure 2-44), le stade secondaire débute pour des niveaux de déformation proche de 3%.

A p = 3%, le stade primaire est pratiquement terminé, soit R_{Hs} = 0,99 *Q_{Hs}.

D'où $$R_{Hs} = 0{,}99 * Q_{Hs} = Q_{Hs}\left(1 + exp(-b * 0{,}03)\right)$$

Soit $$b = \frac{2*\ln(10)}{0{,}03}$$

b = 154

Pour p = 3%, on considère donc que $R_{Hs} \approx Q_{Hs}$. σ_0 *est fixée à 150 MPa.*

D'où

$$\dot{\varepsilon}_s = K_{Hs} \langle \frac{\sigma - Q_{Hs}}{\sigma_0} \rangle^n$$

$$\dot{\varepsilon}_s^{\frac{1}{n}} = \frac{K_{Hs}^{\frac{1}{n}}}{\sigma_0} (\sigma - Q_{Hs})$$

Afin d'estimer la valeur du paramètre Q_{Hs}, les valeurs de la contrainte vraie ont été tracées en fonction de la vitesse de déformation minimale $\dot{\varepsilon}_s^{\frac{1}{n}}$ telle que (Figure 2-55) :

$$\sigma_{vraie} = \sigma(1 + 3\%)$$

Les contraintes vraies sont utilisées du fait que le calcul numérique utilise un formalisme de grandes transformations.

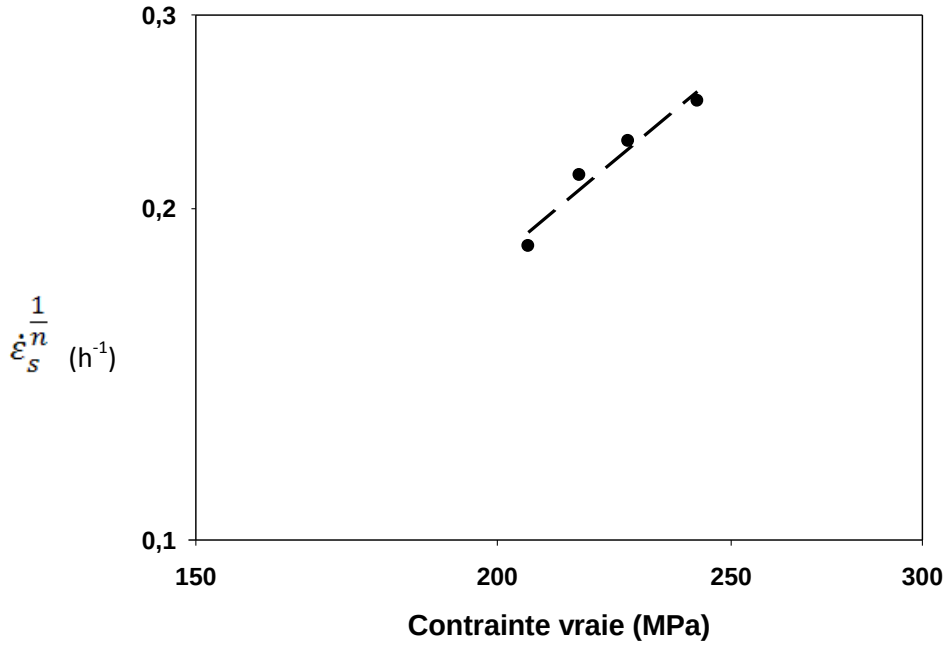


Figure 2-55 : évolution de la vitesse de fluage minimale en fonction de la contrainte vraie.

L'équation de la droite est donnée par : y = 0,0019x - 0,1154.

Ainsi, ces résultats permettent d'obtenir une première approximation des paramètres K_{Hs} *et de* Q_{Hs} , tels que :

$$\frac{K_{HS}^{\frac{1}{n}}}{\sigma_0} = 0{,}0039$$

et

$$Q_{HS} = \frac{0{,}2349}{0{,}0039}$$

Après avoir obtenu une première approximation des paramètres *n*, b, Q_{Hs} et K_{Hs}, *le logiciel réalise l'optimisation à l'aide des courbes expérimentales.*

L'optimisation a été faite en deux étapes. Dans un premier temps, les valeurs de b, Q_{Hs} *et* $\mathrm{K_{Hs}}$ ont été fixées et l'optimisation a été faite sur le paramètre *n*. Dans un second temps, la valeur de n a été fixée et l'optimisation a cette fois été appliquée aux paramètres *b,* Q_{Hs} *et* K_{Hs}.

La méthode d'optimisation utilisée est la méthode de Levenberg-Marquardt, implémentée dans le logiciel ZeBuLoN. Le logiciel ajuste les paramètres de manière à réduire l'écart quadratique entre les courbes de fluage simulées et les courbes expérimentales.

Les paramètres du modèle de fluage à 550 °C obtenu suite à l'optimisation sont présentés dans le Tableau 2-23.

		Paramètres identifiés	Paramètres optimisés
Propriétés élastiques	E (GPa)	130	130
	ν	0,3	0,3
Ecrouissage viscoplastique	R_{0Hs}(MPa)	0,001	0,001
	Q_{Hs}(MPa)	60,23	49,8
	b_1	154	336
Ecoulement viscoplastique	$K_{Hs}(h^{-1})$	$6{,}44.10^{-5}$	$8{,}33.\ 10^{-7}$
	n_{Hs}	18	13,75
	σ_{Hs} (MPa)	150	150

Tableau 2-23 : paramètres du modèle de comportement en fluage à 550 °C sur de l'acier Grade 92 de notre étude.

2.4.4 Résultats des simulations

Les courbes simulées avec le modèle de comportement obtenu sont comparées avec les courbes expérimentales sur la Figure 2-56.

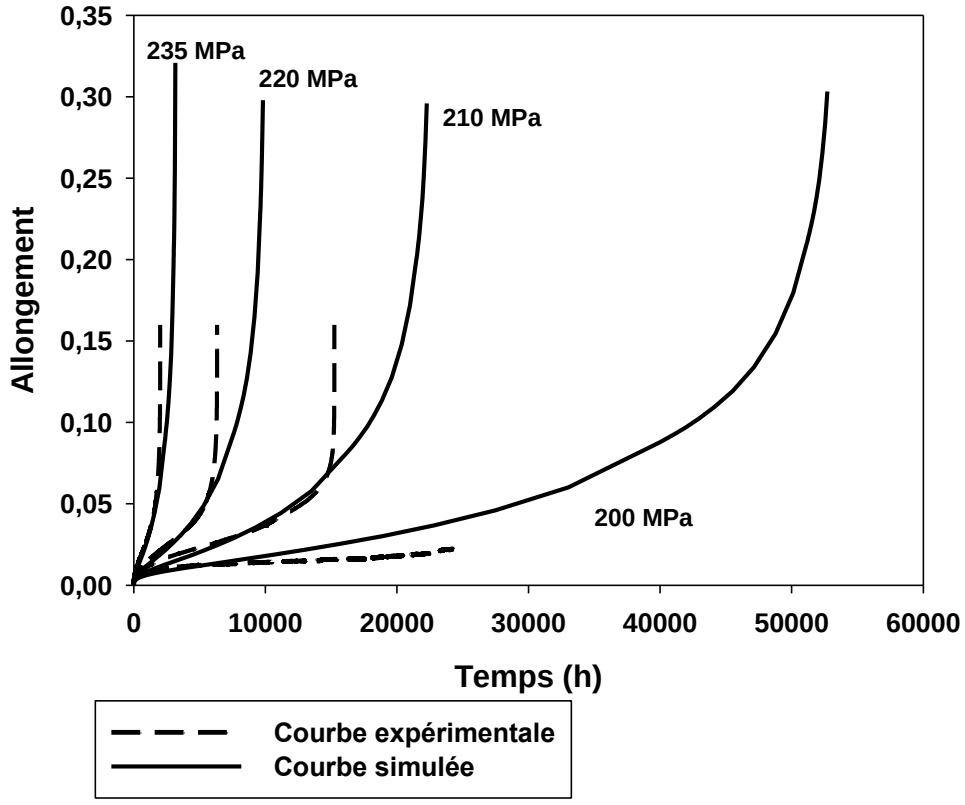


Figure 2-56 : courbes de fluage expérimentales et simulées du métal de base à 550 °C.

D'après ces courbes, le modèle semble représenter l'écoulement au stade primaire et secondaire de manière satisfaisante.

Le début du stade tertiaire est prédit un peu trop tôt. Les temps à rupture sont surestimés.

Les temps à rupture obtenus avec les simulations sont comparés avec ceux des essais expérimentaux en fonction de la contrainte appliquée, sur la Figure 2-57.

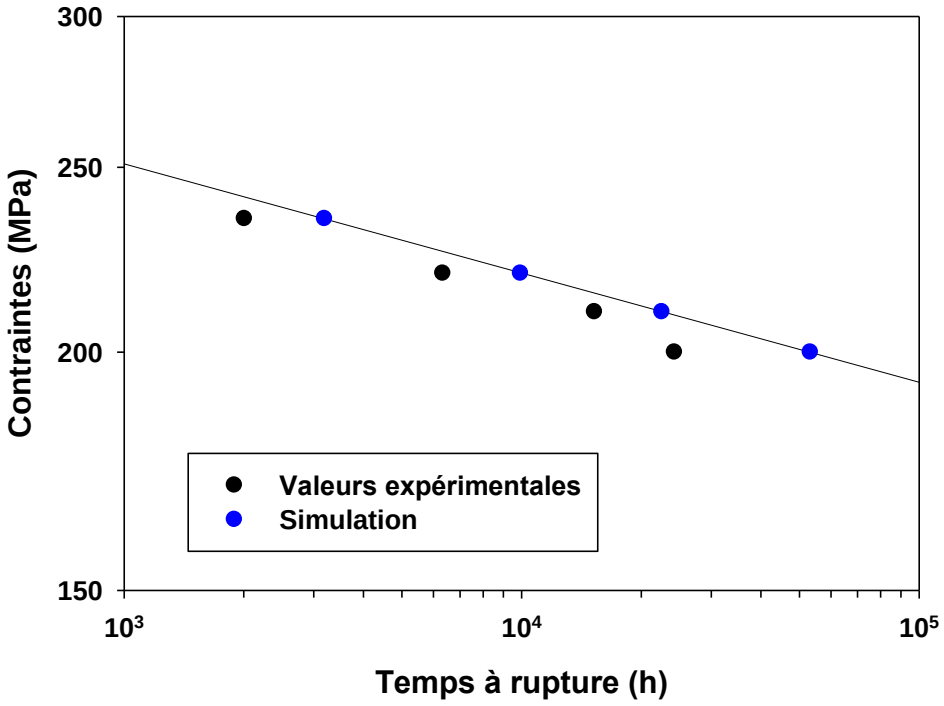


Figure 2-57 : contraintes en fonction des temps à rupture des essais simulés et expérimentaux sur le métal de base.

Néanmoins, la surestimation des temps à rupture par les simulations ne constitue pas un obstacle à la présente étude dans la mesure où la rupture du joint ne se produit pas dans le métal de base.

L'évolution des vitesses minimales de fluage des courbes simulées sont comparées en fonction des temps à rupture, aux données expérimentales sur le métal de base issues de la présente étude et de la littérature. Ces données sont comparées sur le graphique de Monkman-Grant de la Figure 2-58.

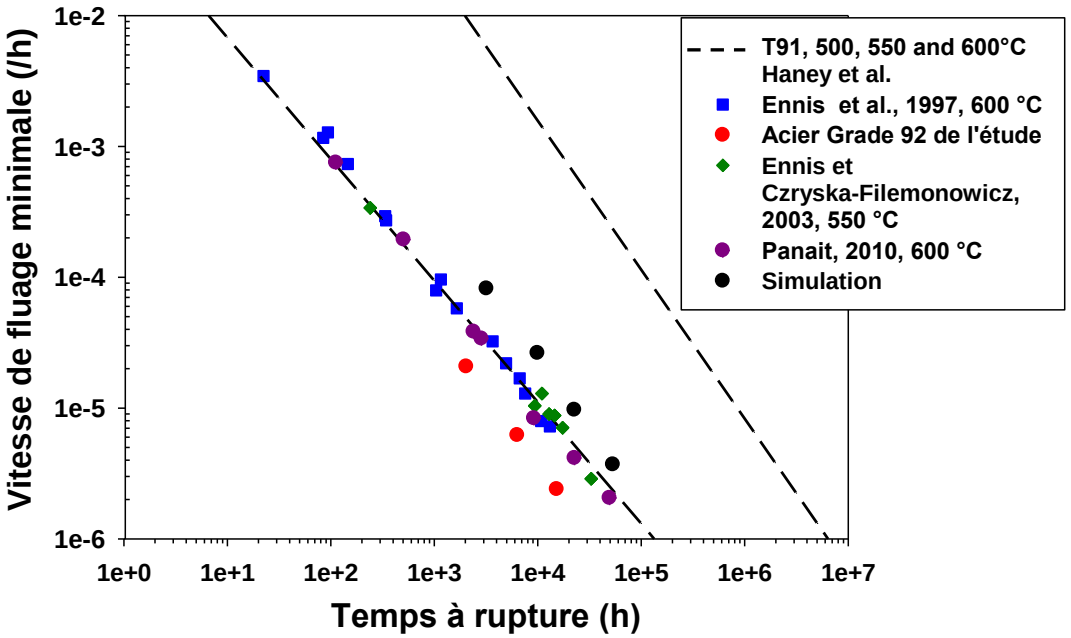


Figure 2-58 : vitesse minimale de fluage en fonction du temps à rupture.

Les données provenant des simulations s'alignent le long d'une même droite. Pour le domaine de contraintes considéré, la pente de cette droite semble parallèle aux données expérimentales. Cependant, les données sont décalées puisque les temps à rupture sont surestimés.

2.4.5 Conclusion

Un modèle de comportement viscoplastique du métal de base non détensionné à 550 °C a été établi et validé. Dans le domaine de contraintes exploré, le modèle décrit correctement l'écoulement en fluage du matériau. Les temps à rupture sont néanmoins surestimés. Ceci n'est pas rédhibitoire dans la mesure où la rupture du joint soudé ne se produit pas dans cette zone.

Le modèle sur métal de base non détensionné sera intégré dans le modèle du joint soudé complet. Les examens métallurgiques ont montré que les paramètres microstructuraux des métaux de base détensionnés et non détensionnés sont similaires. Ainsi, les comportements en traction et en fluage des matériaux sont considérés comme comparables. Le traitement post-soudage n'a pas modifié le comportement mécanique du métal de base.

3 Etude des joints soudés : caractérisation microstructurale

3.1 Les joints soudés

3.1.1 Composition chimique

Les codes fournis par l'autorité de sûreté nucléaire imposent le procédé de soudage Tungsten Inert Gas (TIG). Il s'agit d'un procédé de soudage multi- passes.

Cette technique permet d'assembler des pièces d'épaisseur importante tout en obtenant un joint soudé ne présentant pas ou très peu de porosités.

Pour cette étude, deux joints soudés ont été réalisés au Laboratoire des Techniques d'Assemblage (LTA) du CEA, à partir de deux produits d'apport différents, dont les compositions sont données dans le Tableau 3-1:

- Böhler P92-IG pour le premier joint qui sert aux premiers essais de fluage et aux essais de fluage à long terme ;
- Thermanit MTS 616 qui sert pour tous les autres essais et qui est donc le principal matériau de l'étude.

	C	Mn	P	S	Si	Cr	W	Mo	V	Al	Ni	Nb	N	B
Thermanit MTS 616	0,099	0,73	0,010	0,004	0,25	8,64	1,72	0,49	0,198	0,02	0,50	0,064	0,042	-
Böhler P92 IG	0,109	0,46	0,008	0,001	0,38	8,76	1,55	0,40	0,201	-	0,53	0,06	0,044	-

Tableau 3-1 : composition chimique (en %massique) des deux produits d'apport.

Le métal d'apport a approximativement la même composition chimique que le métal de base (Chapitre 2.1.1) mais ne contient pas d'ajout de bore.

3.1.2 Réalisation

Le joint soudé de l'étude provient de l'assemblage par soudage TIG de deux tubes en configuration bout à bout de longueur chacun 150 mm. La forme du chanfrein est en "V" à double pente avec un talon de hauteur 1 mm. La torche de soudage est fixe au dessus des tubes à assembler qui sont en rotation.

Trois phases de soudage caractérisent la réalisation de la soudure : le pointage des tubes, la passe de racine et le remplissage du chanfrein.

Les conditions de soudage retenues sont rassemblées dans le Tableau 3-2.

	Joint soudé avec produit d'apport P92 IG			Joint soudé avec produit d'apport Thermanit MTS 616		
Phases de soudage	Pointage des tubes	Passe de racine	Passes de remplissage	Pointage des tubes	Passe de racine	Passes de remplissage
Mode	Mode manuel, courant continu	Mode manuel, courant continu	Mode manuel, courant continu	Mode manuel, courant continu	Mode automatique, courant continu	Mode automatique, courant continu
Gaz de protection	Argon (100%)	Argon (100%)	Argon (100%)	Argon (100%)	Argon (100%)	un mélange de 100% d'argon et de 70%d'argon avec 30% d'hélium
Intensité, tension et vitesse de soudage	-	120 à 170 A, 5 à 9 cm/min	120 à 170 A, 5 à 9 cm/min	-	220A, 11,5V et 10 cm/min.	Entre 200 et 230A, entre 11,5 et 12V et entre 9 et 10 cm/min
Température minimale et nombres de passes	-	Assemblage préchauffé à 210°C, avant cette passe. Température entre passes maintenue entre 210 et 250°C jusqu'à la dernière passe de remplissage.	Vingt-deux passes de remplissage nécessaires pour remplir le chanfrein.	-	Assemblage préchauffé à 210°C, avant cette passe. Température entre passes maintenue entre 210 et 250°C jusqu'à la dernière passe de remplissage.	Quatorze passes de remplissage nécessaires pour remplir le chanfrein. La séquence de remplissage est composée d'une passe par couche pour les 3 premières passes puis deux passes par couche.

Tableau 3-2 : procédés et conditions de soudages TIG pour les deux joints.

Plus de détails sur le procédé sont donnés dans le dossier des Techniques de l'Ingénieur intitulé *Soudage à l'Arc*.

Des macrographies des deux joints soudés de l'étude sont présentées sur la Figure 3-1. Les dernières passes de soudage sont visualisables. On distingue une microstructure plus grossière dans cette zone.

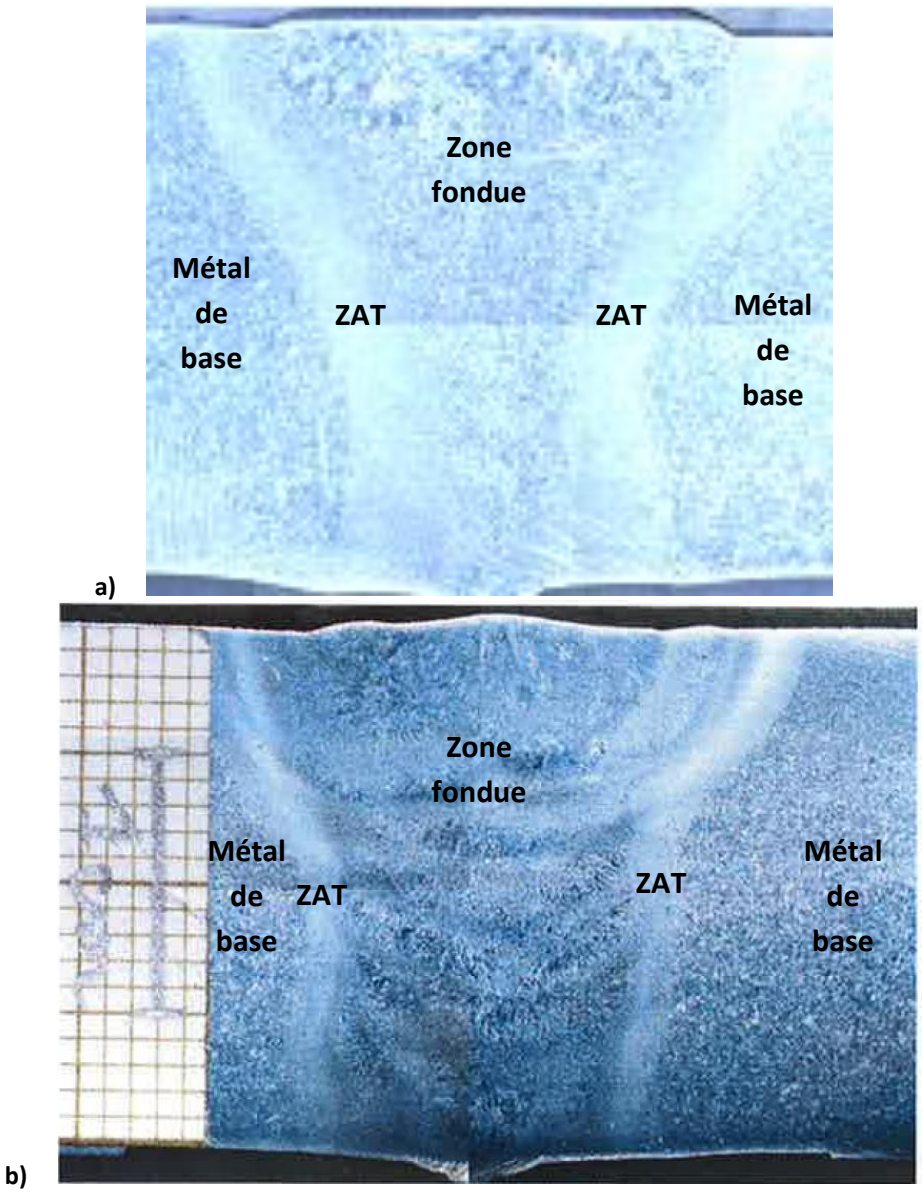


Figure 3-1 : macrographies des joints soudés, a) avec produit d'apport Thermanit MTS616 et b) avec produit d'apport P92IG.

Les valeurs de résilience (KV) requises pour des aciers de nuance X10CrWMoVNb9-2 selon les normes ASTM sont de 40 J/cm² dans le sens longitudinal. Les valeurs de résilience (KV) des produits d'apport ou de la zone fondue sont de 41 J/cm² à 20 °C. Elles sont donc en accord avec les spécifications.

Les valeurs de résilience sont de l'ordre de 41 J. Elles correspondent aux valeurs indiquées par Andrén et al., 1995 [Andrén et al., 1995] pour les aciers 9Cr-1Mo. Cette valeur est relativement basse et est liée à la présence de certains éléments tels que le carbone, le niobium, l'azote, le tungstène et également le chrome [Heuser et Jochum]. L'ajout de certains éléments tels que le nickel et le manganèse ont pour effet d'augmenter les valeurs de ténacité. Néanmoins, les teneurs en ces éléments doivent être contrôlées, pour éviter l'austénite de réversion. Les spécifications sont telles que :

Mn + Ni ≤1,5 %

Ni ≤ 0,4 % dans le métal de base

Ni ≤ 1 % dans le métal d'apport

Vallourec & Mannesmann [V&M, 2000] indique que les valeurs de résilience du métal fondu sont de l'ordre de 50 J, à température ambiante.

Les paramètres de soudage et de traitement thermique doivent être contrôlés afin d'obtenir les propriétés de ténacité souhaitées. Les valeurs de ténacité augmentent avec la température et la durée du PWHT. Par ailleurs, des passes de soudage plus fines amélioreront également la ténacité [Heuser et Jochum].

La température entre les passes doit être comprise entre 200 °C et 350 °C.

En outre, le joint doit refroidir jusqu'à des températures en-deçà de 100 °C pour que la transformation martensitique soit complète.

Les soudures subissent un traitement post-soudage (PWHT) qui consiste en un revenu à 760°C pendant une durée variable selon l'épaisseur. Le PWHT des joints soudés de l'étude est un revenu à 760°C pendant 6h pour le joint soudé avec produit d'apport P92IG et pendant 4h30 pour le joint soudé avec produit d'apport Thermanit MTS 616.

Ce traitement permet de relâcher les contraintes induites par le soudage et la deuxième transformation martensitique.

3.2 Caractérisation microstructurale de base des joints soudés.

3.2.1 Hétérogénéités microstructurales

L'opération de soudage induit une augmentation de la température du métal de base proche de la ligne de fusion. Sur une section de métal de base le long de la ligne de fusion, la température maximale atteinte varie de 750 à plus de 1400 °C.

Grâce à des essais de soudage instrumenté (Figure 3-2 a)), Bauer et al. [Bauer et al., 2010] ont pu réaliser une cartographie des distributions de température vues par le métal au cours du soudage (Figure 3-3). L'opération de soudage a été réalisée sur un acier Grade 92. Le procédé utilisé est le soudage manuel à l'arc. Quinze passes de soudage ont été appliquées. D'après la macrographie du joint soudé de la Figure 3-2b), on estime la largeur de la ZAT à environ 5 mm.

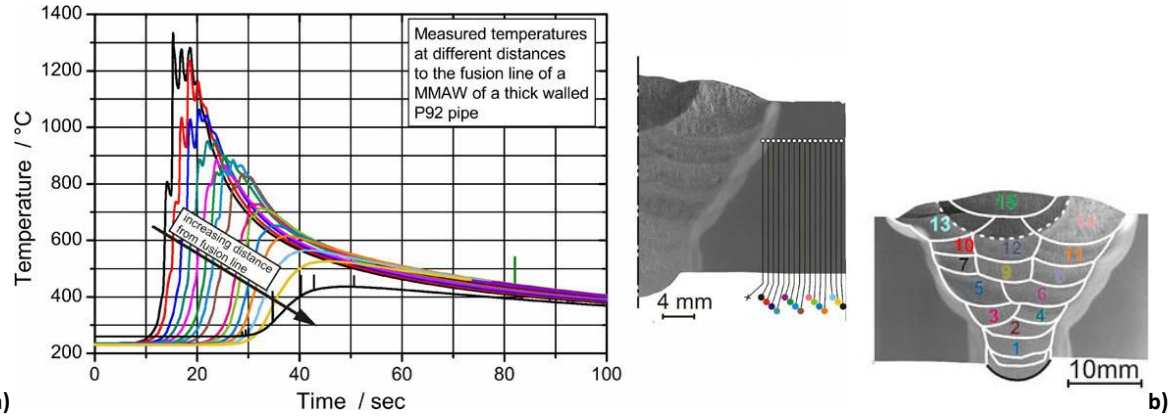


Figure 3-2 : a) mesures de températures par 15 thermocouples positionnés à différentes distances de la ligne de fusion. b) Macrographie du joint soudé.

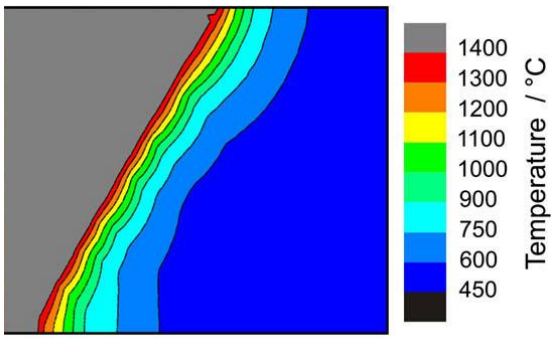


Figure 3-3 : distribution des températures maximales atteintes au cours du soudage [Bauer et al., 2010].

Ainsi, différentes transformations de phases se produisent lors du soudage, liées aux différents cycles thermiques subis [Mythili, 2003], et en particulier en rapport avec les températures de transformations Ac_1 et Ac_3, qui dépendent à leur tour de la vitesse de chauffage. Ainsi, différentes microstructures sont observables dans le joint soudé.

Les hétérogénéités microstructurales sont révélées par les cartographies de dureté des deux joints sur la Figure 3-4 et la Figure 3-5. Ces cartographies ont été réalisées au Laboratoire des Techniques d'Assemblage (LTA).

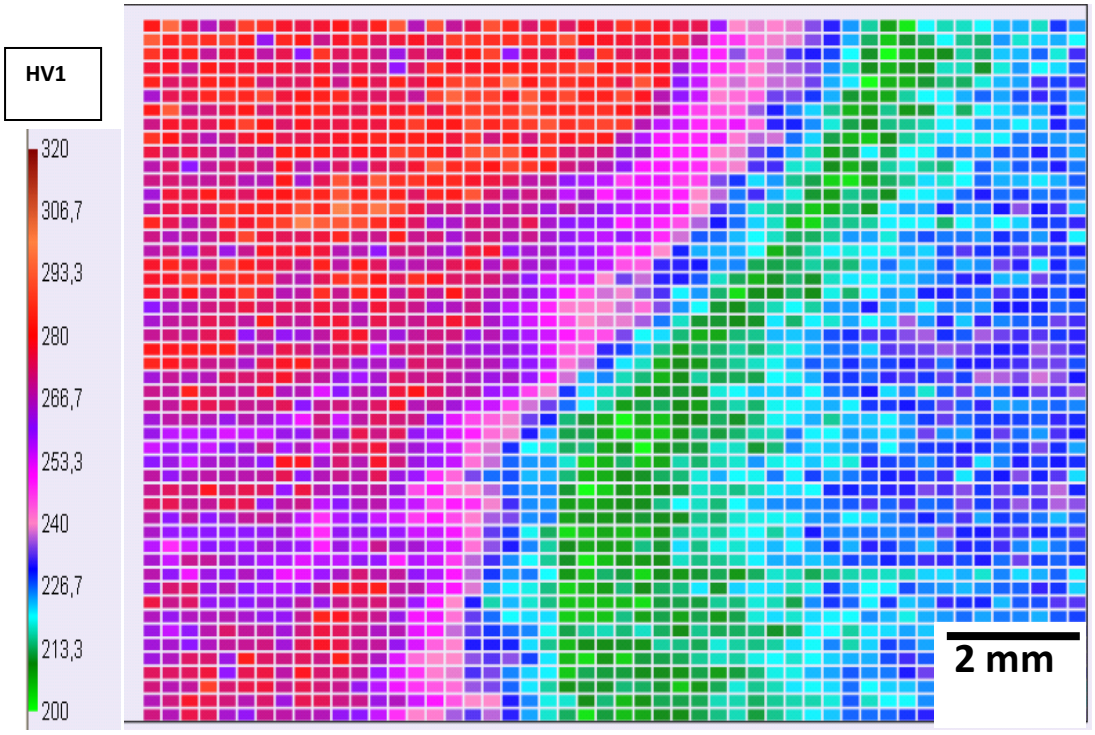


Figure 3-4 : cartographie de dureté du joint soudé avec produit d'apport Thermanit, après détensionnement.

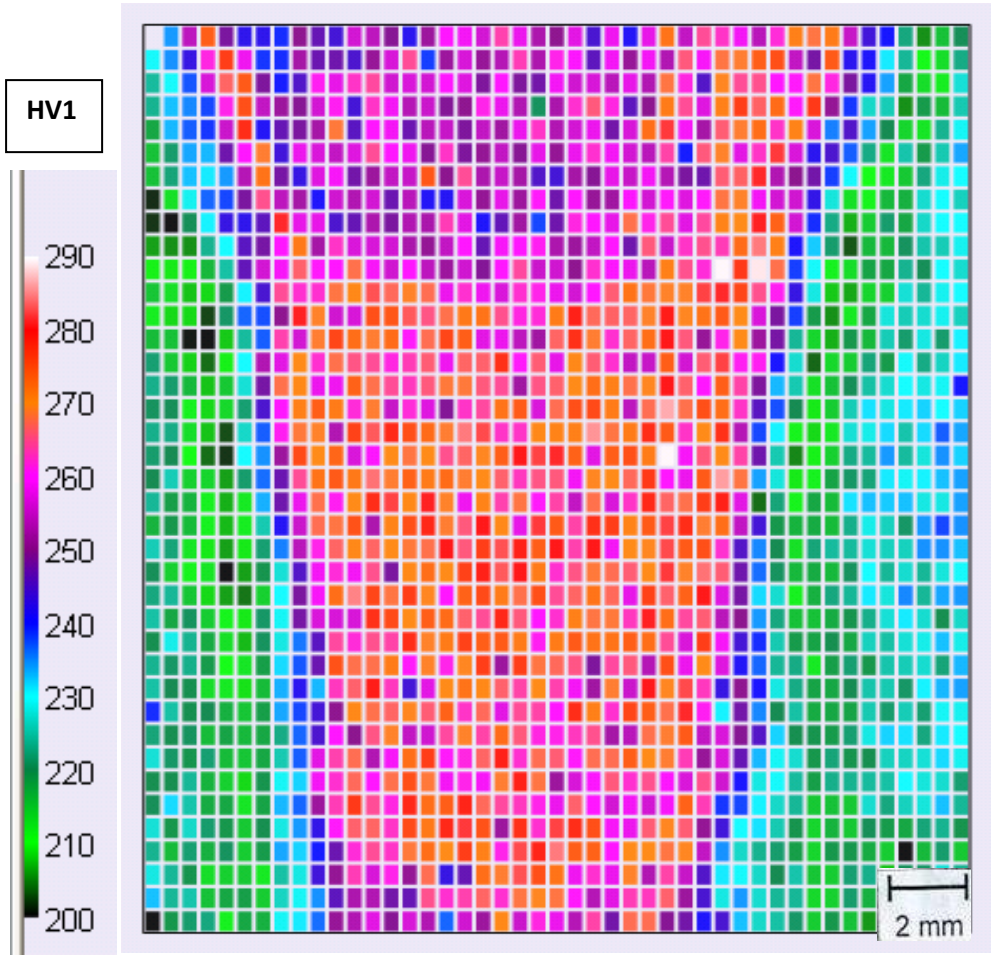


Figure 3-5 : cartographie de dureté du joint soudé avec produit d'apport P92 IG, après détensionnement.

Différentes microstructures sont observables sur ces macrographies depuis le centre de la zone fondue jusqu'au métal de base.

Les trois zones principales traditionnellement distinguées dans un joint soudé sont (Figure 3-6) :

- La zone fondue.
- La zone affectée thermiquement (ZAT) qui est une zone où la microstructure du métal de base est affectée par un chauffage local dû au cycle thermique.
- Le métal de base.

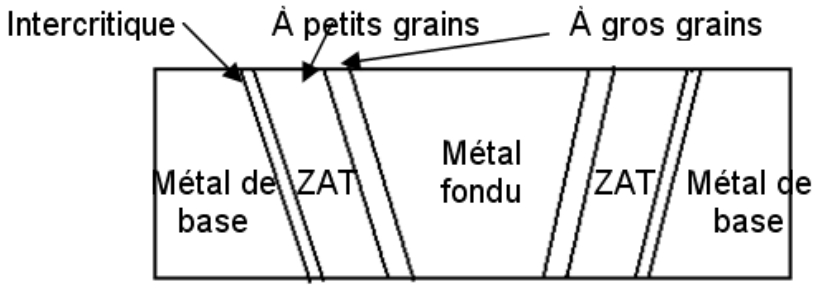


Figure 3-6 : schéma du joint soudé.

Une filiation de dureté à mi-épaisseur du joint soudé et sur une moitié seulement, a également été réalisée (Figure 3-7). Cette filiation de dureté est complémentaire à la cartographie car la dureté à été mesurée sur une plus longue distance dans le métal de base.

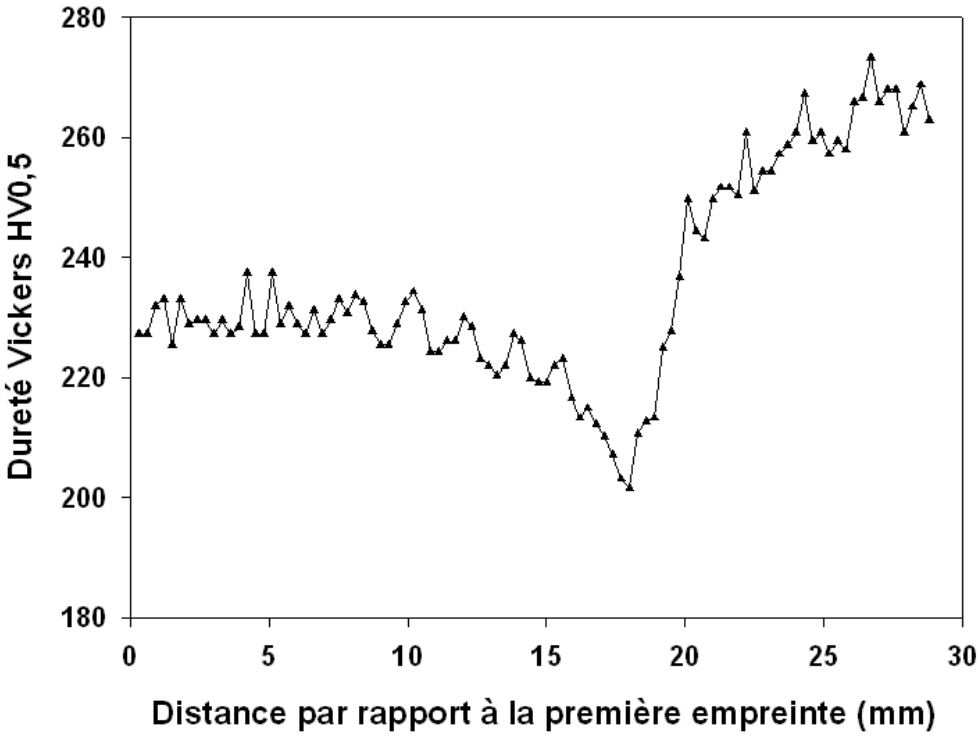


Figure 3-7 : filiation de dureté sur une demi-longueur du joint soudé Grade 92 avec produit d'apport Thermanit MTS 616, à mi-épaisseur.

D'après les cartographies de dureté, les largeurs des zones affectées thermiquement, et particulièrement des zones adoucies, sont similaires.

D'après la Figure 3-4, la Figure 3-5 et la Figure 3-7, la zone la plus molle, appelée zone adoucie, a une dureté de l'ordre de 200$HV_{0,5}$. Cette zone se situe dans la ZAT. Les largeurs des zones adoucies sont comparables entre les deux joints soudés (1 à 2 mm).

Le métal de base a une dureté d'environ 220 Hv_1 (+/- 5 Hv_1), d'après les cartographies. La filiation de dureté révèle néanmoins que la dureté continue de croître dans le métal de base lorsque l'on s'éloigne du joint soudé, et atteint plutôt une valeur proche de 230 $HV_{0,5}$.

Le gradient de dureté entre le métal de base et la zone adoucie est inférieur au gradient entre la zone fondue et la zone adoucie. En particulier, un fort gradient de dureté est observable dans la FGHAZ.

Les cartographies de dureté mettent en évidence les différentes passes de soudage dans la zone fondue. En effet, l'application des passes successives entraine une augmentation de la température des passes précédentes, favorisant un recuit de la microstructure des passes inférieures. Ainsi, d'après la cartographie, la dureté de la zone fondue varie entre 260 et 280 Hv1. Les évolutions microstructurales dans la zone fondue lors du soudage seront détaillées par la suite.

Pétry et al. [Pétry et al.,] ont également réalisé une filiation de dureté d'un joint soudé Grade 92, réalisé par un procédé de soudage à l'arc SMAW. Après un détensionnement de 2h à 760 °C, la dureté du métal de base est de l'ordre de 225 Hv1. La dureté dans la zone fondue varie entre 240 et 260 Hv1. La zone adoucie atteint une dureté proche de 190 Hv1.

La dureté dans la zone de plus faible dureté, la zone adoucie, est donc réduite de 15% par rapport à la dureté du métal de base. D'après les cartographies et les filiations de dureté, la largeur de cette

zone est estimée entre 1 et 2 mm. On remarque une dureté particulièrement élevée de la zone fondue des deux joints de l'étude.

3.2.2 Microstructures à différentes échelles

Mythili et al. [Mythili et al., 2003] décrivent la microstructure de la zone de métal fondu avant le traitement de détensionnement, comme une zone constituée à la fois de grains primaires austénitiques de forme colonnaire, et de grains plus équiaxes. Les zones constituées de grains équiaxes ont subi un recuit lors du dépôt de la passe suivante. Cette zone correspond à la microstructure du joint qui a subi des températures supérieures au liquidus et qui a été refroidie rapidement. La zone fondue a fait l'objet d'une caractérisation fine, détaillée dans la partie 3.5.3.

La zone à gros grains dans la ZAT (CGHAZ), à côté de la zone fondue correspond à une région dans laquelle la température maximale a largement dépassé Ac_3. Ainsi, la transformation austénitique est complète et les grains austénitiques croissent, éventuellement limités par des précipités de NbC. Mythili et al [Mythili et al., 2003] estiment la largeur moyenne de ces grains larges à 72 µm. A la suite de l'austénitisation complète et du refroidissement rapide, la structure à gros grains présente peu de précipités [Kasl et al., 2009]. Seuls certains NbC n'ont pas été dissous lors du cycle. Le détensionnement qui suit entraîne la précipitation des gros carbures $M_{23}C_6$ [Spigarelli et al ., 2002].

Après le détensionnement, la CGHAZ est la zone où la densité de grosses particules est la plus faible. La densité de dislocations est élevée et de fins précipités intragranulaires sont détectés, en particulier des carbures de vanadium. Les carbures ont précipité au cours du cycle thermique [Kasl et al., 2009]. La taille des sous-grains est plus élevée que dans le métal fondu et le métal de base [Kals et al., 2009, Jandova et al., 2009]. La microstructure de la CGHAZ est observable sur la Figure 3-8. D'après la micrographie, on évalue les tailles d'anciens grains austénitiques entre 80 à 100 µm.

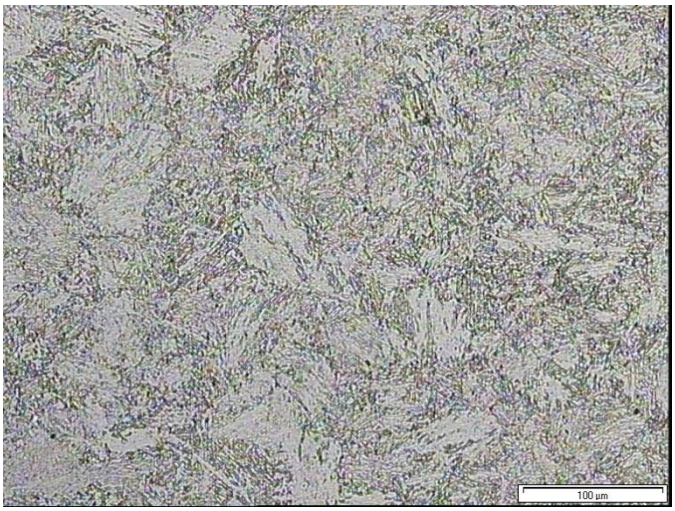


Figure 3-8 : Micrographie optique de la CGHAZ du joint soudé avec produit d'apport Thermanit MTS 616.

Plus loin de la ligne de fusion, on observe une zone soumise à une température maximale légèrement supérieure à Ac_3, la FGHAZ. A cette température, au cours du cycle, de fins grains austénitiques germent à partir des joints de forte désorientation [Hasegawa et al., 2009]. La transformation austénitique est complète mais le temps de maintien inférieur et la température de pic plus basse semblent avoir empêché la croissance des grains. La taille moyenne de ces petits grains

mesurée par Mythili et al. [Mythili et al, 2003] sur un acier 9Cr-1Mo[2] est de 18 µm. Abe et al. [Abe et al., 2007] estiment la taille moyenne de grains de la FGHAZ d'un acier de Grade 92 inférieure à 10 µm. Le joint de son étude est formé par l'assemblage de tôles en aciers de 300 mm d'épaisseur, par procédé de soudage Gas Tungsten Arc (GTA) avec une énergie de soudage de 16,7 kJ/cm.

La microstructure de la FGHAZ est observable sur la micrographie de la Figure 3-9. Il est difficile d'estimer les tailles d'anciens grains austénitiques à partir de cette seule micrographie.

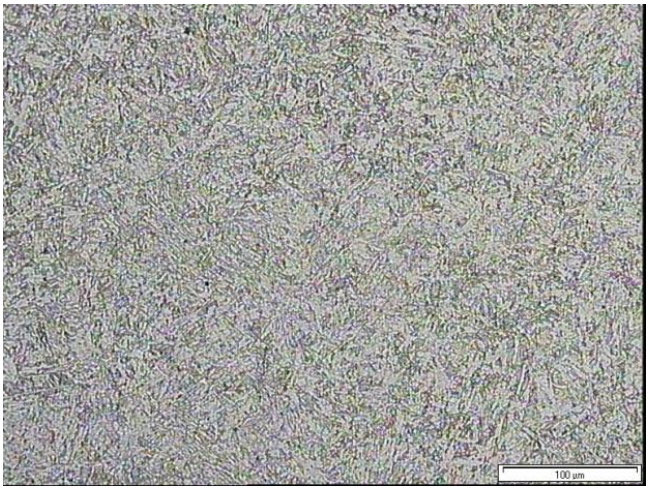
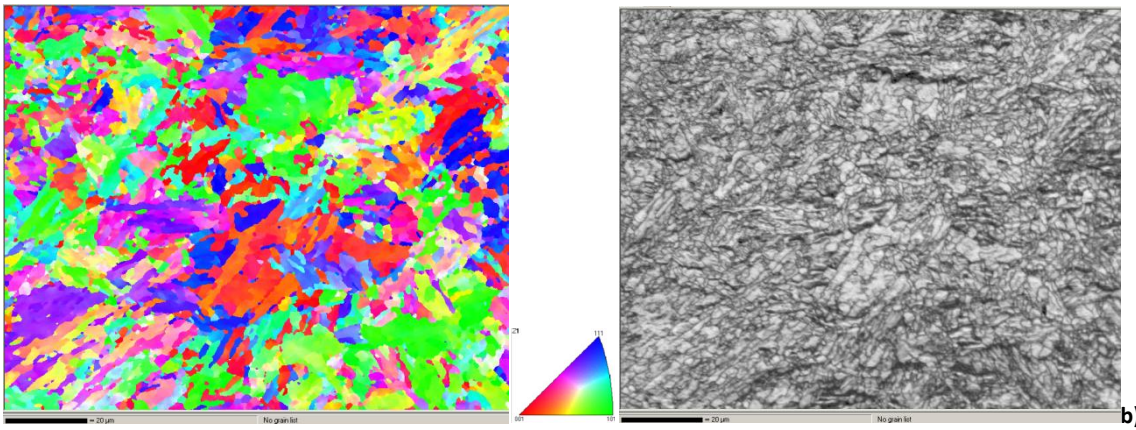


Figure 3-9 : Micrographie optique de la microstructure de la FGHAZ.

La Figure 3-10 présente une cartographie en IPF (orientation de la direction circonférentielle du tube dans le triangle standard du cristal de structure cubique centrée), la cartographie en contraste de bandes associée et quelques figures de pôles. Les dimensions de la cartographie sont de 123 µm*117 µm. La cartographie a été réalisée avec un pas de 150 nm.



[2] 0,356Mn, 0,072C, 0,021P, 0,265Si, 0,008S

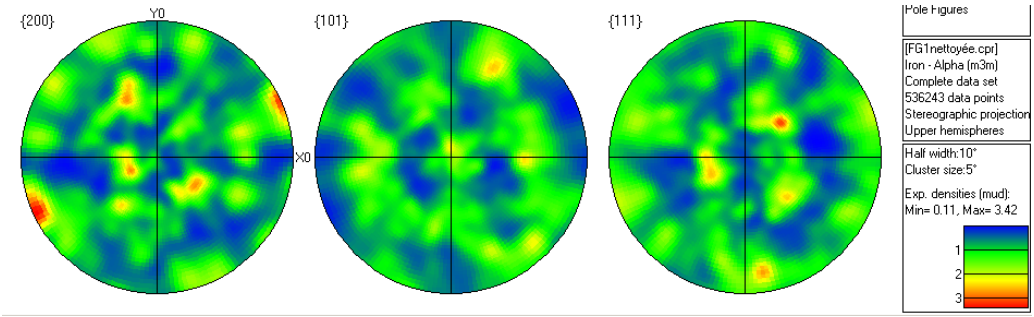


Figure 3-10 : cartographies de la FGHAZ : a) en IPF, b) en contraste de bande et c) Trois projections stéréographiques en isodensité.

Les tailles de blocs dans la FGHAZ sont inférieures à celles mesurées dans les autres zones du joint soudé. La taille moyenne des blocs mesurée sur cette cartographie à l'aide de la méthode des intercepts horizontaux est de 1,84 µm (l'écart-type vaut 1,7 µm). Le choix de la méthode de mesure de tailles de blocs et des paramètres de dépouillement a été présenté dans la partie 2.2.1.1. Les figures de pôle de la FGHAZ n'indiquent pas de texture particulière.

Au cours du cycle thermique de soudage, les fins carbures se dissolvent à nouveau dans la matrice. Cependant, le faible temps de passage à haute température dans la FGHAZ empêche la dissolution complète de certains gros carbures. Ceux-ci restent sous forme de carbures au niveau des anciens joints de grains austénitiques de fortes désorientations [Hasegawa et al., 2009]. En raison du grossissement des carbures et de la faible densité de dislocations, la microstructure de cette zone est restaurée en une microstructure de sous-grains polygonaux lors du traitement de détensionnement consécutif [Kasl et al., 2009]. Les carbures nouvellement formés à partir des anciens carbures non dissous, ont grossi. [Spigarelli et al., 2002, Hasegawa et al., 2009]. Leur efficacité en tant que stabilisateurs de la microstructure est réduite [Jandova et al., 2009].

Ainsi, dans la FGHAZ, on observe une structure de sous-grains de forme polygonale (Figure 3-11). La taille des sous-grains est plus grande que dans les autres zones du joint soudé. Cette zone présente une grande quantité de grosses particules mais la densité de fins carbures est plus faible que dans la CGHAZ [Kasl et al., 2009].

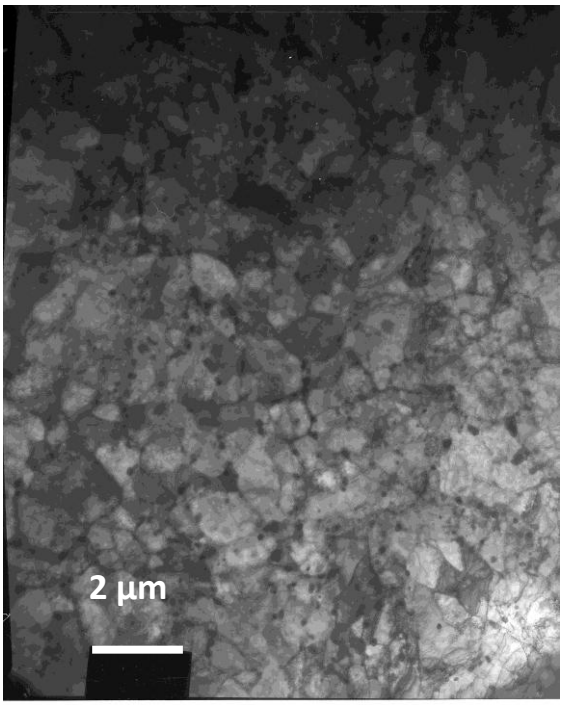


Figure 3-11 : cliché en champ clair de la sous-structure de la FGHAZ

La FGHAZ, zone de faible épaisseur (entre 0,5 et 1mm), n'est pas le lieu de rupture en fluage des joints soudés en acier Grade 92 à 550 °C et son comportement en fluage ne sera pas modélisé en tant que tel. Pour cette raison, sa microstructure n'a pas fait l'objet d'une étude quantitative.

Plus loin de la zone de fusion, on trouve l'ICHAZ, à proximité du métal de base, zone soumise à une température maximale comprise entre Ac_1 et Ac_3 au cours du soudage. La martensite revenue est partiellement transformée en austénite au cours du cycle thermique. La température est trop basse et le temps de maintien trop court pour permettre une dissolution complète des précipités [Jandova et al., 2009]. La microstructure de cette zone est observable sur la micrographie de la Figure 3-12. Elle est constituée de paquets et de blocs de lattes, et est très similaire à la microstructure du métal de base à cette échelle. Xue et al. [Xue et al., 2012] ont également constaté la ressemblance des microstructures du métal de base et de l'ICHAZ, observées sur des micrographies optiques.

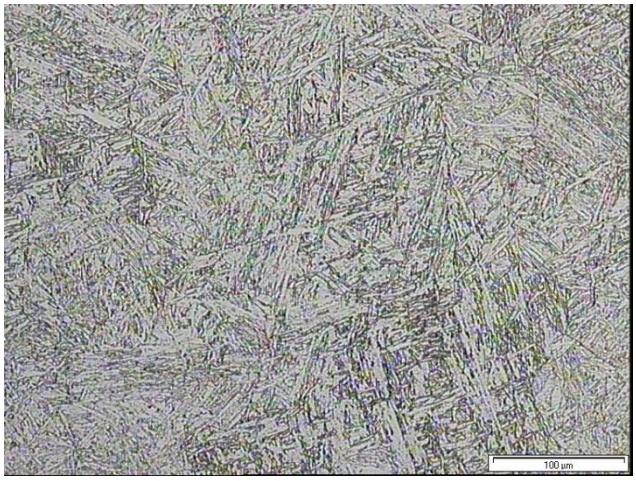


Figure 3-12 : micrographie optique de la microstructure de l'ICHAZ.

B. Kim et B. Lim [B. Kim B. Lim, 2008] ont évalué à 10 µm la taille moyenne des anciens grains austénitiques dans la FGHAZ et à 5,5 µm la taille moyenne des anciens grains dans l'ICHAZ, pour un acier P92. Le procédé utilisé est le soudage à l'arc à l'électrode enrobée.

Du fait de sa relative faiblesse en fluage, la zone intercritique a fait l'objet d'une caractérisation approfondie, détaillée dans la partie 3.3.

3.2.3 Densité de dislocations dans les différentes zones du joint soudé

Les densités de dislocations varient d'une zone à l'autre du joint soudé [Kasl et al., 2009, Jandova et al., 2009].

Jandova et al. [Jandova et al, 2009] ont mesuré la densité de dislocations dans les sous-grains dans les différentes zones d'un joint soudé Grade 91 après PWHT (750°C pendant 2h30) (Tableau 3-3). Les mesures ont été réalisées sur des micrographies obtenues par microscopie électronique en transmission. Le métal de base avait été austénitisé à 1050°C pendant 1,5 h, trempé à l'huile puis revenu à 750°C pendant 3,5h.

Zone du joint soudé	**Densité de dislocations (m^{-2})**
Métal de base	$2,7.\ 10^{14}$
CGHAZ	$2,7.10^{14}$ à $6,4.10^{14}$
Métal fondu	$1,0.10^{14}$ à $1,9.10^{14}$

Tableau 3-3 : densités de dislocations dans différents zones d'un joint soudé Grade 91 [Jandova et al., 2009].

Les densités de dislocations dans le métal de base et dans la zone fondue sont similaires. La CGHAZ est la zone qui comporte la plus grande densité de dislocations.

Les sous-grains dans la FGHAZ et l'ICHAZ sont très pauvres en dislocations. La Figure 3-13 illustre ce constat : la densité de dislocations dans l'ICHAZ est nettement inférieure à celle du métal de base.

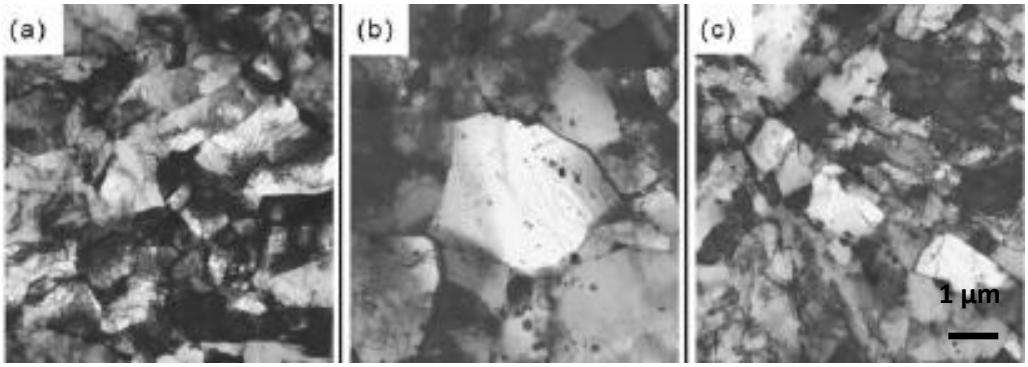


Figure 3-13 : Micrographies MET en champ clair de l'évolution de la microstructure d'un joint soudé Grade 91 à l'état de réception a) métal de base, b) ICHAZ, et c) métal fondu [Watanabe et al., 2006].

3.2.4 Précipités

Vivier [Vivier, 2009] a montré que les précipités dans un joint soudé Grade 91 de forte épaisseur (procédé de soudage à l'arc submergé SAW) sont du même type que ceux observés dans le métal de base. Les MX sont toujours répartis aléatoirement à l'intérieur des lattes.

Vivier [Vivier, 2009] a tenté de mesurer les tailles des deux types de précipités ($M_{23}C_6$ et MX) dans la CGHAZ d'un joint soudé Grade 91, par des observations au MEB sur répliques extractives (Figure 3-14). Les tailles sont comparables à celles mesurées dans le métal de base. Il évoque des difficultés rencontrées pour récupérer les précipités de petite taille, ainsi il n'a estimé que les tailles maximales de chaque type de précipités. Les plus gros $M_{23}C_6$ sont estimés à 600 nm et les plus gros MX à 40 nm.

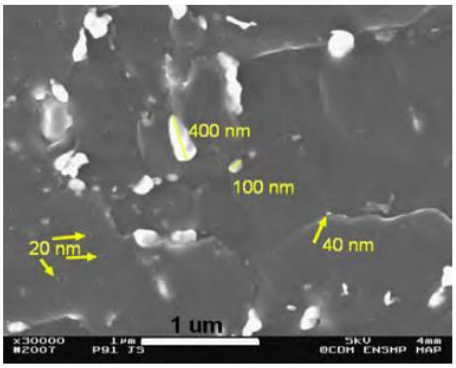
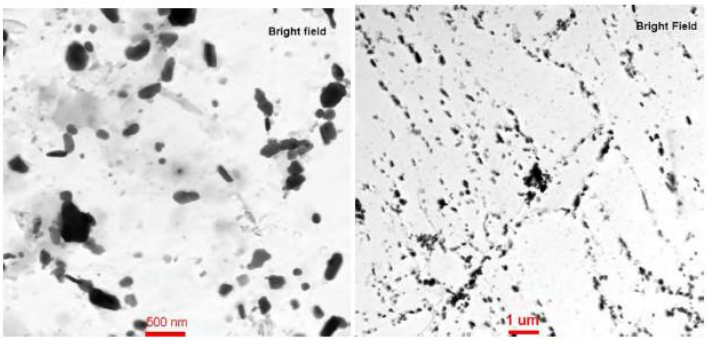


Figure 3-14 : estimation des tailles de quelques précipités observés sur répliques extractives (MEB) CGHAZ [Vivier et al., 2009].

Des observations au MET lui ont permis de caractériser la forme des précipités (Figure 3-15).



(a) ICHAZ (b) CGHAZ

Figure 3-15 : Micrographies MET sur répliques extractives prélevées dans un joint soudé en acier Grade 91 [Vivier, 2009].

Les $M_{23}C_6$ sont de forme allongée, probablement en forme de bâtonnets et les MX de forme circulaire, supposés sphériques.

3.3 Caractérisation microstructurale de la zone intercritique

3.3.1 Caractérisation à l'échelle du bloc de lattes

Dans la suite de l'étude, l'ICHAZ sera appelée zone adoucie. Nous verrons par la suite que la température maximale subie par la zone adoucie au cours du cycle de soudage se situe effectivement dans le domaine intercritique.

Cette partie présente une étude comparative quantitative des microstructures de la zone adoucie et du métal de base détensionné à l'échelle du bloc de lattes. L'objectif est de caractériser la microstructure de la zone adoucie et plus particulièrement de déterminer les différences microstructurales entre les deux zones afin d'interpréter les différences de propriétés en fluage. La caractérisation s'est basée sur des cartographies EBSD.

Quatre cartographies EBSD de la zone adoucie ont été réalisées pour caractériser les blocs de lattes. Leurs caractéristiques sont données dans le Tableau 3-4. Les cartographies de la zone adoucie sont repérées sur la cartographie de dureté du joint soudé, Figure 3-16.

Zone	Nom de la cartographie	Pas d'analyse (nm) (grille carrée)	Dimensions de la cartographie (µm×µm)	% de pixels non indexés
Zone adoucie	ZA1	150	165,6×159,6	5,4
	ZA2	150	134,85×135,75	13,0
	ZA3	150	163,65×102,15	3,0
	ZA4	150	156,75×124,8	5,8

Tableau 3-4 : cartographies réalisées dans la zone adoucie du joint soudé avec produit d'apport Thermanit MTS 616.

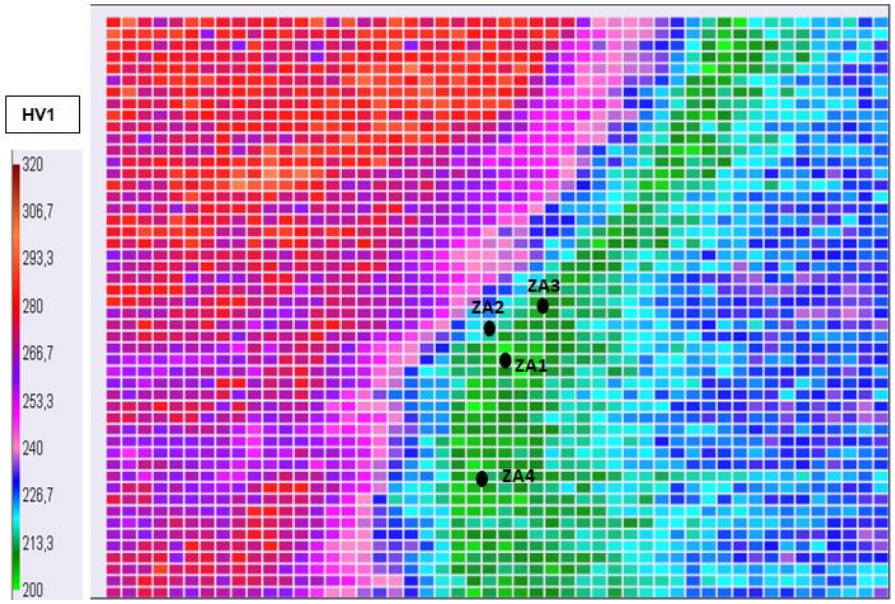


Figure 3-16 : cartographie de dureté du joint soudé avec produit d'apport Thermanit MTS 616. Les points noirs indiquent l'endroit où les cartographies EBSD ont été réalisées.

Les Figure 3-17 à 3.20 présentent les différentes cartographies réalisées dans la zone adoucie. Les caractéristiques de ces cartographies, la procédure d'acquisition et la méthode de dépouillement sont identiques à celles utilisées pour le métal de base et décrite dans le chapitre 2.2.1.1. De la même manière que pour la caractérisation microstructurale du métal de base, pour chaque zone sont données les cartographies en IPF (orientation de la direction circonférentielle du tube (axe du cordon) dans le triangle standard du cristal de structure cubique centrée), en angles d'Euler et en contraste de bandes. Les cartographies des désorientations des grains et les figures de pôles sont également présentées.

La surface de la cartographie ZA1 (Figure 3-17) présente des rayures. Ces zones ont été mal indexées et ont fait l'objet d'un traitement particulier dans l'étape de reconstruction. Elles apparaissent en blanc sur les cartographies. La présence de ces défauts ne modifie probablement pas les distributions de tailles de grains obtenues. Par conséquent, cette cartographie a été gardée dans la base de données analysée.

D’après ces cartographies et les cartographies faites dans le métal de base, aucune différence notable de morphologie des blocs entre les deux zones n’est constatée. On observe une morphologie en lattes, caractéristique de la microstructure martensitique.

La cartographie ZA2 semble présenter une morphologie légèrement différente, des blocs plus « arrondis ». Cela est lié au remplissage des points non indexés, estimés à 13% du nombre total de points. Le nombre de points non indexés est relativement élevé par rapport à la plupart des autres cartographies. Cette cartographie a toutefois été conservée pour l’étude statistique des tailles de blocs.

Certaines cartographies ne présentent pas de texture particulière. Cependant, les figures de pôles des cartographies ZA2 et ZA3 présentent des ensembles de maxima. Ces deux cartographies contiennent peu d’anciens grains austénitiques. Les maxima apparaissent du fait des relations d’orientation entre l’austénite et la martensite mais ne sont probablement pas représentatifs de l’ensemble de la texture de la zone adoucie.

Les cartographies des désorientations aux joints (avec seuil bas à 5°) révèlent une prépondérance des joints désorientés de plus de 40°, comme le prévoit la relation G-T.

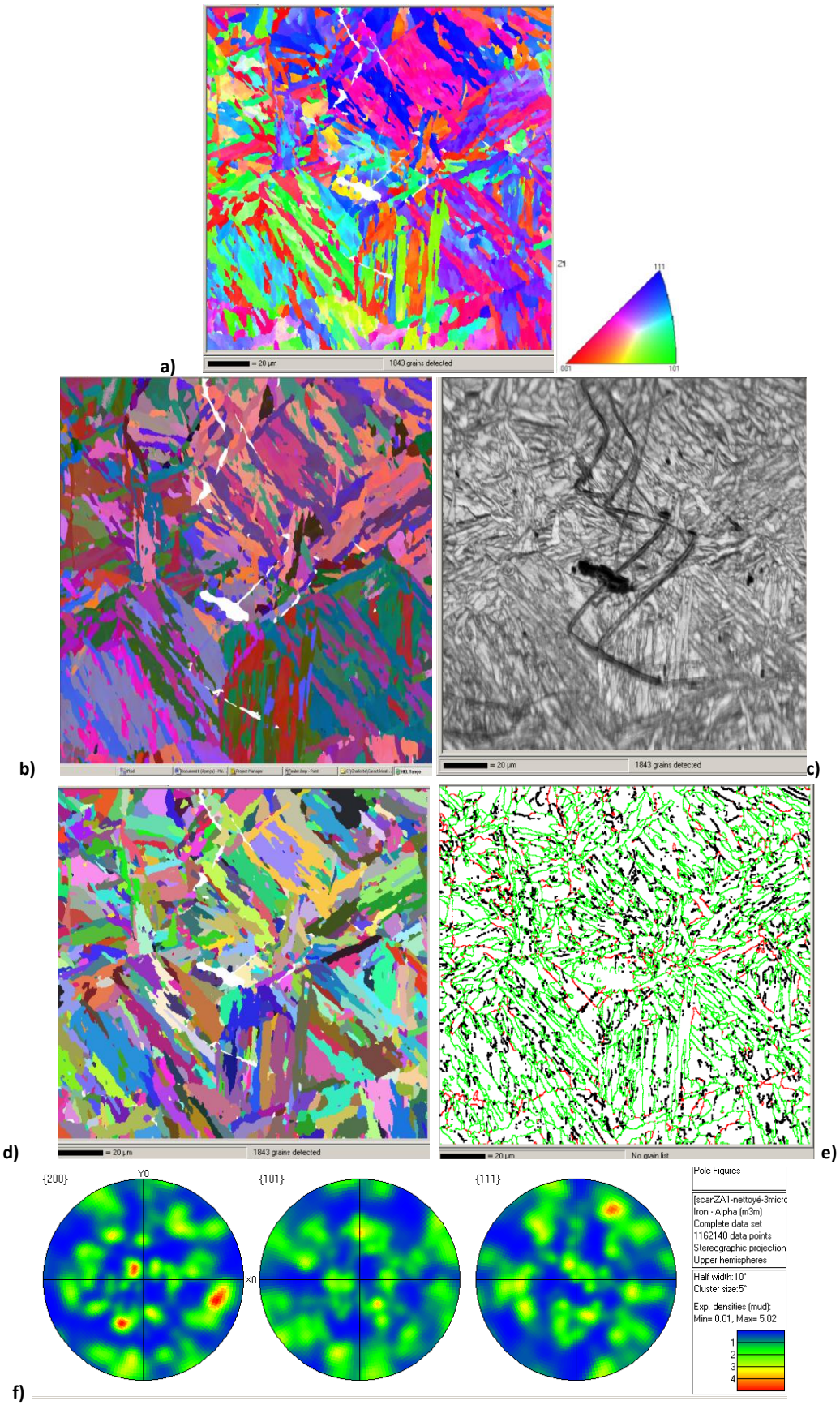
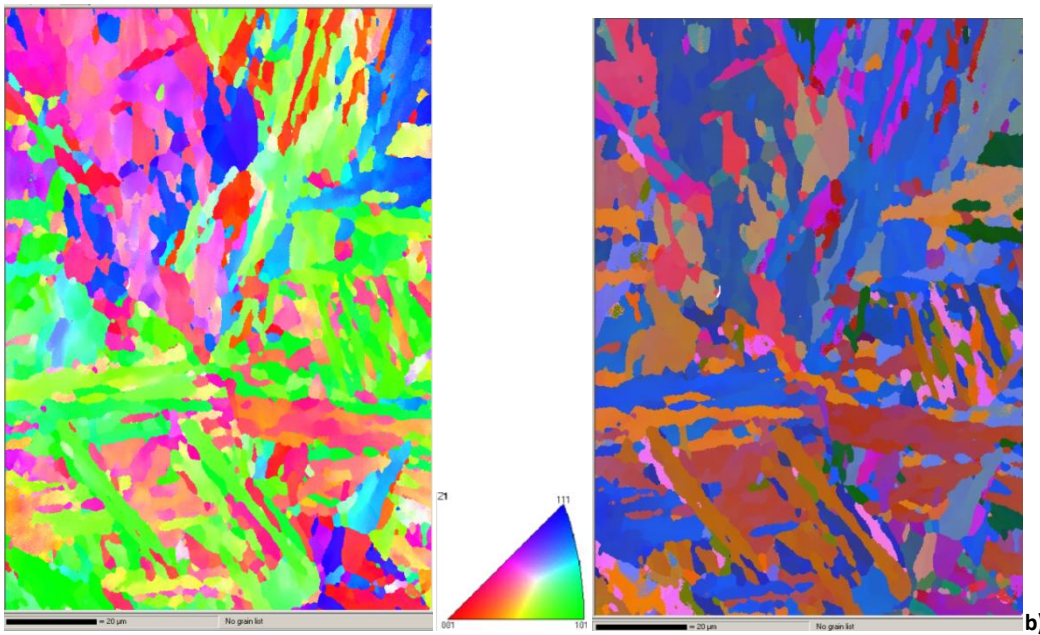


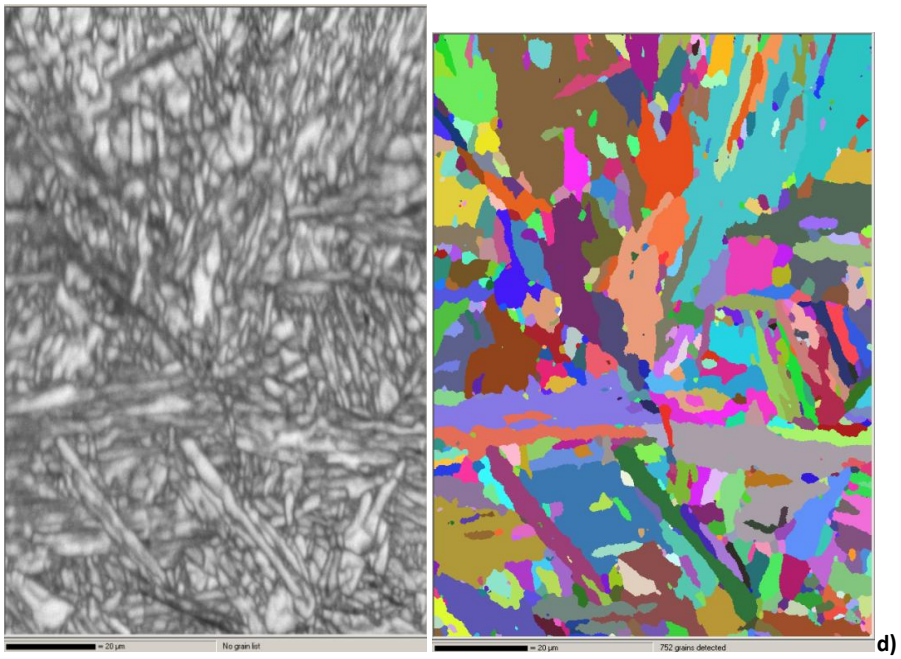
Figure 3-17 : cartographies de ZA1 : a) en IPF, b) en angles d'Euler et en c) contraste de bande. d) Cartographie des grains détectés en couleurs aléatoires. e) Cartographies des joints désorientés de plus de 5° (en noir), 10° (en rouge) et 40°(en vert). f) Trois projections stéréographiques en isodensité.

a)



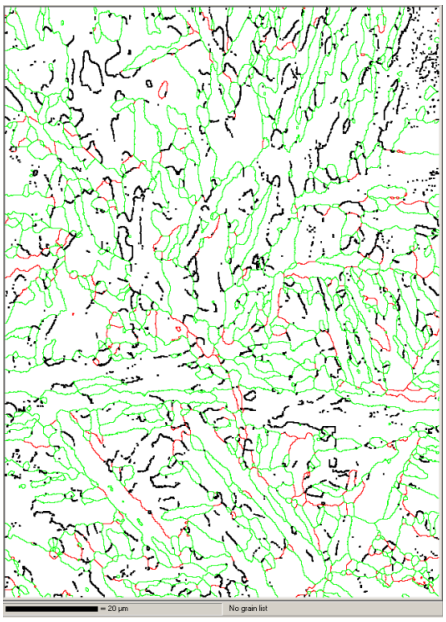
b)

b)



d)

e)



f)

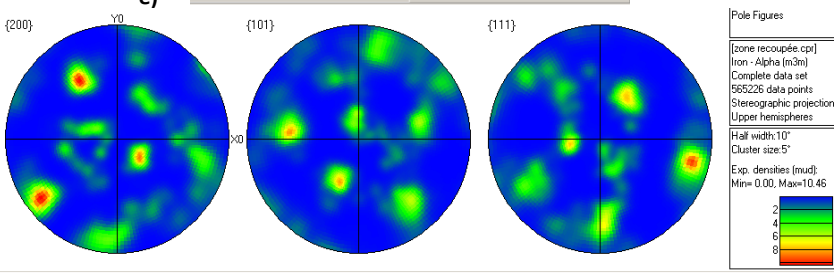
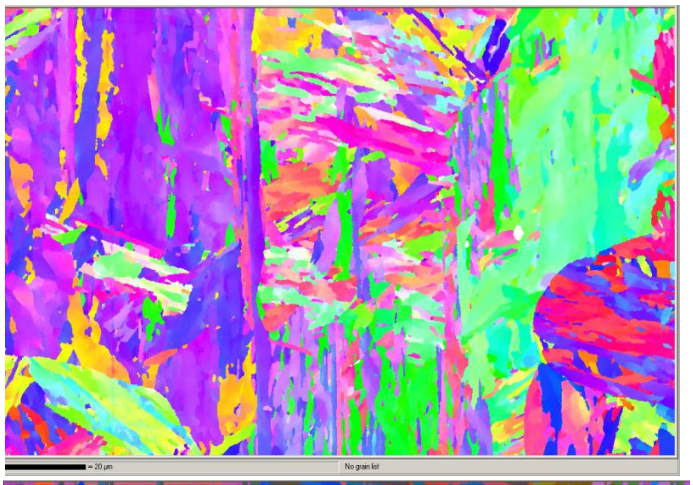


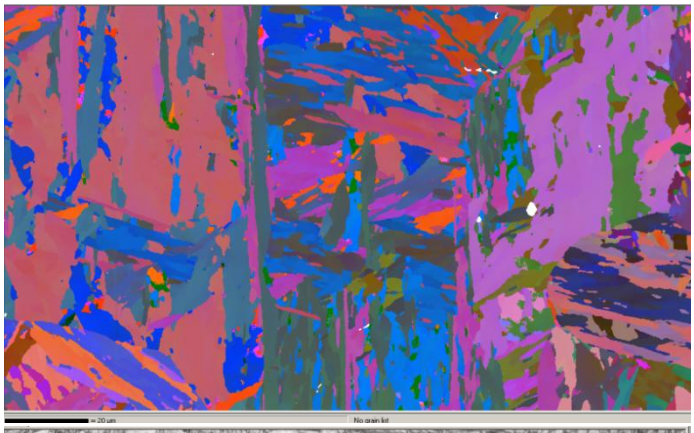
Figure 3-18 : cartographies de ZA2 : a) en IPF, b) en angles d'Euler et en c) contraste de bande. d) Cartographie des grains détectés en couleurs aléatoires. e) Cartographies des joints désorientés de plus de 5° (en noir), 10° (en rouge) et 40°(en vert). f) Trois projections stéréographiques en isodensité.

a)

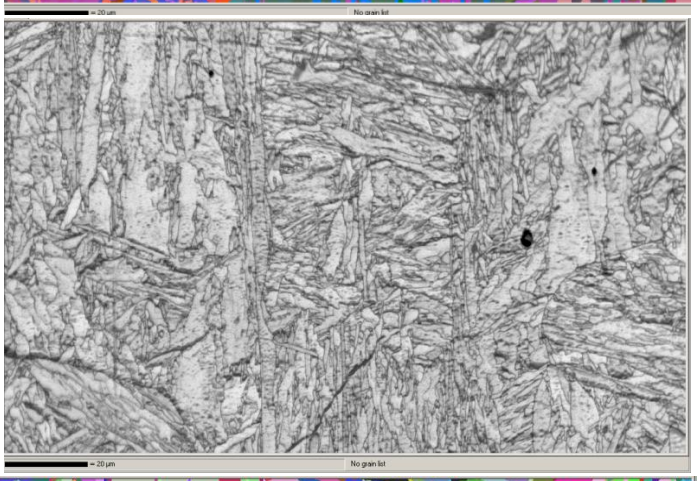

20 µm
No grain list

Z1
111
001
101

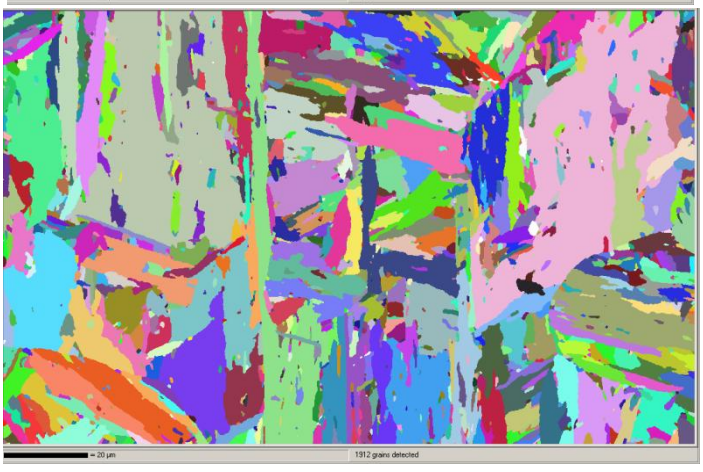
b)


20 µm
No grain list

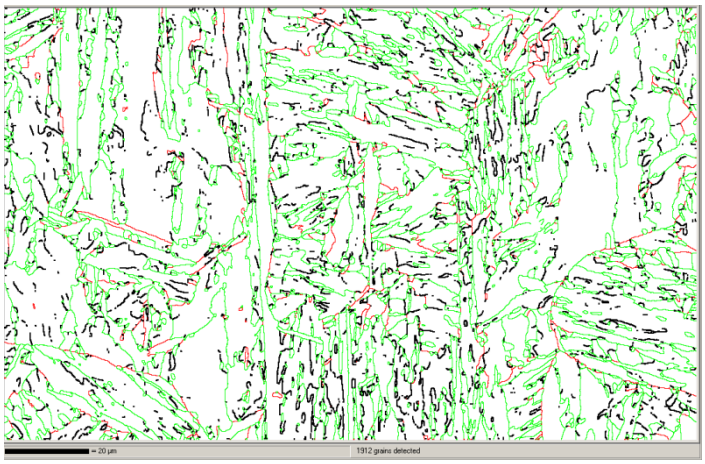
c)


20 µm
No grain list

d)


20 µm
1912 grains detected

e)



f)

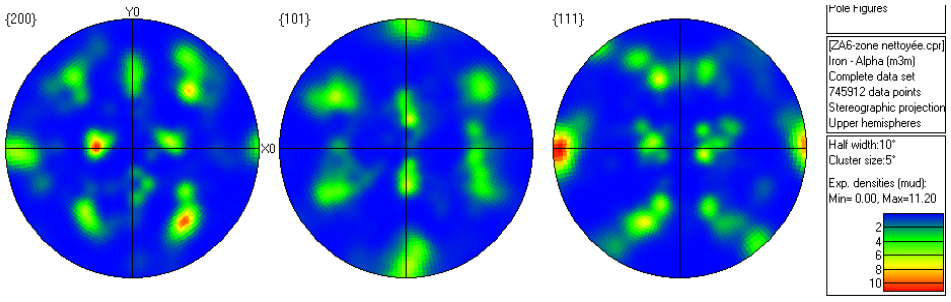


Figure 3-19 : cartographies de ZA3 : a) en IPF, b) en angles d'Euler et en c) contraste de bande. d) Cartographie des grains détectés en couleurs aléatoires. e) Cartographies des joints désorientés de plus de 5° (en noir), 10° (en rouge) et 40°(en vert). f) Trois projections stéréographiques en isodensité.

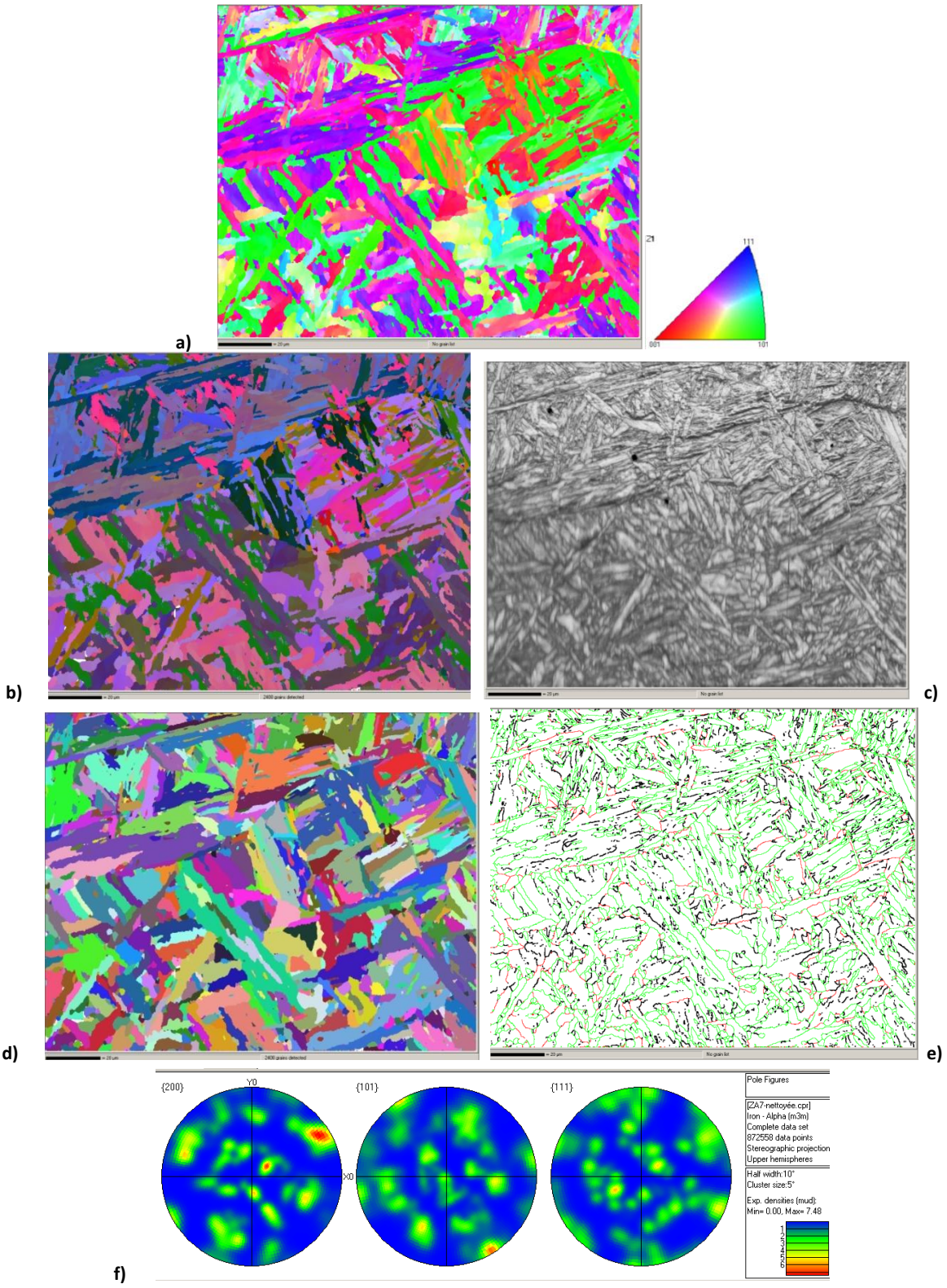


Figure 3-20 : cartographies de ZA4 : a) en IPF, b) en angles d'Euler et en c) contraste de bande. d) Cartographie des grains détectés en couleurs aléatoires. e) Cartographies des joints désorientés de plus de 5° (en noir), 10° (en rouge) et 40°(en vert). f) Trois projections stéréographiques en isodensité.

3.3.1.1 Etude des distributions de taille de blocs dans la zone adoucie

Les distributions de tailles de blocs de la zone adoucie, mesurées par la méthode des « intercepts » horizontaux sur les quatre cartographies, sont comparées sur la Figure 3-21. Les courbes tracées correspondent aux fonctions de distributions cumulées. La série de l'ensemble des données concaténées a également été tracée, et appelée par la suite ZA-total.

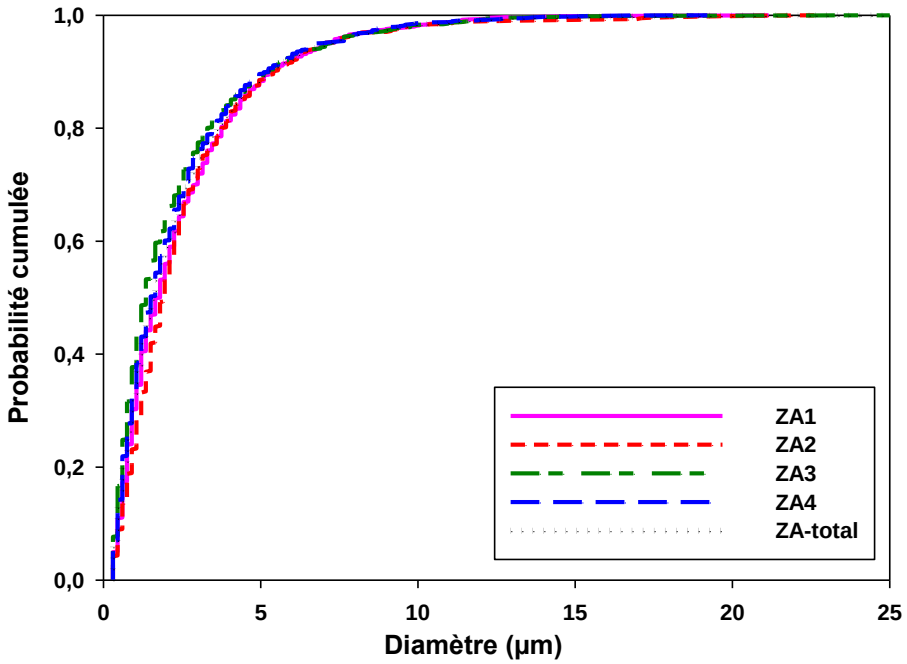


Figure 3-21 : distributions des tailles de blocs mesurées sur les quatre cartographies de la zone adoucie, comparées avec la distribution de la série ZA-total.

Les cinq distributions sont très proches les unes des autres. L'absence d'effet apparent d'échantillonnage d'une cartographie à l'autre suggère que ces cartographies seraient de dimensions suffisamment grandes pour décrire d'une manière représentative la distribution des tailles de grains dans la zone adoucie.

Les paramètres statistiques des séries de données de tailles de blocs de la zone adoucie, évaluées par la méthode des « intercepts », sont donnés dans le Tableau 3-5.

Cartographies	Nombre de blocs mesurés	Moyenne (µm)	Ecart-type (µm)	Coefficient d'asymétrie	Valeurs minimales/ maximales (µm)
ZA1	1110	2,5	2,4	2,3	0,3/21,2
ZA2	575	2,6	2,6	3,1	0,3/22,7
ZA3	1003	2,2	2, 5	2,8	0,3/25,2
ZA4	1318	2,3	2,3	2,4	0,3/19,2
ZA-total	4006	2,4	2,4	2,6	0,33/25,2

Tableau 3-5 : différents paramètres statistiques évalués pour chaque série de données de tailles de blocs de la zone adoucie.

On constate que les moyennes et les écarts-types de chaque série de données sont très proches, ce qui suggère des allures de distributions analogues.

Les coefficients d'asymétrie sont tous positifs. Des tailles de grains élevées, très supérieures à la moyenne sont donc mesurées. Ce résultat est confirmé par les valeurs des bornes supérieures, nettement plus grandes que les valeurs moyennes additionnées de l'écart-type.

Comme cela a été évoqué dans la partie où la caractérisation microstructurale du métal de base est présentée, des tests statistiques ont été réalisées afin d'évaluer l'adéquation entre les distributions. La fiabilité de ces tests pour l'étude de distributions de tailles d'entités microstructurales est mise en doute. Les résultats de ces tests sont donc reportés en annexe.

Pour la suite de l'étude, la série ZA-total est choisie comme distribution de référence des tailles de blocs dans la zone adoucie.

3.3.1.2 Comparaison des distributions dans le métal de base détensionné et dans la zone adoucie

Les deux distributions expérimentales de tailles de blocs dans les deux zones, ZA-total et MB-total, sont représentées en probabilités cumulées sur le graphique de la Figure 3-22.

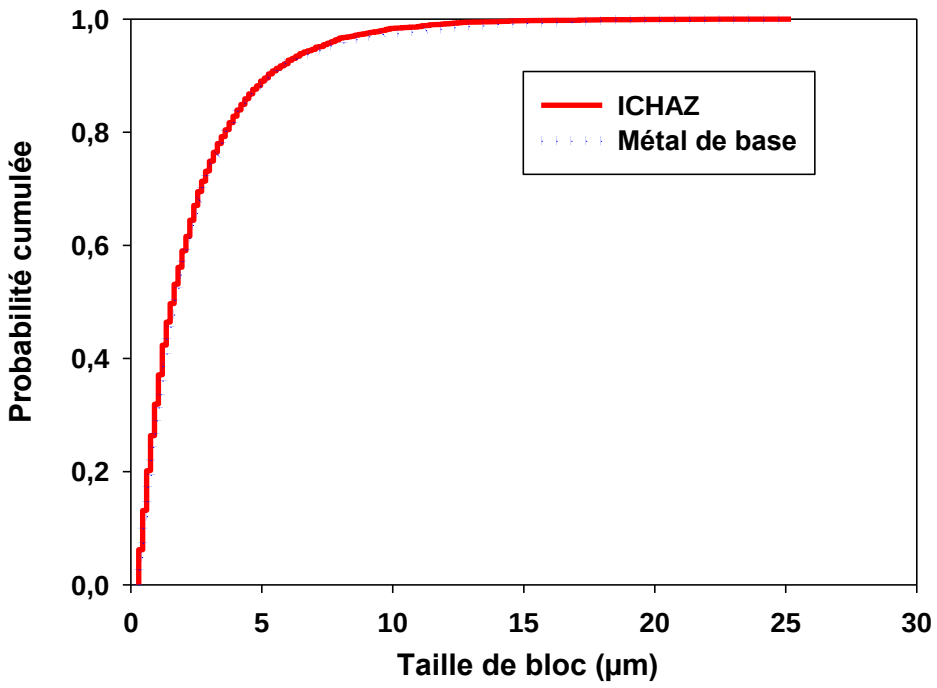


Figure 3-22 : distribution des données de MB-total comparée avec la distribution de la série ZA-total.

Les deux distributions sont très proches, pratiquement superposées au vu de la Figure 3-22. On peut en déduire que les distributions des tailles de blocs dans ces deux zones sont identiques.

3.3.1.3 Tailles de blocs : conclusions

A travers cette première partie de l'étude, différents constats ont été faits.

La représentativité des distributions de tailles de blocs dans la zone adoucie a été établie. La plupart des cartographies réalisées sont de tailles suffisamment grandes et fournissent un échantillonnage représentatif des distributions de tailles de blocs dans la zone adoucie. Les figures de

pôles de ZA1 et ZA4 ne présentent pas de texture particulière, à l'inverse des cartographies ZA2 et ZA3, ce qui montre que ZA2 et ZA3 contiennent peu d'anciens grains austénitiques. Ce constat suggère que pour obtenir une distribution de tailles de blocs représentative, il n'est pas nécessaire que la cartographie comporte beaucoup d'anciens grains austénitiques. Afin de disposer d'une distribution représentative de la texture du matériau, il est toutefois essentiel que la cartographie ne présente pas une orientation morphologique préférentielle et donc qu'elle comporte plus d'un grain austénitique.

Les distributions de tailles de blocs dans le métal de base et dans la zone adoucie, mesurées à l'aide de la méthode des « intercepts », ont été comparées. L'étude n'a pas révélé de différences significatives entre les deux distributions, malgré le passage par la phase austénitique. Les tailles moyennes de blocs dans le métal de base et dans la zone adoucie obtenues expérimentalement, sont respectivement de 2,5 µm et 2,38 µm.

3.3.1.4 Etudes des distributions de facteur de forme

Les distributions des données de facteurs de forme dans la zone adoucie ont également été comparées entre elles, ainsi qu'avec la série des données assemblées, ZA-total (Figure 3-23).

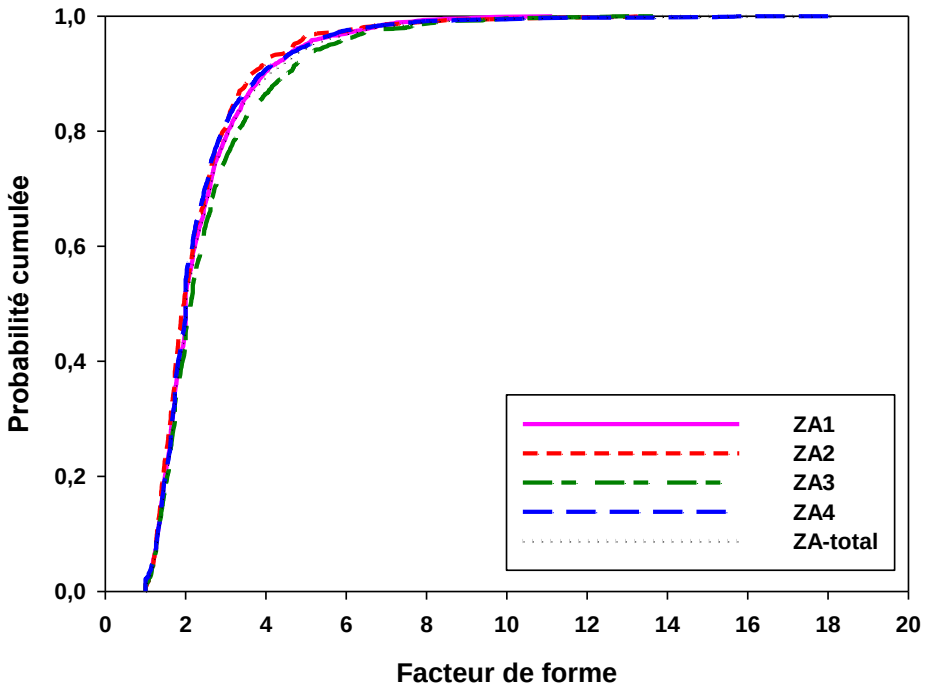


Figure 3-23 : distributions des facteurs de forme mesurées sur les quatre cartographies de la zone adoucie, comparées avec la distribution de la série ZA-total.

Les courbes sont très proches. Les distributions semblent à première vue représentatives d'une même distribution de probabilité de facteurs de forme en zone adoucie.

Les moyennes et écarts-types de ces cinq distributions sont également très proches (Tableau 3-6).

Cartographies	Nombre de blocs mesurés	Moyenne	Ecart-type	Coefficient d'asymétrie	Valeurs minimales/ maximales
ZA1	2131	2,4	1,3	2,3	1/11,1
ZA2	732	2,4	1,4	3,4	1/13,5
ZA3	1892	2,6	1,5	2,4	1/13,7
ZA4	2357	2,4	1,5	3,8	1/18,2
ZA-total	7112	2,5	1,4	2,9	1/18,2

Tableau 3-6 : données statistiques obtenues à partir des séries de données de facteurs de forme de la zone adoucie.

Les valeurs positives des coefficients d'asymétrie indiquent que les distributions présentent des valeurs de facteurs de forme relativement élevées.

Les résultats des tests statistiques sont présentés en annexe.

La série ZA-total semble assez grande pour décrire les distributions de facteurs de forme en zone adoucie sans effet d'échantillonnage, du moins si l'on considère que la zone adoucie est « homogène » à l'échelle de quelques centaines de micromètres. Elle est utilisée par la suite comme distribution de référence pour représenter la répartition des facteurs de forme dans la zone adoucie.

Les distributions de référence des deux zones sont ensuite comparées (Figure 3-24).

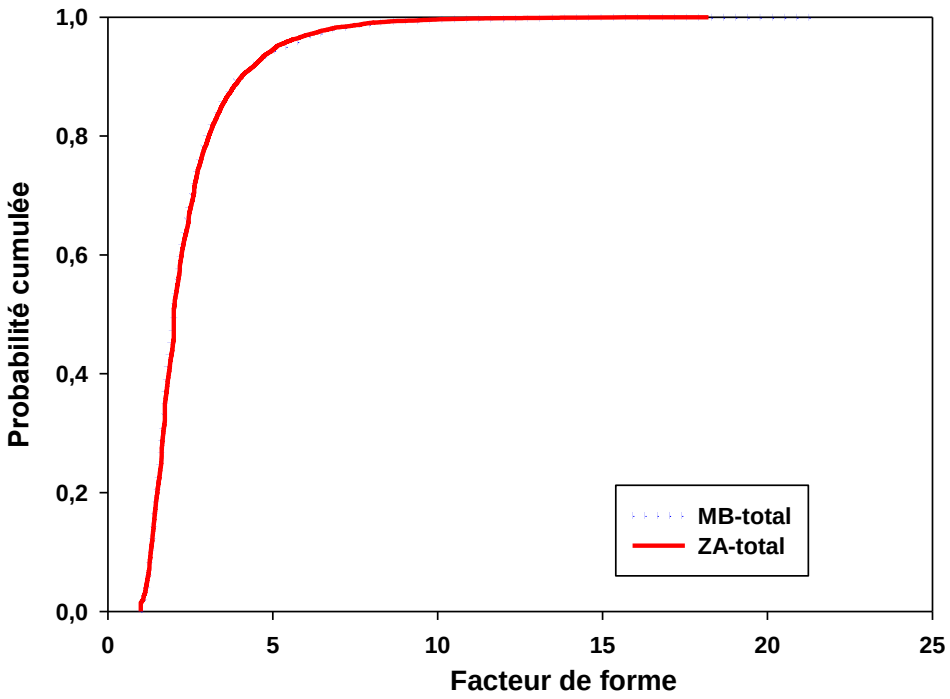


Figure 3-24 : distributions des facteurs de forme des séries de données de référence MB-total et ZA-total.

Les courbes sont pratiquement superposées. Ce constat indique que les deux zones possèdent des géométries de blocs obéissant à la même distribution statistique de facteurs de forme.

Dans cette deuxième partie de l'étude, la représentativité des distributions de facteurs de forme dans la zone adoucie a été établie. Les cartographies sont suffisamment étendues pour être représentatives des distributions facteurs de forme dans les zones étudiées.

L'étude comparative appliquée aux distributions des données de facteurs de forme concaténées n'a pas permis de mettre en avant de différences évidentes entre ces distributions. Les géométries de blocs des deux zones sont similaires. Les blocs sont légèrement allongés (facteur de forme moyen de 2,4 environ), sur ces vues en deux dimensions.

3.3.1.5 Etude des désorientations

Les distributions des désorientations entre les deux zones, métal de base et zone adoucie, ont été comparées afin de déterminer s'il existait des différences dans l'agencement des blocs de lattes ou dans la densité de sous-joints. Ces deux paramètres sont en effet aisément représentables, de manière automatisée, via les histogrammes de désorientation entre pixels d'une cartographie par EBSD.

En premier lieu, les désorientations corrélées (entre pixels adjacents) ont été considérées.

Les distributions des désorientations dans la zone adoucie sont présentées sur la Figure 3-25. De même que pour les distributions de désorientations dans le métal de base présentées dans la partie 2.2.1.5, les courbes correspondent à l'enveloppe des histogrammes des désorientations, d'une largeur de classe de 1°. Les données traitées ont été seuillées à une désorientation minimale de 2°.

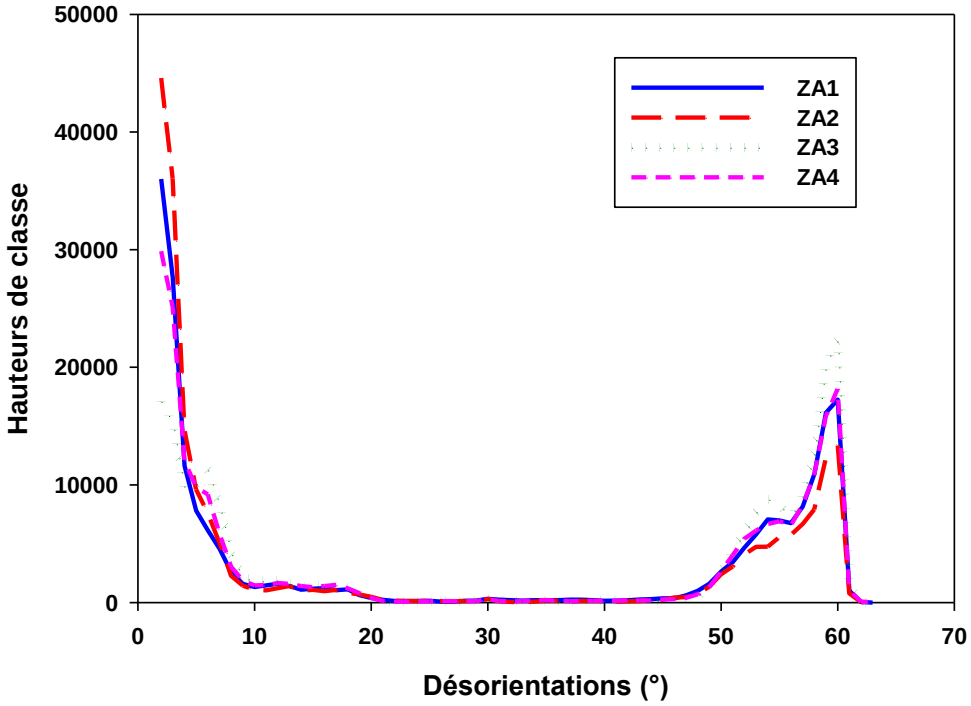


Figure 3-25 : distribution des désorientations corrélées mesurées sur les quatre cartographies de la zone adoucie.

De même que pour l'étude faite dans le métal de base, les hauteurs de classe ont préalablement été pondérées par le rapport entre le nombre de données de la cartographie considérée et le nombre de données de la plus grande cartographie (en l'occurrence ZA1).

Les courbes issues des différentes cartographies sont similaires et présentent la même position des pics de désorientations et des hauteurs relatives de pics similaires.

Ces distributions sont donc représentatives de la distribution des désorientations dans la zone adoucie. Les séries des données de désorientations ont été concaténées et la série de données résultante, considérée comme distribution de référence dans la zone adoucie, est encore appelée ZA-total.

Les distributions de référence du métal de base et de la zone adoucie, ont été comparées entre elles (Figure 3-26).

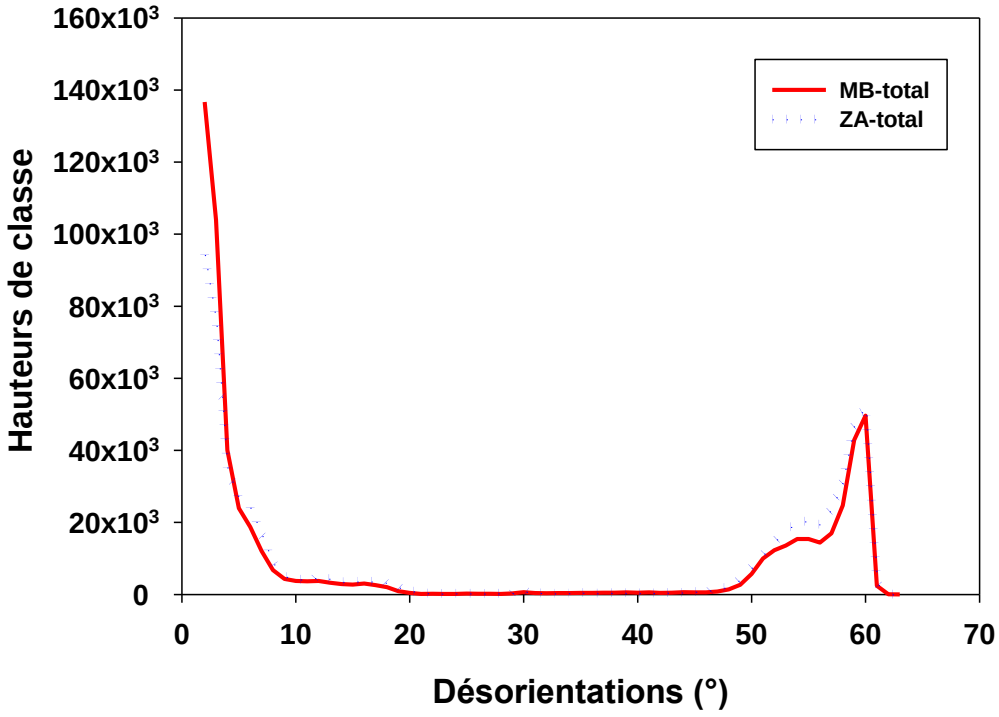


Figure 3-26 : distributions des désorientations corrélées des deux séries de données MB-total et ZA-total.

Aucune différence sigificative n'est observable entre ces deux distributions. On observe des pics de désorientations identiques : un grand nombre de désorientations inférieures à 5° (ce nombre variant fortement d'une cartographie à l'autre, les écarts ne sont pas considérés comme significatifs), et des pics autour de 55° et 60°. Ces derniers sont en accord avec les désorientations prédites par la relation d'orientation de Greninger-Troiano (GT).

Les désorientations non corrélées (entre tous les pixels) entre les deux zones ont également été comparées.

Les distributions obtenues pour toutes les cartographies de la microstructure de la zone adoucie ont été concaténées et la distribution résultante est appelée ZA-total. Les distributions complètes, appelées MB-total et ZA-total, sont comparées sur le graphique de la Figure 2-18.

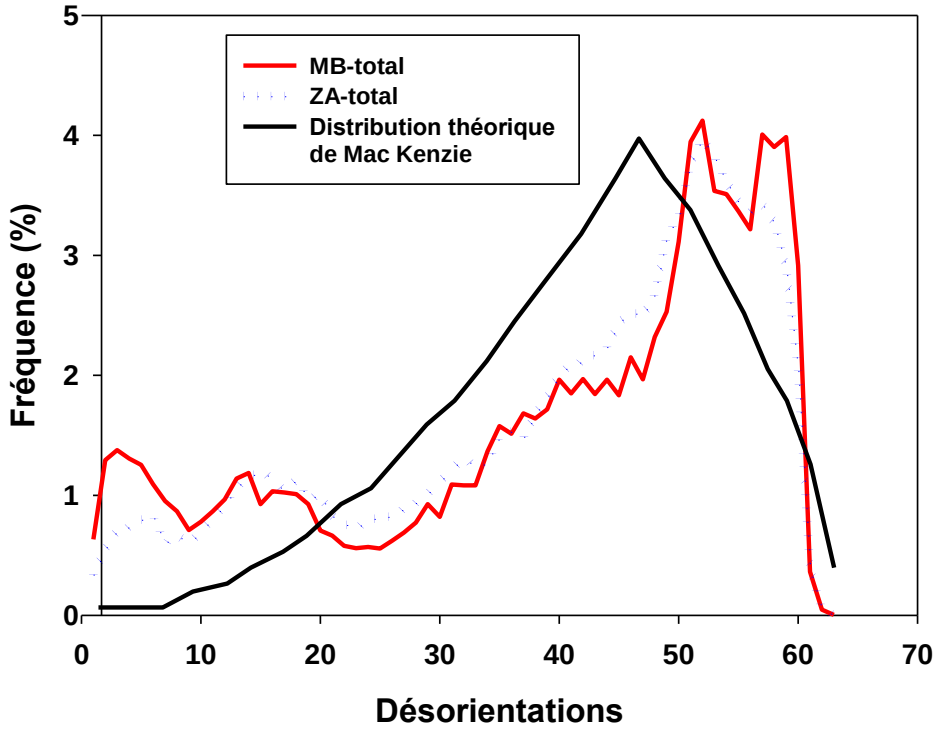


Figure 3-27 : distributions des désorientations non corrélées des deux séries de données MB-total et ZA-total, comparées à la distribution théorique de Mackenzie [MacKenzie, 1985].

Aucune différence notable n'est constatée entre ces deux distributions.

De même que la distribution des désorientations entre blocs dans le métal de base, la distribution des désorientations entre blocs dans la zone adoucie ne suit pas la distribution théorique établie par Mac Kenzie [MacKenzie, 1985]. Les distributions présentent un certain nombre de sous-joints et un maximum de désorientations situé vers 55-60°.

3.3.1.6 Discussion

Cette étude quantitative a révélé qu'il n'y avait pas de différences significatives de tailles et de facteurs de forme de blocs entre le métal de base et la zone adoucie.

Au cours de l'opération de soudage, la zone adoucie ou zone intercritique (ICHAZ) a subi des températures maximales comprises (pour la vitesse de chauffage considérée) entre Ac_1 et Ac_3. Ainsi, cette zone a été partiellement réausténitisée.

La zone à petits grains (FGHAZ), située à proximité de la zone adoucie, a été complètement réausténitisée au cours du soudage mais à des températures légèrement au dessus de Ac_3 et pendant un temps très court. Cette zone ne fissurera pas au cours d'essais de fluage à 550°C et ne fait donc pas l'objet de notre étude. Néanmoins, au cours du soudage, l'ICHAZ et la FGHAZ ont subi des températures maximales proches pendant une durée identique. Ainsi, on peut supposer que les tailles d'anciens grains austénitiques sont du même ordre de grandeur, ou du moins que les anciens grains austénitiques dit « de soudage » (c'est-à-dire formés au cours du soudage) de l'ICHAZ sont de taille inférieure à celle des anciens grains formés dans la FGHAZ.

Le faible temps de maintien en température et la présence d'anciens précipités non dissous limitent la croissance des nouveaux grains austénitiques formés dans ces deux zones [Laha et al., 1994, Gaffard, 2005].

Comme cela a été évoqué précédemment, la taille des anciens grains austénitiques du matériau de l'étude est estimée visuellement à environ 40 µm avec une dispersion importante. Ennis et ses collègues [Ennis et al., 1997] ont estimé la taille moyenne d'un ancien grain austénitique dans un acier P92 à environ 22 µm après 2h d'austénitisation à 1070°C.

Les différences de tailles moyennes entre les anciens grains austénitiques du métal de base et ceux nouvellement formés dans la zone adoucie, ne semblent pas suffisamment grandes pour modifier significativement les distributions de tailles de blocs dans la zone adoucie. Elle pourrait en revanche abaisser la taille d'une cartographie « statistiquement représentative » de la zone adoucie par rapport à celle du métal de base.

Les similitudes entre ces deux zones sont également très probablement liées à un autre phénomène, appelé « effet mémoire de l'austénite ». Du fait de la microtexture du métal de base, il existe très probablement un effet « mémoire » des anciens grains austénitiques du métal de base, qui rendrait l'orientation des grains austénitiques « de soudage » non aléatoire.

Grâce à des observations in situ, Liu et al. [Liu et al., 2010] ont pu observer ce phénomène sur un acier martensitique 13Cr-5Ni et proposent un mécanisme pour tenter de l'expliquer. L'effet « mémoire » de l'austénite se produit au cours des transformations de réversion. Liu et al. suggèrent que cet effet est lié à la formation d'une interface cohérente entre les « nouveaux » grains austénite formés au cours du chauffage et les lattes de martensite faiblement désorientées. La présence d'une interface cohérente limiterait le nombre de directions d'orientations possibles des nouvelles phases austénitiques, dont la croissance va ainsi être orientée dans la direction des grains austénitiques initiaux. Au cours du refroidissement, les paquets de martensite existants, déjà en relation d'orientation avec cette austénite de « soudage », vont croître de manière à retrouver leur géométrie initiale.

A l'extrême, il est également probable que les grains austénitiques « de soudage » soient proches (en termes d'orientation cristalline en un lieu donné) des anciens grains austénitiques du métal de

base. La microtexture de la zone adoucie formée après transformation martensitique serait alors très proche de celle du métal de base.

3.3.1.7 Conclusions

Le métal de base et la zone adoucie ont été comparés à travers l'étude de cartographies EBSD, en termes de distributions de tailles, de facteurs et de désorientations entre les blocs. Ces premiers résultats nous ont permis de caractériser quantitativement la microtexture en zone adoucie, dans l'optique de reproduire cette microstructure, ainsi que de comparer (toujours quantitativement) les microtextures du métal de base et de la zone adoucie.

Une méthodologie de dépouillement de ces cartographies a été mise en place afin d'une part de déterminer la méthode de mesure la plus représentative des distributions de tailles de blocs, et d'autre part pour comparer les deux microstructures. Cette méthodologie s'appuie sur des observations, sur des données qualitatives et quantitatives.

La nature log-normale des distributions de tailles de blocs a été vérifiée dans le métal de base, bien que ces « grains », issus de microstructures de trempe, se soient formés par des mécanismes très différents de ceux des transformations de phase diffusionnelles.

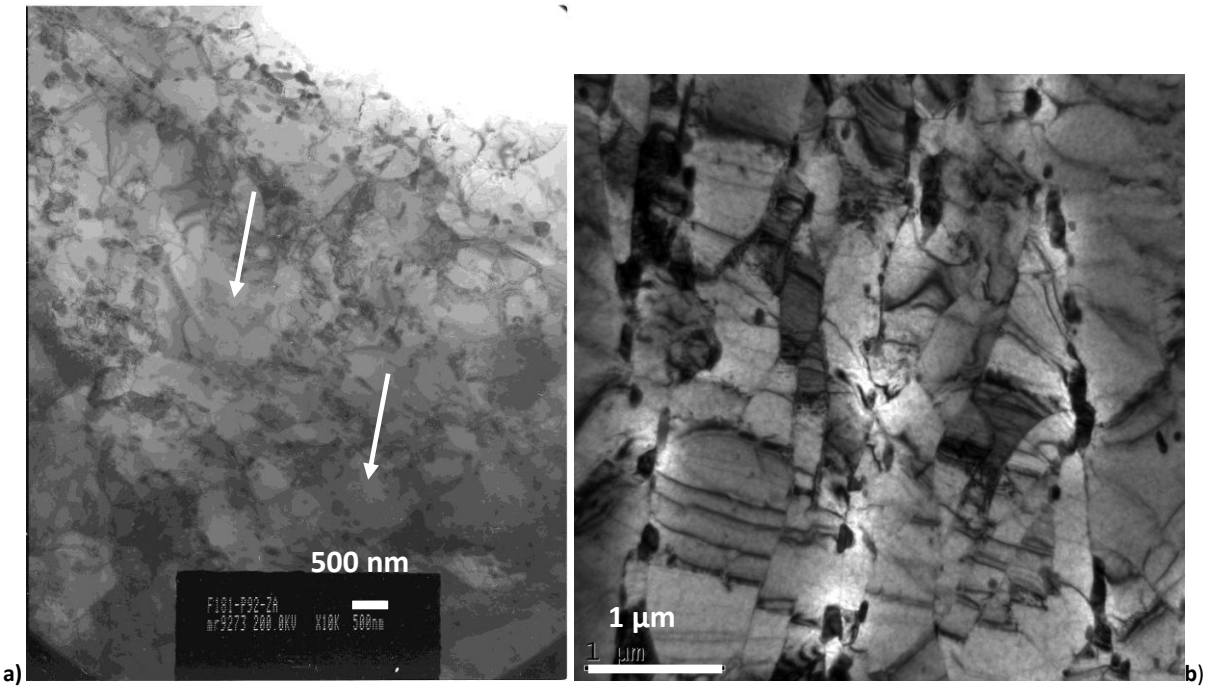
La taille moyenne d'un bloc en zone adoucie a été évaluée à 2,38 µm et le facteur de forme moyen à 2,4.

Aucune différence notable n'a été révélée entre les microstructures du métal de base et de la zone adoucie à l'échelle du bloc de lattes, que ce soit pour la taille et la forme des blocs ou pour les distributions de désorientations cristallines.

Du fait que la résistance au fluage du métal de base et de la zone adoucie sont très différentes et que la microtexture de ces deux zones semblent indiscernables à l'échelle de l'EBSD au microscope électronique à balayage, la caractérisation microstructurale doit être poursuivie à une échelle plus fine, celle du sous-grain de martensite. Des outils tels que la microscopie électronique en transmission doivent donc impérativement être utilisés dans cette optique.

3.3.2 Etude de la matrice dans la zone adoucie à l'échelle de la latte de martensite

La sous-structure de la zone adoucie est présentée sur les micrographies de la Figure 3-28. Les clichés ont été faits sur deux lames différentes.



a) b)

Figure 3-28 : clichés en champ clair de la zone adoucie, pris dans deux zones différentes.

La micrographie de la Figure 3-28 a) révèle certains sous-grains plus larges, indiqués par une flèche sur le cliché.

La taille moyenne de sous-grains dans la zone adoucie a été mesurée sur 515 sous-grains. La procédure de mesure est la même que celle utilisée pour le métal de base. Elle vaut environ 0,39 µm (l'écart-type vaut 0,18 µm).

Cette valeur est du même ordre de grandeur que la moyenne de tailles de sous-grains dans le métal de base loin de la ligne de fusion (0,45 µm).

Les distributions de tailles de sous-grains dans la zone adoucie, le métal de base et dans le métal de base près de la ligne de fusion (TMAZ) sont comparées sur la Figure 3-29.

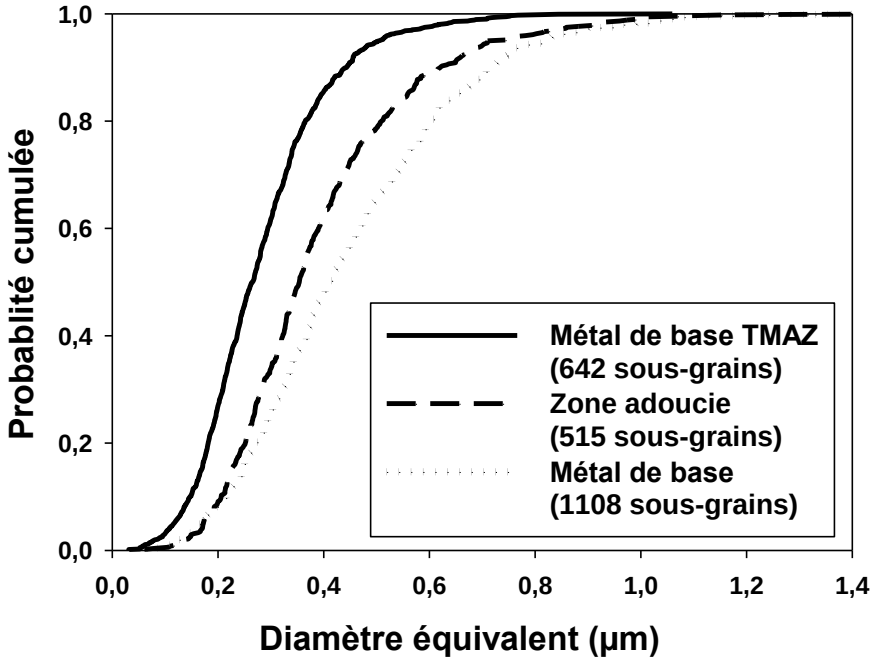


Figure 3-29 : distributions des tailles de sous-grains dans le métal de base, la zone adoucie et la TMHAZ, après détensionnement.

Les tailles de sous-grains dans la zone adoucie sont légèrement inférieures aux valeurs obtenues dans le métal de base, mais restent proches. Par ailleurs, elles sont supérieures aux tailles de sous-grains dans la TMAZ. L'adoucissement dans l'ICHAZ n'est donc apparemment pas uniquement lié à la taille de sous-grains.

3.3.2.1 Densités de dislocations

La méthode utilisée pour mesurer les densités de dislocations mobiles dans la zone adoucie est la même que celle utilisée pour évaluer les densités de dislocations dans le métal de base.

Les valeurs ont été mesurées sur des clichés MET dans quatre sous-grains. La valeur mesurée est de $1{,}1 \times 10^{14} m^{-2}$. Elle est inférieure à la densité de dislocations dans le métal de base.

Les valeurs de densités de dislocations sont généralement indicatives puisqu'il est difficile de les évaluer précisément, compte-tenu des différents paramètres dont elles dépendent du fait de la méthode d'estimation utilisée.

Les incertitudes liées à ces mesures ont cette fois-ci été quantifiées pour la zone adoucie, en utilisant la même démarche que celle décrite dans la partie 2.2.2.2. L'influence des paramètres sur les mesures finales a de nouveau été évaluée.

Dans l'ensemble des sous-grains considéré dans la zone adoucie, une moyenne de 45 intersections a été mesurée avec un écart-type de 14.

Les densités de dislocations estimées dans la zone adoucie ont été recalculées après modification de l'épaisseur de lame et du nombre d'intersections (Tableau 3-7), avec les incertitudes données dans la partie 2.2.2.2. Ces mesures ont été comparées aux calculs faits pour le métal de base détensionné (partie 2.2.2.2) (Tableau 2-14).

Zone	Métal de base		Zone adoucie	
	Moyenne ($10^{14}m^{-2}$)	**Ecart-type** ($10^{13}m^{-2}$)	**Moyenne** ($10^{14}m^{-2}$)	**Ecart-type** ($10^{13}m^{-2}$)
Valeur initiale	3,5	4,9	1,1	4,1
e - 50 nm	4,7	6,6	1,5	5,4
e + 50 nm	2,8	3,9	0,87	3,3
n - 10	2,8	3,9	0,85	3,9
n + 10	4,2	6,2	1,3	4,3
e - 50 nm n + 10	5,6	8,2	1,8	5,7
e + 50 nm n - 10	2,3	3,2	0,68	3,1

Tableau 3-7 : valeurs moyennes et écart-type des densités de dislocations dans les deux zones, calculées en fonction de deux paramètres différents.

Tout d'abord, compte-tenu des écarts-types, on constate que les valeurs de densité de dislocations initialement mesurées dans les deux zones ne se recouvrent pas. L'écart entre ces deux valeurs semble donc significatif.

Ensuite, de même que ce qui a été estimé dans le métal de base, une augmentation de l'épaisseur de la lame de 50 nm diminue de 20 % la valeur de la densité de dislocations et une réduction d'épaisseur de 50 nm augmente la densité de dislocation de 35%. Les valeurs des densités de dislocations dans les deux zones sont modifiées de 20 % lorsque le nombre d'intersections est modifié de 20%.

En tenant compte des incertitudes liées aux paramètres de l'échantillon ou à la mesure, on constate que les distributions des valeurs densités de dislocations entre les deux zones ne se recoupent pas. Pour le métal de base, les valeurs sont comprises dans l'intervalle [2,3. $10^{14}m^{-2}$; 5,6. $10^{14}m^{-2}$], et pour la zone adoucie, l'intervalle est [0,68. $10^{14}m^{-2}$; 1,8. $10^{14}m^{-2}$]. L'écart entre les valeurs moyennes semble donc significatif.

Il est important de rappeler que les deux zones étudiées proviennent d'un même tube (ce seront 2 matériaux différents dans le modèle). Par ailleurs, la démarche expérimentale est identique pour les deux zones. La comparaison des mesures pour les deux zones semble donc pertinente.

3.3.2.2 Etat de la précipitation dans la zone adoucie et comparaison avec la précipitation dans le métal de base

Les précipités présents dans la sous-structure sont les mêmes que ceux présents dans le métal de base : les $M_{23}C_6$ et les MX (Nb(C,N), V(N,C)).

Afin de différencier ces deux types de précipités sur des micrographies par microscopie électronique à balayage (donc à partir de grandes populations) sans utiliser une analyse chimique, une taille seuil a été déterminée. La démarche utilisée pour déterminer cette valeur seuil est

identique à celle utilisée pour le métal de base et décrite dans le chapitre I. Des cartographies de compositions réalisées en EFTEM ont été utilisées (Figure 3-30).

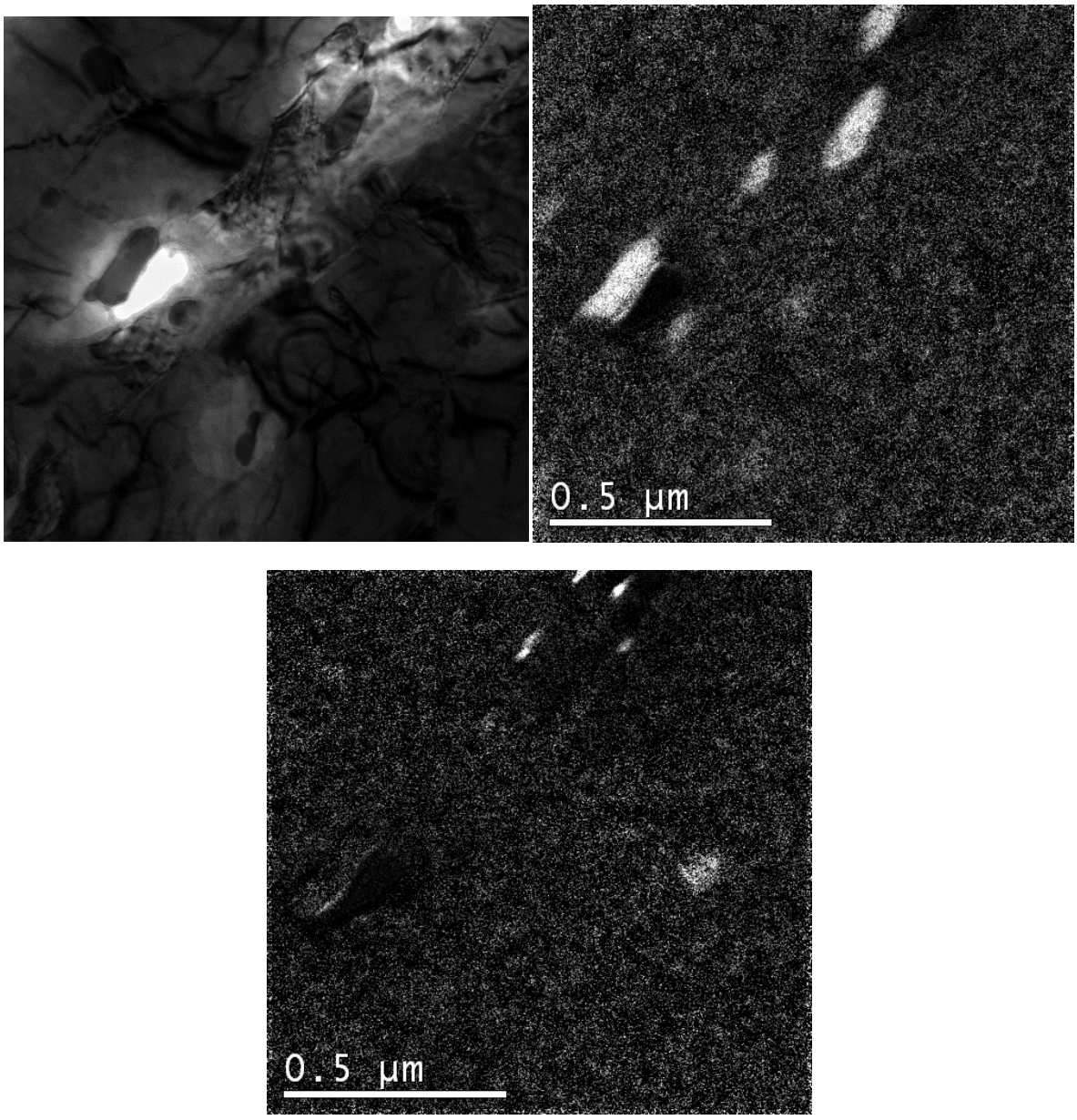


Figure 3-30 : a) image en champ clair prise dans la zone adoucie, b) cartographie du chrome, c)cartographie du vanadium.

Les distributions obtenues sont présentées sur la Figure 3-31. Elles sont comparées aux distributions obtenues dans le métal de base.

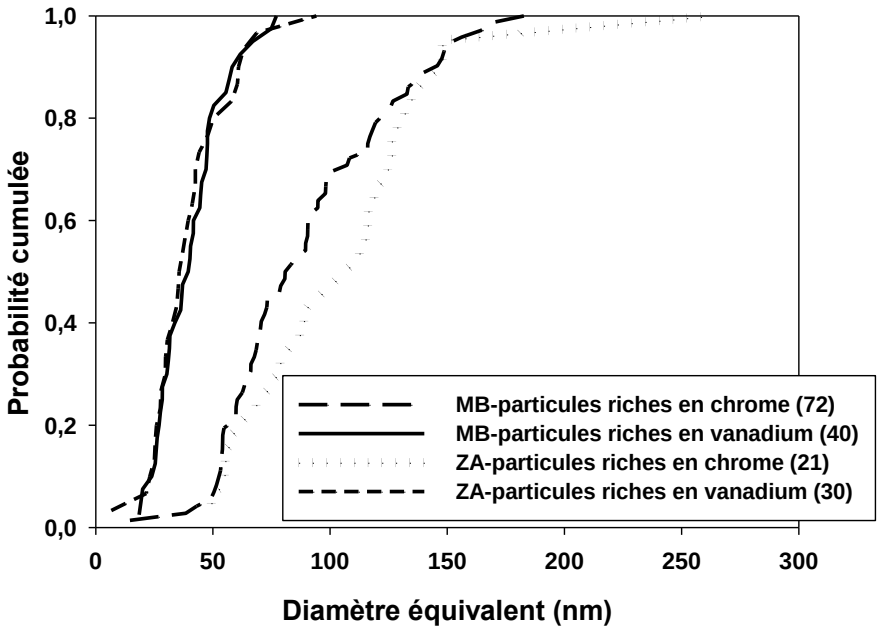


Figure 3-31 : distributions des tailles de particules riches en chrome et riches en vanadium présentes dans le métal de base (MB) et dans la zone adoucie (ZA), à partir de l'analyse d'images EFTEM. Les effectifs de chaque population sont donnés entre parenthèses.

Les distributions de tailles de particules riches en vanadium sont très proches pour les deux zones. Les extrema sont également similaires.

Les distributions de particules riches en chrome sont également similaires entre les deux zones. Un écart entre les courbes est toutefois observable entre 50 et 150 nm, mais cet écart n'est pas considéré comme significatif compte-tenu du nombre de particules considérées. Le minimum mesuré dans la zone adoucie (20 nm) est plus faible que celui mesuré dans le métal de base (50 nm). De même, une différence de 100 nm est mesurée entre les deux maxima. Cette valeur est relativement élevée. Cette dispersion est très probablement liée à la présence d'une plus large particule.

On constate également que ces courbes se chevauchent. Ainsi, sans l'utilisation de l'analyse chimique avec l'EFTEM, il est difficile de différencier ces deux types de particules en considérant uniquement leur taille.

De la même manière que pour le métal de base, les tailles moyennes de chaque type de particules ont été évaluées en fonction de la taille seuil imposée, variant entre 20 nm et 100 nm. Leur évolution est tracée en fonction de cette taille seuil et représentée sur la Figure 3-32.

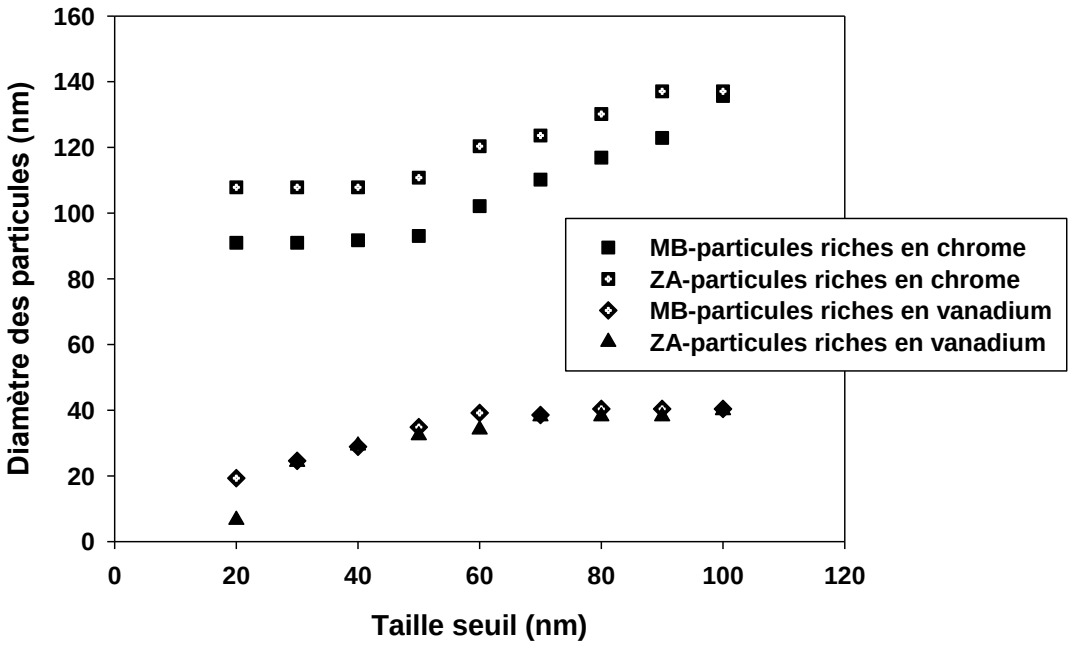


Figure 3-32 : moyennes des tailles de particules riches en chrome et celles riches en vanadium, en fonction de la taille seuil imposée, et dans les deux zones.

On constate que l'évolution des tailles moyennes en fonction du seuil imposé est très similaire à celle observée dans le métal de base, à la différence près que les tailles de particules riches en chrome, considérées comme des $M_{23}C_6$, sont supérieures dans la zone adoucie. Ainsi, le seuil choisi pour différencier les deux types de particules sur les images MEB, est maintenu à 60 nm.

Ainsi, la taille minimale considérée des précipités $M_{23}C_6$ est de 60 nm et la taille maximale des MX est de 60 nm.

La Figure 3-33 a) et la Figure 3-34 a) présentent des observations faites au MEB FEG sur des répliques extractives prélevées dans le métal de base et dans la zone adoucie.

La Figure 3-33 b) et la Figure 3-34 b) sont des cartographies des particules dont le contour a été tracé manuellement. La démarche est similaire à celle utilisée pour le métal de base et décrite dans la partie 2.2.2.3.

De même que pour les particules observées dans le métal de base, les particules qui présentent un contraste peu élevé par rapport au fond, n'ont pas été prises en compte.

D'après les micrographies, on observe que les plus grosses particules présentent une forme sinueuse. Les particules de taille plus petite sont de forme plus globulaire. Sur la micrographie de l'ICHAZ de la Figure 3-34 a), on observe également des particules de forme allongée et alignées, probablement le long d'un ancien joint de grains.

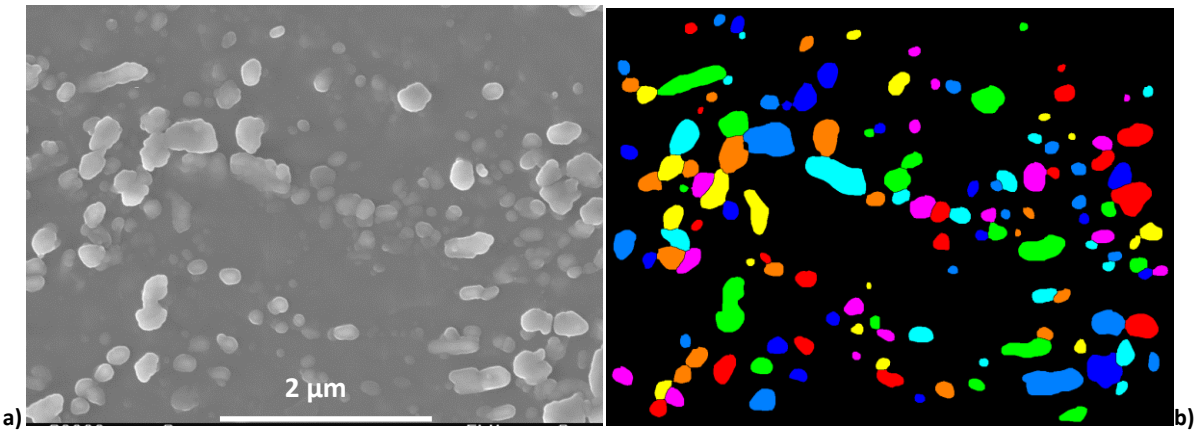


Figure 3-33 : a) micrographie au MEB FEG (réplique extractive en électrons secondaires) prise dans le métal de base et b) cartographie des précipités identifiés manuellement à l'aide du logiciel Visilog.

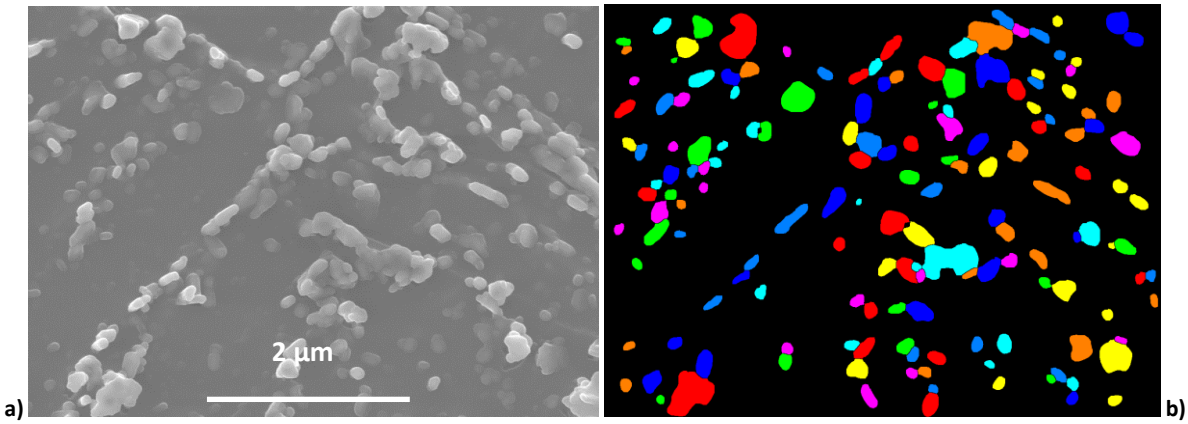


Figure 3-34 : a) micrographie au MEB FEG (réplique extractive en électrons secondaires) prise dans le zone adoucie et b) cartographie des précipités identifiés manuellement à l'aide du logiciel Visilog.

Les tailles moyennes de particules $M_{23}C_6$ mesurées sur des répliques observées au MEB FEG dans la zone adoucie, sont présentées dans le Tableau 3-8 et comparées avec les valeurs obtenues dans le métal de base loin de la ligne de fusion.

Zone	Nombre de particules considérées	Diamètre moyen des particules (nm)	Ecart-type (nm)
Métal de base	742	178	90
Zone adoucie	770	159	63

Tableau 3-8 : Taille moyenne des particules $M_{23}C_6$ mesurées.

Les valeurs de tailles moyennes de particules mesurées dans les deux zones sont très proches, en particulier au vue de la valeur élevée de l'écart-type.

La Figure 3-35 compare les distributions en effectifs cumulés des tailles de précipités $M_{23}C_6$ dans les deux zones. Ces distributions ne présentent pas de différence significative.

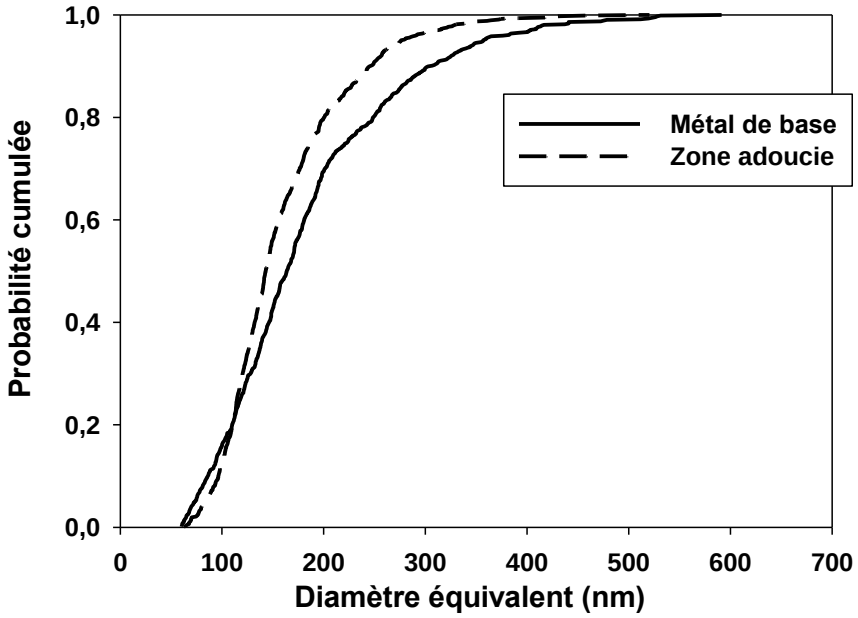


Figure 3-35 : distributions de tailles de précipités $M_{23}C_6$ (en effectifs cumulées) dans le métal de base et dans la zone adoucie.

Les tailles moyennes et les distributions de tailles de précipités $M_{23}C_6$ dans le métal de base et dans la zone adoucie sont similaires lorsqu'elles sont mesurées par cette méthode.

Les distances minimales entre les bords de particules sont comparées pour les deux zones.

Les distributions, présentées sur la Figure 3-36, sont très similaires. Par ailleurs, on constate que 40 % des particules considérées sont adjacentes. Ce constat est lié à la présence d'agrégats de précipités, notamment le long des joints.

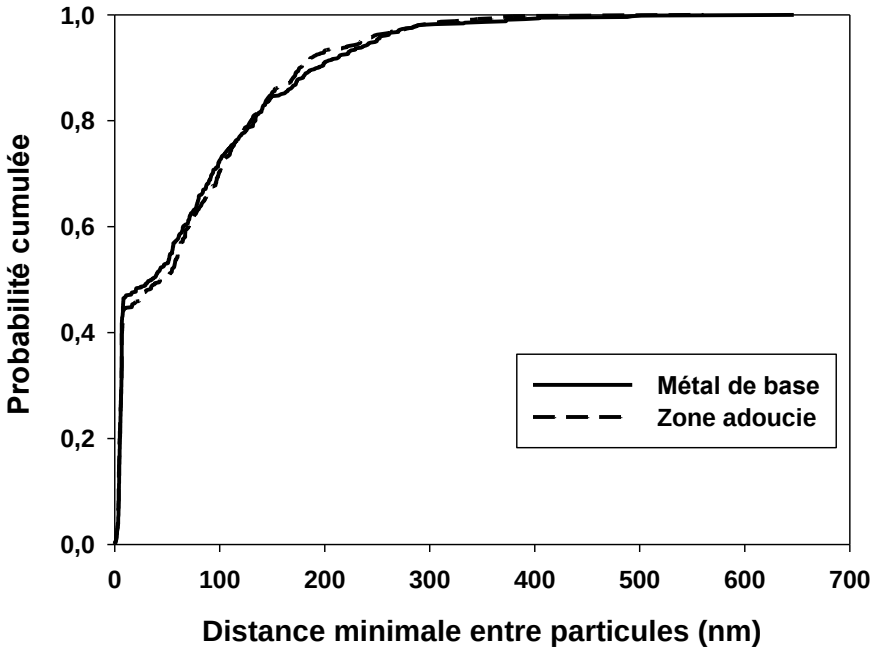


Figure 3-36 : distributions des distances minimales entre particules $M_{23}C_6$.

Les distributions de tailles de précipités MX sont également comparées sur la Figure 3-37. Les deux courbes sont très proches. Les valeurs maximales sont néanmoins différentes. Cette différence est probablement liée à la présence de quelques particules un peu plus larges mais n'est pas significative.

La taille moyenne des précipités MX dans la zone adoucie est d'environ 19 nm (l'écart-type vaut 8,5 nm). Elle est d'environ 20 nm dans le métal de base, comme cela a été présenté dans le chapitre I. Les tailles moyennes de précipités MX dans le métal de base et dans la zone adoucie sont donc proches.

Les précipités $M_{23}C_6$ et MX sont observables sur la micrographie de la Figure 3-38.

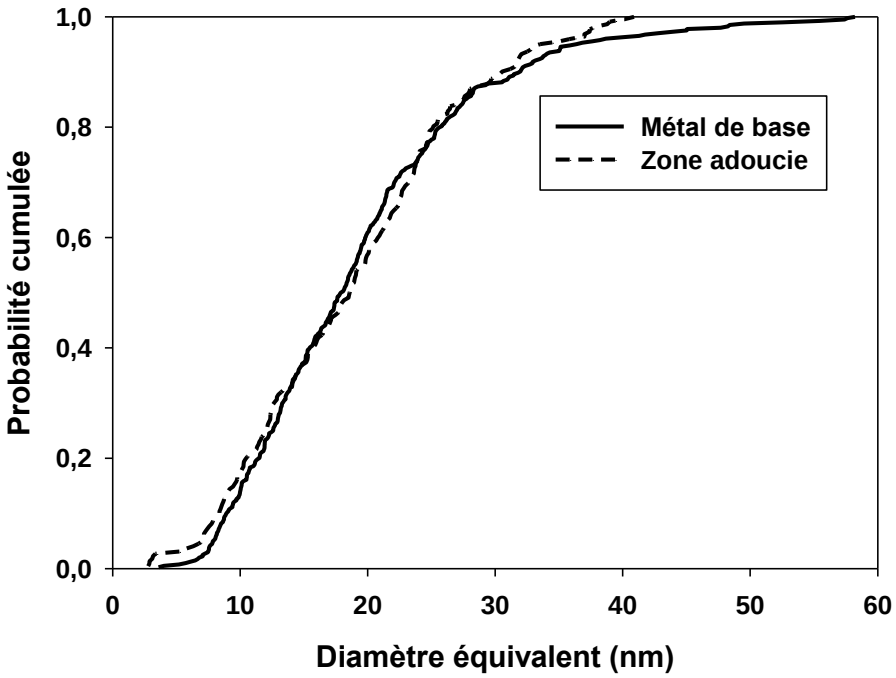


Figure 3-37 : distributions de tailles de précipités considérés comme des MX, dans le métal de base et dans la zone adoucie (analyse d'images MET en champ clair).

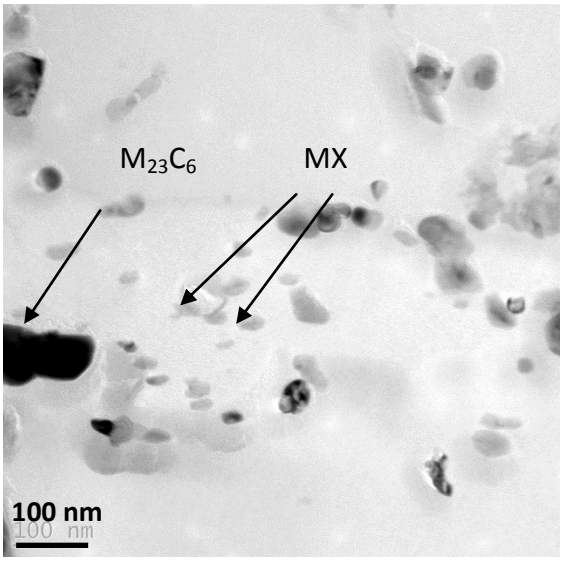


Figure 3-38 : image MET en champ clair sur répliques extractives dans la zone adoucie.

Les distributions des distances minimales entre particules MX sont comparées sur la Figure 3-39. Aucune différence significative n'est observée entre les deux distributions.

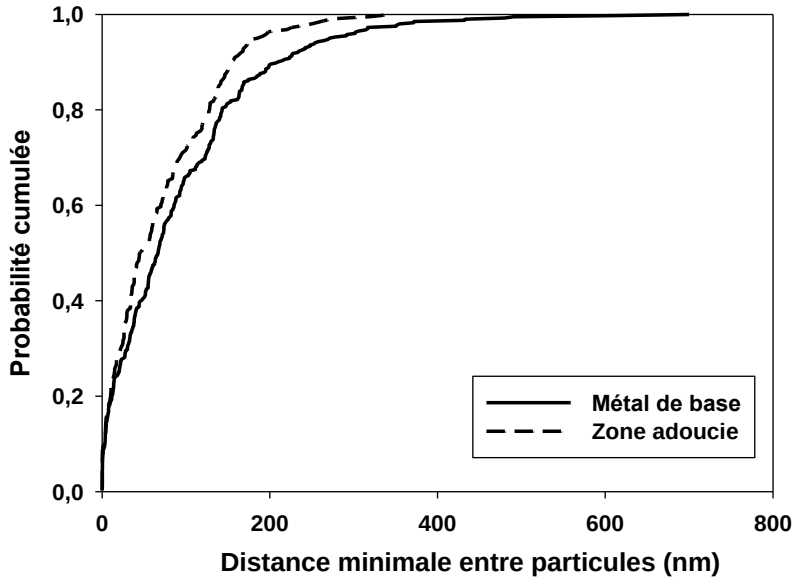


Figure 3-39 : distributions des distances minimales entre particules.

Ainsi, les précipités MX ne semblent pas s'être dissous lors du cycle thermique de la zone adoucie lors du soudage. Ce constat était attendu compte-tenu de la limite de solubilité élevée des précipités MX (1100°C). Ils ne semblent pas non plus avoir grossi.

3.3.2.3 Discussion

La microstructure de la zone adoucie a été caractérisée à l'échelle du sous-grain et comparée à la microstructure du métal de base détensionné loin de la ligne de fusion.

Ces analyses n'ont pas révélé de différence particulière entre les sous-structures des deux zones.

Par ailleurs, les tailles et les distributions de précipités $M_{23}C_6$ dans les deux zones sont également très similaires. Néanmoins, la limite de solubilité des $M_{23}C_6$ étant proche de 800 °C, la dissolution de ces précipités a probablement eu lieu lors du cycle thermique de soudage de la zone intercritique [Gaffard, 2007, Hasegawa et al., 2009, Laha et al., 2007].

Afin d'estimer la quantité de précipités dissous, les distances typiques de diffusion des atomes de chrome lors du procédé de soudage de la zone intercritique, ainsi que les coefficients de diffusion, ont été estimés. Les énergies d'activation des atomes de chrome dans les matrices ferritiques et austénitiques valent respectivement 355 kJ/mol and 222 kJ/mol. Le cycle thermique de la zone intercritique a été subdivisé en plusieurs intervalles de 20 °C, puis les coefficients de diffusion et les distances typiques de diffusion ont été calculés pour chaque intervalle. Ensuite, les distances typiques de diffusion du chrome dans chaque matrice ont été calculées en faisant la somme des distances mesurées sur chaque intervalle de température. La distance parcourue par les atomes de chrome lors du procédé de soudage de l'ICHAZ est estimée à 3 µm dans la ferrite et de 0,163 µm dans l'austénite. Ces calculs ont également été effectués pour les atomes de carbone. La distance parcourue par les atomes de carbone lors du procédé de soudage de l'ICHAZ est de 468 µm dans la ferrite et de 114 µm dans l'austénite. Une dissolution partielle des précipités dans l'austénite a probablement eu lieu. Par ailleurs, la solubilité élevée du carbone dans l'austénite favorise la dissolution des $M_{23}C_6$ lors du cycle thermique [Laha et al., 2007].

Des études menées par Eggeler et al. [Eggeler et al., 1994] sur un acier Grade 91 révèlent que les fractions volumiques de carbures dans la zone adoucie et dans le métal de base sont proches. En outre, la taille moyenne des carbures est de 82 nm dans le métal de base et de 100 nm dans la zone adoucie. Ces valeurs sont légèrement inférieures à celles mesurées dans la présente étude.

La limite de solubilité des MX est d'environ 1100 °C [Brachet, 1991]. Par ailleurs, les atomes de niobium et de vanadium ont une forte affinité avec les atomes de carbone et d'azote. Ces précipités n'évoluent donc probablement pas lors de cycle de soudage [Laha et al., 2007].

Au cours du cycle thermique de l'ICHAZ, la martensite initiale se transforme partiellement en austénite. Le schéma de la Figure 3-40 illustre cette transformation. Le schéma décrit l'état de la microstructure avant le cycle et au niveau de la température maximale. A 20 °C, avant le cycle, la microstructure est martensitique. Lorsque la température atteint sa valeur maximale, la microstructure comprend de la martensite initiale ainsi que l'austénite formée lors du chauffage.

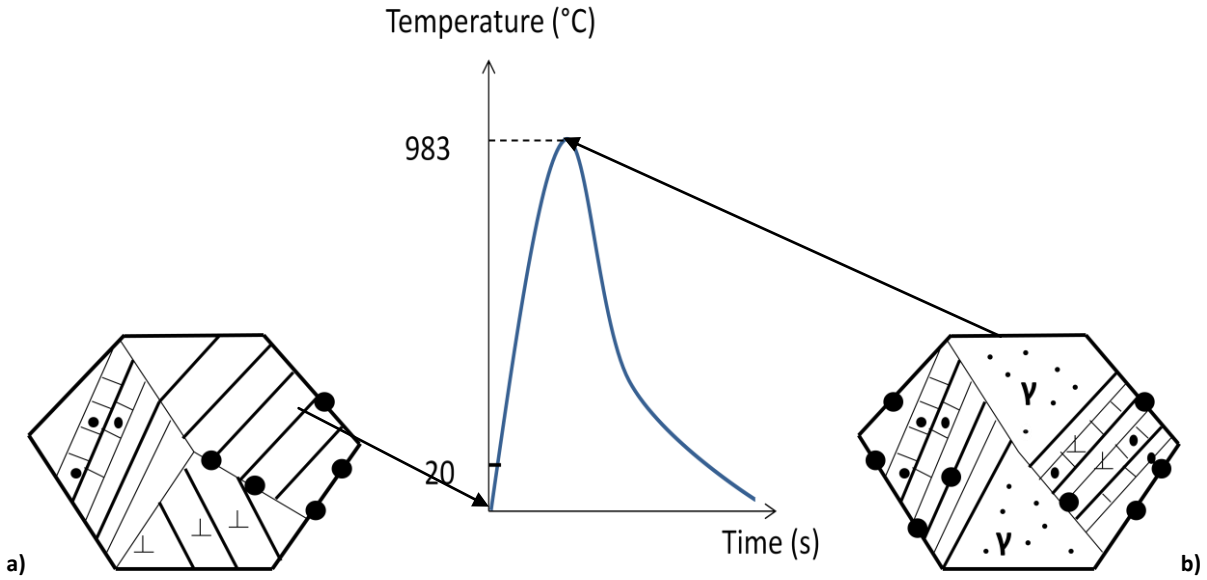


Figure 3-40 : schéma de la microstructure de la zone adoucie au cours du cycle thermique lors du soudage. a) la microstructure est complètement martensitique. b) la microstructure initiale est partiellement transformée en austénite.

Duthilleul [Duthilleul] a étudié l'évolution de la dissolution des carbures en fonction du taux de transformation en austénite, lors du chauffage d'un acier Grade 91. Grâce à des mesures de dilatométrie, il est parvenu à déterminer une corrélation entre l'évolution de la dureté et la redissolution des carbures. Il a étudié l'évolution des atomes de carbone et d'azote dans la matrice grâce à des mesures de pouvoir thermoélectrique (PTE). Il a constaté que l'évolution de la quantité de carbone en solution solide est proportionnelle à la quantité d'austénite formée. Ceci n'est pas nécessairement vrai pour le Grade 92.

Ainsi, après le cycle thermique de l'ICHAZ, deux microstructures peuvent apparaître en fonction des évolutions qui peuvent se produire lors du cycle.

Le premier scénario possible serait qu'au cours du cycle thermique de l'ICHAZ, la quantité de carbures dissous est proportionnelle à la fraction d'austénite formée et que la dissolution est totale dans l'austénite formée à la fin du traitement thermique. Ainsi, au cours du revenu, de nouveaux précipités se formeraient aux joints de grains de la martensite nouvellement formée.

Le second scénario potentiel serait qu'au cours du chauffage, la dissolution des carbures est incomplète car elle est retardée par rapport au début de la transformation austénitique. Ainsi, au cours du traitement de revenu, la précipitation aurait lieu et de manière préférentielle, au niveau des anciens précipités non complètement dissous.

Les deux microstructures résultantes ne présenteraient donc pas tout à fait les mêmes distributions de précipités $M_{23}C_6$, et certaines zones seraient d'ailleurs appauvries en $M_{23}C_6$.

Ce phénomène a pu être étudié grâce à des essais de dilatométrie sur l'acier Grade 92 de cette étude. La campagne de mesures de dilatométrie réalisée sera décrite ultérieurement, dans la partie 3.4.3. L'évolution de la fraction d'austénite formée lors d'un chauffage à 65°C/s, est observable sur la Figure 3-41.

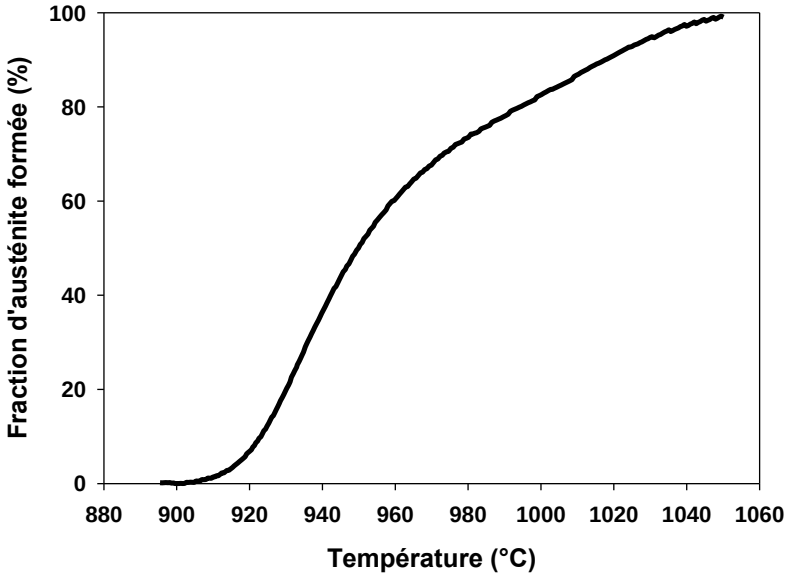


Figure 3-41 : évolution de la fraction d'austénite lors du chauffage à 65 °C/s.

Des cycles thermiques avec différentes températures maximales ont été appliqués sur des échantillons en acier Grade 92. Ces cycles correspondent aux cycles subis par telle ou telle partie de la zone intercritique. La détermination de ce cycle est également explicitée dans la partie 3.4.3. Un traitement de détensionnement de 2 h à 760 °C a ensuite été appliqué. L'évolution de la dureté de ces échantillons en fonction de la température de pic est présentée que le graphique de la Figure 3-42.

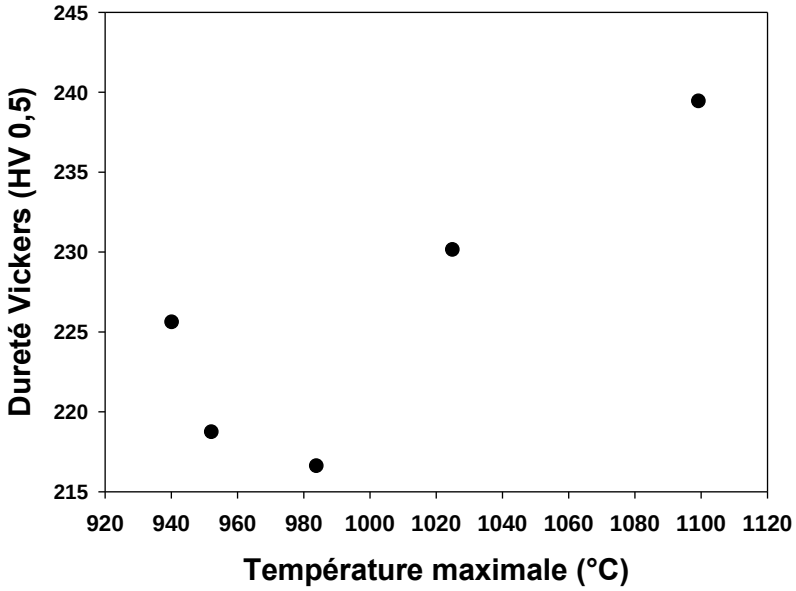


Figure 3-42 : dureté Vickers mesurée sur des échantillons ayant subi des cycles thermiques avec différentes températures de pic.

Les mesures de dilatométrie (partie 3.4.3) indiquent que la température Ac_1 vaut 920 °C, pour la vitesse de chauffage utilisée de 65 °C/s. D'après la Figure 3-42, la dureté de l'acier non détensionné diminue dans un premier temps jusqu'à une température maximale d'environ 990 °C puis augmente dans un deuxième temps. La dissolution des carbures a donc lieu après le début de la transformation austénitique, à environ 80 % de la transformation. Les évolutions microstructurales ne sont donc pas identiques à celles de l'acier Grade 91, pour lequel la dissolution des carbures apparait au début de la transformation austénitique [Duthilleul].

Cette différence entre les deux aciers est probablement liée à la présence de bore dans l'acier Grade 92. L'une des propriétés du bore est de stabiliser les précipités $M_{23}C_6$ [Abe et al., 2007, Albert at al., 2003]. Ces études ont montré que les atomes de bore retardent le grossissement des précipités en remplaçant partiellement les atomes de carbone. Par ailleurs, la solubilité du bore dans l'austénite et dans la ferrite est faible. Ainsi, la dissolution des carbures est également retardée.

La présence du bore est donc probablement à l'origine du retard de la dissolution des carbures ainsi que du retard du grossissement des nouveaux carbures formés. La quantité d'éléments dissous lors du cycle thermique est donc relativement faible puisqu'elle se produit à un stade avancé du cycle. Ainsi, la précipitation de nouveaux carbures lors du PWHT est faible et le grossissement des carbures est limité.

Comme cela a été montré précédemment, les atomes de chrome diffusent sur de plus courtes distances que les atomes de carbone. Lors de la dissolution des carbures, les atomes de chrome ont probablement diffusé dans la périphérie proche de leur ancienne localisation, en particulier dans la martensite non-transformée dans laquelle ils diffusent très peu. Ces atomes forment ainsi des « nuages » autour de leur ancienne position. Ainsi, dans la martensite non-revenue, lors du PWHT, de nouveaux précipités vont se former préférentiellement au niveau de ces anciens précipités.

Pour étudier davantage ce phénomène, des cartographies du chrome obtenues en EFTEM sur lame mince avant le PWHT permettraient peut-être de détecter la présence de ces zones riches en chrome, près des $M_{23}C_6$.

Dans une étude récente sur un acier Grade 92, Xue et al. [Xue et al., 2012] ont évalué les tailles de précipités dans le métal de base et dans la FGHAZ et ne constatent aucune différence significative. Le joint soudé de leur étude est fabriqué par un procédé à l'arc submergé (SAW), avec une énergie de soudage de 22,98 kJ/cm. La FGHAZ subit un cycle thermique proche de celui de l'ICHAZ mais avec une température maximale légèrement supérieure à Ac_3. Le cycle thermique de la FGHAZ, de même que celui de l'ICHAZ, est trop court pour permettre une dissolution complète des carbures.

Hald and Korcakova [Hald and Korcakova] indiquent que la vitesse de grossissement des précipités $M_{23}C_6$ dans un acier Grade 92 est plus faible que dans un acier Grade 91. Xue et al. [Xue et al., 2012] expliquent ce phénomène par la présence de tungstène dans l'acier Grade 92. L'ajout de cet élément est à l'origine du ralentissement du grossissement des carbures $M_{23}C_6$.

La densité de dislocations mesurée dans la zone adoucie est environ trois fois moins élevée par rapport à la valeur prise dans le métal de base proche de la ligne de fusion. Les incertitudes liées à la mesure ont été quantifiées. Compte-tenue de ces incertitudes, l'écart entre les densités de dislocations reste notable. Cette différence est probablement à l'origine de la différence de dureté entre les deux zones.

Les caractérisations microstructurales au MEB ou au MET réalisées dans le cadre de cette étude n'ont pas permis de distinguer la martensite non-transformée de celle qui a été austénitisée et retransformée au cours du cycle thermique, après détensionnement.

Les différentes étapes de la formation de la microstructure de la zone adoucie ne sont pas encore clairement élucidées et nécessiteraient d'être étudiées de manière plus approfondie, notamment dans l'optique d'une amélioration de ces alliages vis-à-vis de la tenue en fluage de leurs joints soudés.

3.4 Reproduction de la microstructure de la zone adoucie

L'objectif de cette partie de l'étude est de déterminer expérimentalement et modéliser le comportement viscoplastique de la zone adoucie.

La faible épaisseur de la zone adoucie, environ 1 à 2 mm, rend difficile l'usinage d'éprouvettes dans le joint réel et limite potentiellement de ce fait les résultats. C'est pourquoi une deuxième méthode est utilisée pour confirmer les résultats obtenus sur la zone adoucie réelle. Le principe est de reproduire le cycle thermique subi par la zone adoucie sur des éprouvettes prélevées dans le métal de base et de tester le comportement de la zone adoucie sur un volume de matière plus important. Afin d'être validée, cette méthode nécessite une caractérisation métallurgique très précise de la zone afin d'obtenir une microstructure simulée représentative de celle de la zone adoucie. Plusieurs critères sont définis afin d'évaluer cette représentativité.

Pour reproduire la microstructure de la zone adoucie, il est tout d'abord nécessaire de déterminer le cycle thermique subi par cette zone au cours du soudage.

La microstructure de la zone adoucie peut être reproduite par des traitements thermiques soit au moyen d'un four, soit grâce à un dispositif de simulation de type machine Gleeble.

A titre d'exemple, Gaffard [Gaffard, 2005] a simulé la microstructure de la zone adoucie d'un joint soudé en acier Grade 91, réalisé par procédé TIG. Pour reproduire le cycle thermique subi par cette zone, il a utilisé un cycle de type Rykaline [Rykaline, 1957]. En l'absence d'essais de soudage instrumenté, sa démarche fut de calculer plusieurs cycles thermiques et de les appliquer aux éprouvettes, simulant ainsi différentes microstructures à différentes distances de la ligne de fusion. Il a dans un premier temps sélectionné les cycles réalisés à des températures comprises entre Ac_1 et Ac_3, puis a identifié le plus représentatif en comparant les différentes microstructures obtenues à la microstructure de la zone "faible" réelle. Des considérations métallurgiques, telles la densité de dislocations, la taille des sous-grains et l'état de précipitation, en plus des mesures de dureté après PWHT, lui ont permis de valider ce cycle.

D'autres auteurs ont appliqué cette méthode visant à reproduire la microstructure de cette zone de plus faible résistance au fluage. Les traitements thermiques appliqués sont rassemblés dans le Tableau 3-9.

Auteurs	Matériau	Température de chauffage	Vitesse de chauffage	Vitesse de refroidissement	PWHT
Wang et al., 2009	Grade 92	930°C	Cycle thermique dans un four, refroidissement à l'air		5h à 755°C
Matsui et al., 2001	Grade 92	920°C	4°C/s	Non fournie	4,5h à 740°C
Gaffard et al., 2005	Grade 91	986°C	155°C/s	Δ800->500 =16s (19°C/s)	2h à 760°C
Eggeler et al., 1994	Grade 91	850°C	Cycle thermique dans un four préchauffé, refroidissement à l'air		12h à 730°C
Laha et al., 2007	Grade 91	750 à 1160 °C	Refroidissement à l'huile et 5 minutes d'exposition à la température de pic		2h à 760 °C
Bauer et al., 2010	E911	850 à 900°C	Non fournie	Non fournie	2h à 760°C

Tableau 3-9 : traitements thermiques appliqués pour simuler la microstructure de l'ICHAZ.

Dans un deuxième temps, il faut définir un critère de validation de la microstructure obtenue. Nous avons constaté précédemment que des observations au MEB ne permettent pas de distinguer la microstructure martensitique nouvellement formée de la martensite initiale non transformée. Par ailleurs, des cartographies EBSD réalisées ne révèlent pas de différences entre les microtextures du métal de base et de la zone adoucie. Ainsi, des observations par microscopie électronique à balayage ne suffisent pas à valider la microstructure de la zone simulée. Le premier critère de validation de la microstructure est la dureté. Nous verrons par la suite que le choix final a requis une démarche itérative, consistant à modifier le traitement de détensionnement et mesurer la dureté de la microstructure résultante. Des observations par microscopie électronique en transmission ont ensuite complété ces mesures afin de valider définitivement la microstructure obtenue.

La réalisation d'essais de fluage sur des éprouvettes entaillées dans une zone présentant la microstructure simulée permet ensuite de déterminer le comportement en fluage par une approche inverse, et l'endommagement de la zone étudiée. En effet, cette méthode permet, en ne sollicitant qu'une seule zone, de s'affranchir des effets de structure liés aux hétérogénéités microstructurales et de comportement. Les géométries d'éprouvettes utilisées pour les essais sur zone adoucie réelle et zone adoucie simulée sont identiques. Par ailleurs, les géométries d'entaille réalisées sont sévères, ce qui a pour effet de confiner le chargement dans la zone d'intérêt dans le cas de la zone adoucie réelle. Ainsi, les résultats des essais de fluage sur zone adoucie simulée seront comparés aux résultats des essais sur éprouvettes entaillées en zone adoucie réelle, puis analysés plus précisément par simulation numérique.

3.4.1 Détermination du cycle thermique à appliquer pour reproduire la microstructure de l'ICHAZ

Différentes étapes ont permis d'estimer le cycle thermique subi par la zone intercritique. Elles sont énoncées sur le schéma ci-dessous (Figure 3-43) et sont décrites par la suite.

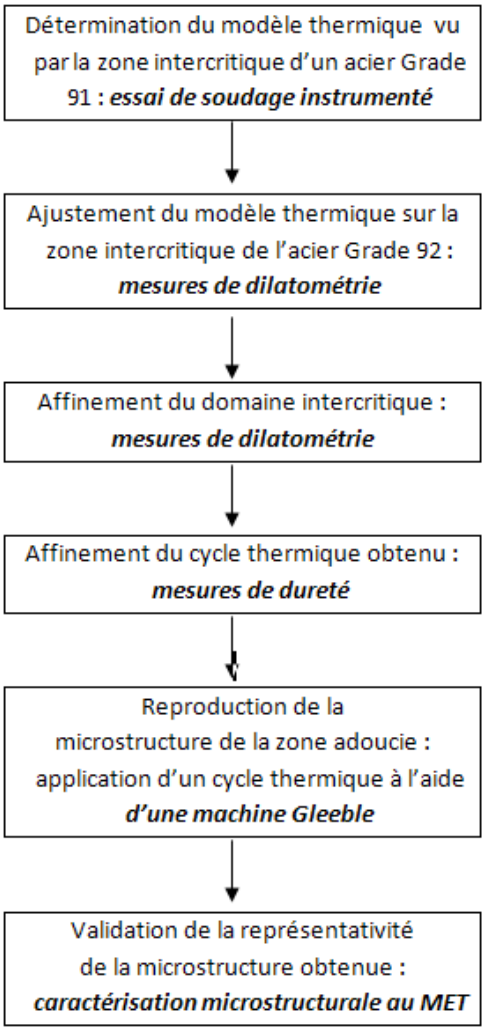


Figure 3-43 : démarche suivie pour déterminer le cycle vu par la zone intercritique et pour obtenir la microstructure simulée.

3.4.2 Essai de soudage instrumenté.

Dans un premier temps, un essai de soudage instrumenté sur une ligne de fusion a été réalisé au Laboratoire des Techniques d'Assemblage (LTA) du CEA. L'opération a consisté à appliquer le produit d'apport sur une tôle en acier P91 de composition similaire. Le procédé de soudage utilisé est le soudage TIG (Tungsten Inert Gas), en mode automatique.

La ligne de fusion a été réalisée sur une tôle en acier Grade 91 de 290 mm de longueur, 100 mm de largeur et de 14 mm d'épaisseur. L'utilisation d'un acier Grade 91 est liée à l'indisponibilité immédiate de matériau Grade 92 pour la réalisation de cet essai. Les évolutions métallurgiques du Grade 91 lors du procédé de soudage sont similaires à celles du Grade 92. Néanmoins, le domaine intercritique n'est probablement pas identique et doit être ajusté pour l'acier Grade 92. Les évolutions microstructurales sont également examinées. Afin de contrôler et de mesurer aisément la température, une plaque a été utilisée plutôt qu'un tube.

La plaque est alignée par rapport à la trajectoire de la torche. Une ligne de fusion rectiligne, constituée d'une seule passe, est obtenue. L'instrumentation d'une seule ligne de fusion suffit à déterminer le cycle thermique de la zone d'intérêt.

Les paramètres de soudage de la ligne de fusion sont rassemblés dans le Tableau 3-10 et sont comparées aux paramètres utilisés pour fabriquer le joint soudé Grade 92 avec produit d'apport Thermanit MTS 616 de l'étude.

Produit d'apport	Böhler Thermanit MTS 3	Thermanit MTS (616)
Température de préchauffage	240°C	210 °C
Intensité	230 A	200 à 230 A
Tension	12 V	Entre 11,5 et 12 V
Vitesse de soudage	9 cm/min	Entre 9 et 10 cm/min
Largeur de la zone fondue	12,5-13 mm	10 mm
Longueur de la zone fondue	220 mm	
Traitement post-soudage	760°C pendant 2h	760°C pendant 4h
Gaz de protection	100% d'argon	Un mélange de 100% d'argon et de 70%d'argon avec 30% d'hélium

Tableau 3-10 : paramètres de soudage de la ligne de fusion.

Les paramètres de soudage de la ligne de fusion sont similaires à ceux utilisés pour réaliser le joint soudé avec produit d'apport Thermanit MTS 616 provenant de l'assemblage bout à bout de deux tubes en acier Grade 92. Néanmoins, il est primordial de tenir compte des conditions thermiques différentes imposées aux microstructures, liées à l'application d'une seule passe de soudage dans le cas de la ligne de fusion et de plusieurs passes dans le cas du joint soudé. La passe faite au niveau de la ligne de fusion est plus large que les passes appliquées pour réaliser le joint. Cette différence est liée aux géométries des pièces. Le bain de métal s'étale sur la tôle, alors qu'il est confiné entre les deux tubes dans le cas du joint soudé. Par ailleurs, les dimensions de la tôle utilisée pour réaliser la ligne de fusion sont grandes par rapport à celles de la ligne de fusion. Le pompage thermique par la tôle entraînera une augmentation de la vitesse de refroidissement dans le métal de base. La vitesse de refroidissement ne sera donc qu'une estimation de la vitesse réelle. Le cycle déterminé grâce à cet essai de soudage instrumenté fournit ainsi une première approximation du cycle thermique subi par la zone adoucie d'un joint soudé. Des essais de dilatométrie ainsi que des mesures de dureté permettront ensuite de relier ces résultats au cycle thermique subi par le joint soudé Grade 92.

Onze thermocouples de type K ont été positionnés à différentes distances de la ligne de fusion, comme le montre la Figure 3-44. Un premier essai fait par le LTA a permis d'estimer la position de la ligne de liaison entre le métal fondu et le métal de base sur la plaque. Les thermocouples ont ensuite été positionnés à différentes distances de cette ligne de liaison. Des trous ont été réalisés au moyen d'un foret de 1 mm de diamètre (Figure 3-45) et les thermocouples y ont été introduits, puis bridés. La position de ces thermocouples à été précisément mesurée consécutivement à la réalisation de la ligne de fusion, à l'aide d'un banc de mesure optique. La position des thermocouples est indiquée dans le Tableau 3-11. Les thermocouples sont coaxiaux et leur diamètre est de 1 mm. Le foret est de forme conique.

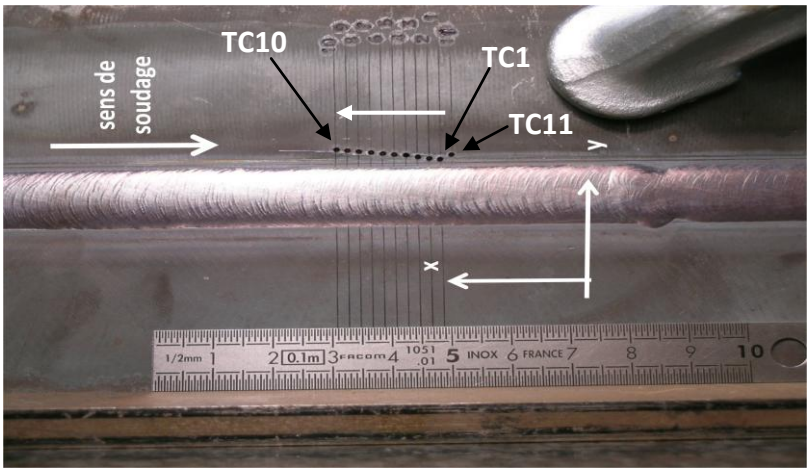


Figure 3-44 : positions des thermocouples par rapport à la ligne de fusion.

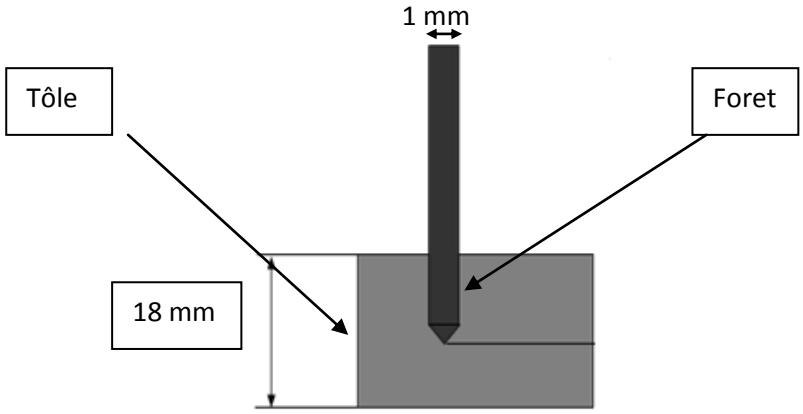


Figure 3-45 : schéma du foret pénétrant dans le métal pour y réaliser le logement d'un thermocouple.

Les cycles thermiques mesurés par les thermocouples sont indiqués sur la Figure 3-46, la Figure 3-47 et la Figure 3-48. Par souci de clarté, les cycles sont présentés séparément en fonction de la température maximale atteinte et de sa position par rapport au domaine intercritique. Sur l'acier Grade 91 pour une même vitesse de chauffage, Gaffard [Gaffard, 2005] a estimé Ac_1 à 850 °C et Ac_3 à 970 °C.

Le Tableau 3-11 indique la température maximale atteinte, la durée nécessaire pour que la température diminue de 800 °C à 500 °C, le $\Delta t_{8->5}$, la position des thermocouples et la vitesse de chauffage.

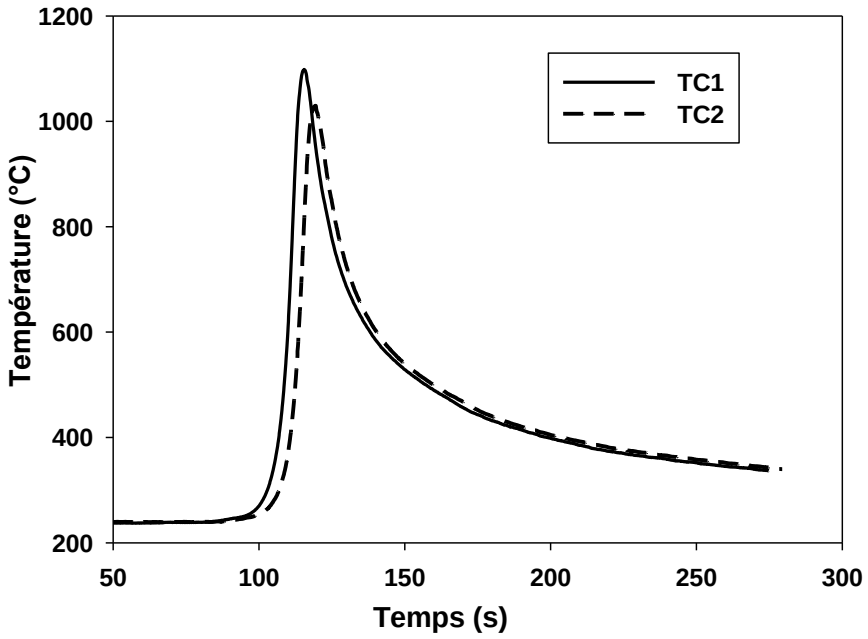


Figure 3-46 : cycles thermiques relevés par les thermocouples, pour des températures maximales supérieures à Ac_3.

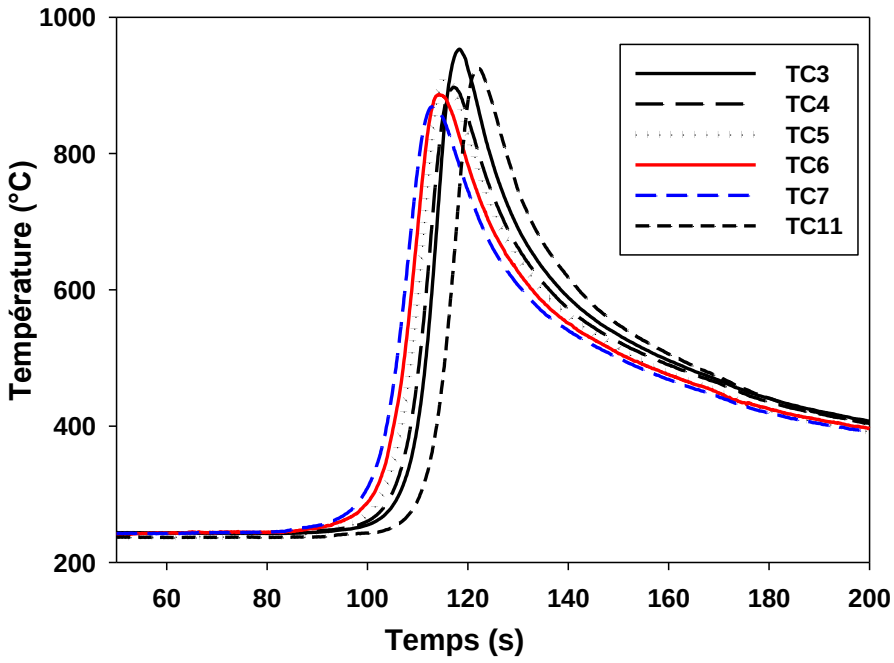


Figure 3-47 : cycles thermiques relevés par les thermocouples, pour des températures maximales comprises entre Ac_1 et Ac_3.

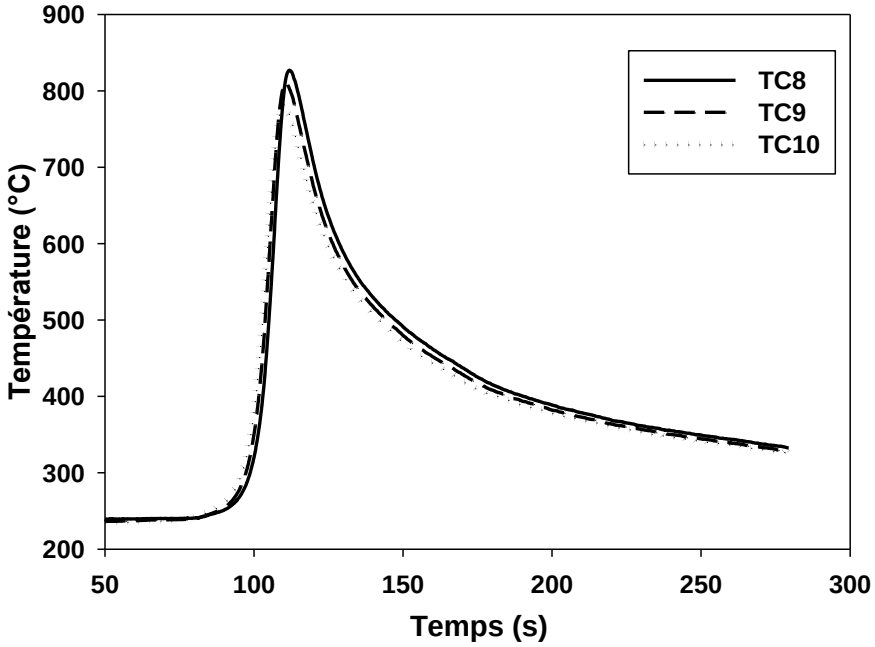


Figure 3-48 : cycles thermiques relevés par les thermocouples, pour des températures maximales inférieures à $Ac_{1\,|}$.

TC	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Tmax (°C)	1099	1030	953	897	911	887	869	827	811	783	926
$\Delta t_{8->5}$ (s)	32,9	33,0	34,6	34,5	32,3	32,5	32,3	32,8	32,0	32,4	33,9
Profondeur du TC (mm)	1,92	2,29	2,85	3,78	1,88	1,78	1,87	1,99	1,7	1,74	1,81
Distance par rapport à la zone de liaison (mm)	1,60	1,94	2,27	2,76	2,87	3,08	3,39	3,56	3,87	4,03	2,65
Vitesse de chauffage (°C/s)	88	77	68	59	60	56	51	48	45	39	65

Tableau 3-11 : $\Delta t_{8->5}$, température maximale et vitesses de chauffage mesurés sur chaque thermocouples. Position des thermocouples.

Les valeurs du $\Delta t_{8->5}$ sont très similaires pour chaque cycle et sont d'environ 33 secondes.

Une cartographie de dureté a ensuite été réalisée sur une coupe métallographique de la ligne de fusion. Cette cartographie est présentée sur la Figure 3-49.

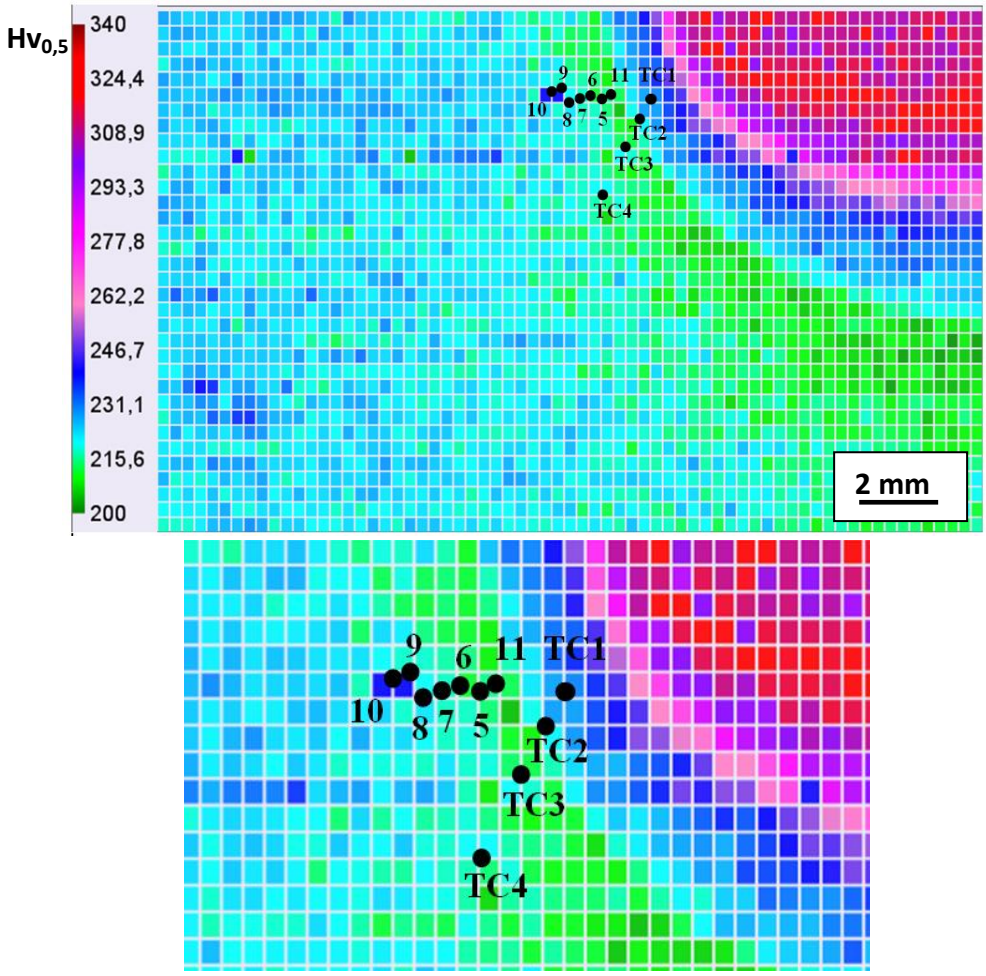


Figure 3-49 : cartographie de dureté Hv0.5 de la ligne de fusion et positions des différents thermocouples.

La mise en parallèle des mesures de thermocouples et de la cartographie permet d'en déduire les cycles thermiques subis par les différentes zones de la ligne de fusion.

Cette cartographie de dureté met en évidence une zone adoucie, dont la dureté est de l'ordre de 210 $Hv_{0,5}$ après traitement thermique post-soudage. Le métal de base présente une dureté d'environ 220 à 225 $Hv_{0,5}$. Les thermocouples TC3 et TC11 mesurent l'évolution de la température dans cette zone adoucie au cours du soudage.

La dureté dans la zone fondue est très élevée (près de 325 $Hv_{0,5}$). Dans les joints soudés réels, cette zone est recuite par les passes suivantes, donc sa dureté diminue. Seule la dernière passe de soudage n'est pas recuite mais celle-ci n'est pas considérée en priorité dans cette étude.

La Figure 3-50 présente les valeurs de Ac_1 et Ac_3 mesurées par Gaffard et al., [Gaffard et al., 2005] sur de l'acier Grade 91. Le joint soudé de son étude est fabriqué par procédé de soudage TIG, avec une énergie de soudage de 1296 J/mm. Un traitement post-soudage de 2h à 760 °C est appliqué.

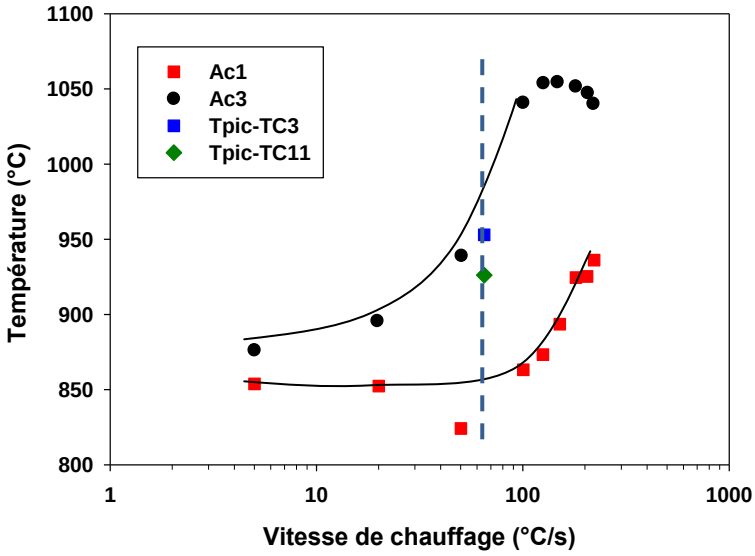


Figure 3-50 : évolution de Ac1 et Ac3 avec la vitesse de chauffage pour un acier Grade 91, mesurée par dilatométrie [d'après Gaffard, 2005]

D'après ces données, les températures maximales lues par les thermocouples TC3 et TC11 sont comprises dans le domaine intercritique, pour la vitesse de chauffage considérée (droite en pointillées bleues). A la vitesse de chauffage de l'étude de 65°C/s, Ac_1 et Ac_3 valent respectivement 840°C et 980 °C. La zone adoucie semble donc correspondre à la zone intercritique. La Figure 3-50 indique une légère diminution des valeurs de Ac_3 de l'acier Grade 91 de Gaffard lorsque la vitesse augmente. Cette diminution est probablement liée aux incertitudes sur les valeurs mesurées.

La Figure 3-51 compare les valeurs de dureté mesurées par Gaffard et al. [Gaffard et al., 2005] sur un joint soudé Grade 91 et sur les microstructures simulées. Le joint soudé de l'étude de Gaffard n'est pas fabriqué avec le même procédé et avec la même énergie de soudage que le joint soudé de la présente étude. Les duretés mesurées sont d'environ 190 $HV_{0,5}$ dans la zone intercritique du joint soudé et autour de 220 $HV_{0,5}$ dans le métal de base.

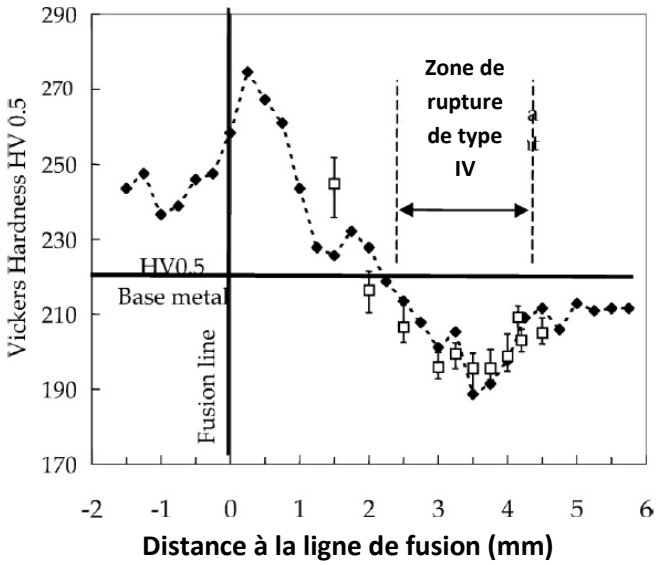


Figure 3-51 : comparaison des duretés entre le joint soudé réel Grade 91 (symbole noir) et les microstructures simulées (symboles vides). Le PWHT de 2h à 760 °C a été appliqué. [Gaffard, 2005]

Les valeurs de dureté de la zone adoucie de la ligne de fusion sont légèrement supérieures aux données de la littérature sur des joints soudés en acier P91.

Ces expérimentations fournissent une première estimation du modèle du cycle thermique de soudage TIG subi par la zone intercritique d'une tôle en acier P91. A ce stade, il est néanmoins essentiel de considérer les différences par rapport au cycle réel vu par les joints soudés Grade 92 de notre étude, les conditions de soudage et le matériau n'étant pas les mêmes. Les dimensions des pièces sont également différentes. Ainsi, des essais de dilatométrie sont réalisés à partir du tube Grade 92 de notre étude afin d'estimer si ce premier cycle permet de reproduire la zone intercritique réelle du joint soudé en acier Grade 92 de l'étude. Ces essais de dilatométrie permettent également de déterminer précisément le domaine intercritique de l'acier Grade 92 pour la vitesse de chauffe estimée (65°C/s) et donc d'estimer l'éventuel décalage des températures de début et de fin de transformation austénitique par rapport à l'acier Grade 91.

3.4.3 Campagne de dilatométrie sur l'acier Grade 92

Dans un deuxième temps, il est donc nécessaire de vérifier si ce cycle thermique est applicable aux joints soudés en acier Grade 92 de l'étude, en première approximation. Ces joints soudés résultent de l'assemblage de deux tubes en acier Grade 92 mis en position bout à bout.

Au cours de la campagne d'essais de dilatométrie, les différentes transformations de phases se produisant au cours du cycle de soudage ont été analysées, et en particulier, l'évolution de la microstructure au cours du cycle vu par la zone intercritique a été examinée.

3.4.3.1 Procédure expérimentale

Le dispositif expérimental est décrit en annexe.

La géométrie des échantillons de dilatométrie est présentée sur le schéma de la Figure 3-52.

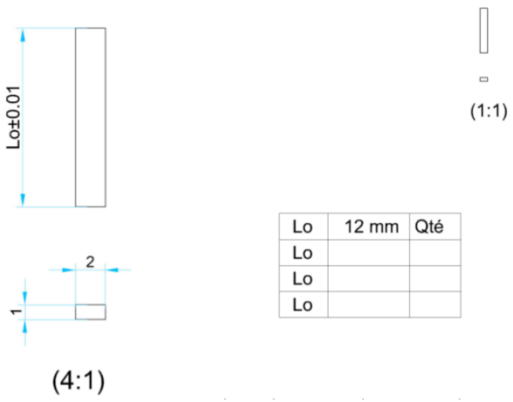


Figure 3-52 : plan des éprouvettes de dilatométrie.

Les éprouvettes ont été prélevées dans l'épaisseur du tube soudé en acier Grade 92, selon l'axe radial. Les cycles thermiques ont été appliqués au matériau de base détensionné (2h à 760 °C). Comme cela a été montré dans le chapitre I, les paramètres microstructuraux, tels que les tailles de sous-grains, la densité de dislocations, les tailles de précipités, entre le métal de base détensionné et non détensionné, sont similaires.

Les premiers essais de dilatométrie ont montré un retard important de la température mesurée par le thermocouple par rapport à la température de consigne, et ainsi une diminution progressive de la vitesse de chauffage mesurée au cours de l'essai. Afin de rendre plus efficace le chauffage de l'éprouvette par rayonnement pour les essais suivants, les éprouvettes de dilatométrie ont ensuite

été préoxydées à 550°C pendant 2h dans un four, à la pression atmosphérique. Une coupe transversale d'une éprouvette a été examinée. Aucune zone ferritique traduisant l'occurrence possible de la décarburation, n'a été observée.

Plusieurs types de cycles ont été réalisés. La vitesse de chauffage appliquée pour ces différents cycles correspond à la vitesse de chauffage imposée par l'opération de soudage sur les différentes zones de la ligne de fusion et estimée à partir de la mesure des thermocouples sur la ligne de fusion, soit 65°C/s. On fait l'hypothèse que la vitesse de chauffage dépend peu du matériau ou des conditions de soudage. On suppose pour cela que le Grade 91 et le Grade 92 possèdent des propriétés thermiques similaires.

Un premier essai a été réalisé jusqu'à une température maximale proche de 1200°C, température à laquelle l'acier est entièrement austénitique. Cet essai a été dépouillé par la règle des leviers afin ensuite d'observer l'évolution de la transformation de phase au cours du chauffage et d'en déduire des valeurs de Ac_1 et Ac_3, ainsi que la cinétique de transformation de la martensite revenue en austénite, pour la vitesse de chauffe considérée.

Dans un deuxième temps, une série de cycles interrompus a été effectuée. La vitesse de refroidissement imposée à ces cycles est très rapide afin de réaliser une trempe. Elle vaut -200°C/s. Cela permet en outre de figer la microstructure et notamment l'état de précipitation du carbone. Ces essais ont ensuite permis de relier la dureté à la fraction d'austénite transformée à une certaine température maximale atteinte.

3.4.3.2 Résultats

L'évolution de la fraction de phase austénitique formée est présentée sur la Figure 3-53.

La courbe de dilatométrie du premier essai est présentée sur la Figure 3-54. Elle décrit l'évolution de la dilatation relative dL/L_0 de l'échantillon en fonction de la température. Un palier de 10 secondes a été imposé au cycle afin de pallier au retard de la diffusion thermique dans l'éprouvette. Malgré la pré-oxydation de l'éprouvette et l'application d'un palier de température, la température de l'éprouvette n'a pas atteint 1300°C. La température maximale était de 1214°C. La transformation étant complète à cette température, cet essai a été conservé pour la suite de l'étude. La vitesse de chauffage est constante jusqu'à 1100°C. Elle diminue progressivement jusqu'à la température maximale.

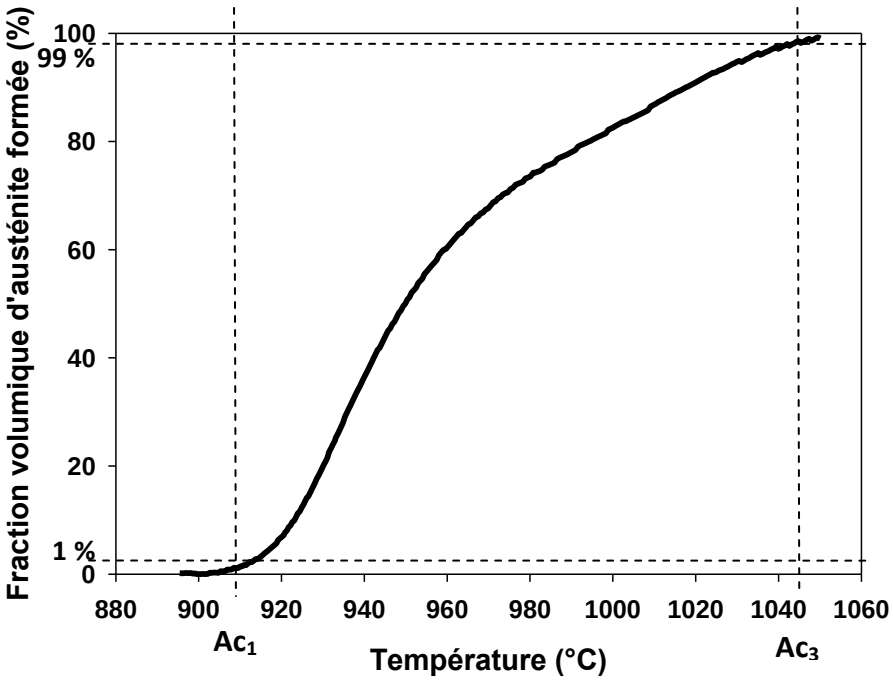


Figure 3-53 : évolution de la fraction de phase austénitique au cours d'un chauffage, de température maximale 1214°C, vitesse de chauffage 65 °C/S.

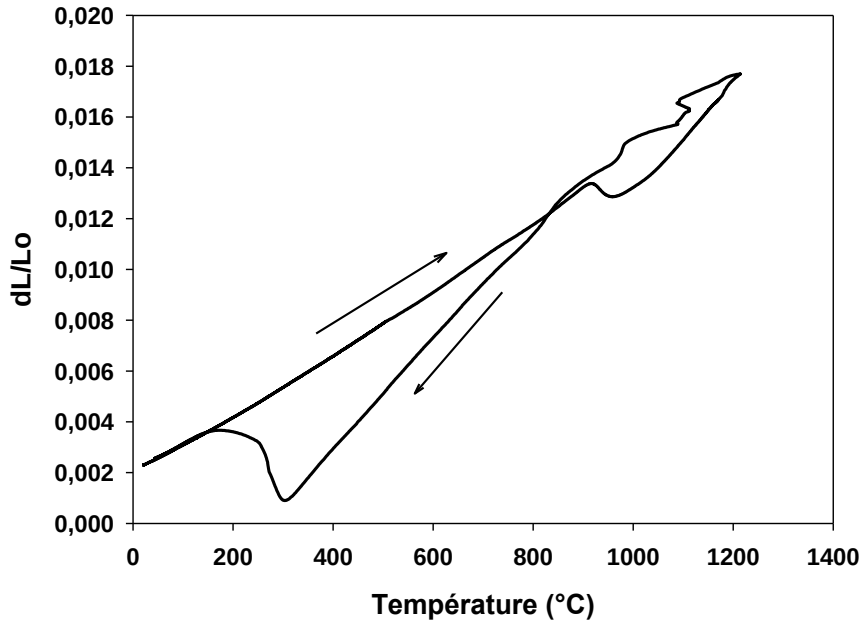


Figure 3-54 : courbe de dilatométrie de l'essai dont la température maximale est proche de 1214°C.

La forme de la courbe indique que l'un des capteurs de déplacement a vibré lors du refroidissement rapide, obtenu par injection de gaz.

Les valeurs de Ac_1 et Ac_3 mesurées sont respectivement 908°C et 1045 °C, à 1% et 99% de phase formée. La précision des mesures obtenues par cette méthode de dilatométrie est de +/- 10 °C.

Ces valeurs sont positionnées par rapport aux valeurs mesurées sur du Grade 91 [Gaffard et al., 2005] et présentées sur le graphique de la Figure 3-55.

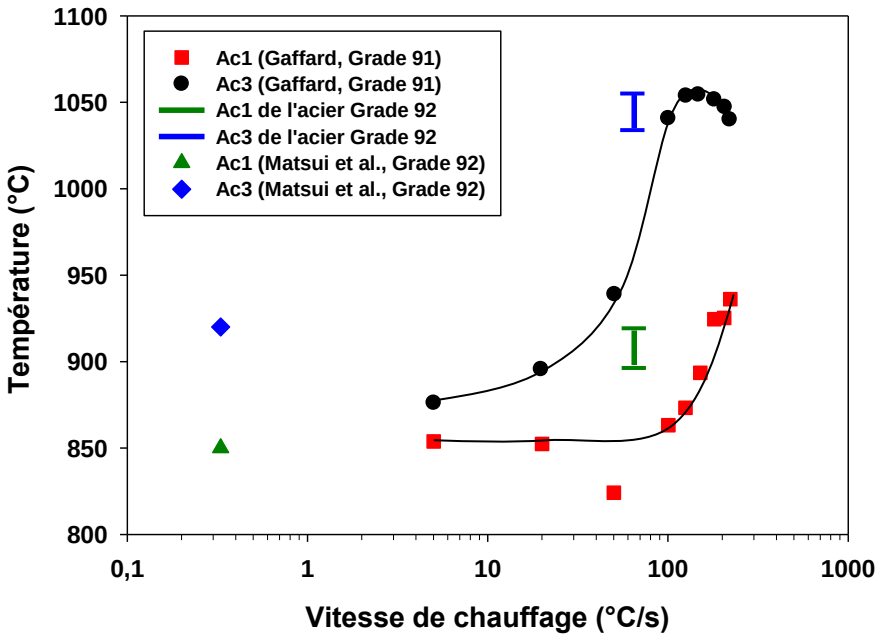


Figure 3-55 : évolution de Ac1 et Ac3 avec la vitesse de chauffage pour l'acier Grade 91 [Gaffard et al., 2005] et l'acier Grade 92 de l'étude.

Le domaine intercritique de l'acier Grade 92 est décalé vers les plus hautes températures par rapport à celui de l'acier Grade 91. A cette vitesse de chauffage pour l'acier Grade 91, Ac1 est d'environ 860 °C et Ac3 vaut environ 970 °C.

A une vitesse de chauffage de 0,33°C/s sur un acier Grade 92, Matsui et al. [Matsui et al., 2001] ont mesuré des valeurs de Ac_1 de l'ordre de 850 °C et de Ac_3 d'environ 920 °C. D'après la Figure 3-55, Ac_1 et Ac_3 tendent à conserver des valeurs constantes pour des vitesses de chauffage basses, inférieures à 10°C/s. Ainsi, la valeur de Ac_1 mesurée par Matsui et al. semble du même ordre de grandeur que celles mesurées sur le Grade 91 mais Ac_3 semble supérieure. La tendance vers les plus grandes valeurs de Ac_3 de l'acier Grade 92 semble donc se confirmer aux plus basses températures de chauffage. Comme cela a été évoqué dans le chapitre précédent 3.3.2.3, la dissolution des carbures est retardée dans l'acier Grade 92 par rapport au Grade 91. Ainsi, la quantité de carbone en solution augmente à des températures plus élevées dans l'acier Grade 92 par rapport à l'acier Grade 91, ce qui peut expliquer une fin de transformation austénitique retardée. Abe et al. [Abe et al., 2010] ont étudié l'influence du bore sur l'évolution de la microstructure d'un acier Grade 92 soumis à un cycle thermique proche de celui de la FGHAZ, suivi d'un PWHT (740°C pendant 4,7h). Ils ont constaté que la présence d'atomes de bore retarde le début de la transformation austénitique. Les auteurs expliquent que la ségrégation du bore aux joints de grains réduit leur énergie, ce qui a pour conséquence de réduire l'efficacité des joints de grains en tant que sites de germination.

Différents cycles ont ensuite été réalisés jusqu'à 35%, 50% et 75 % de la transformation austénitique. Les températures maximales des cycles ont été estimées à partir de la Figure 3-53. Une trempe à l'hélium refroidi est appliquée une fois la température maximale atteinte. Les cycles thermiques imposés sont présentés sur la Figure 3-56. Chaque échantillon subit un unique cycle.

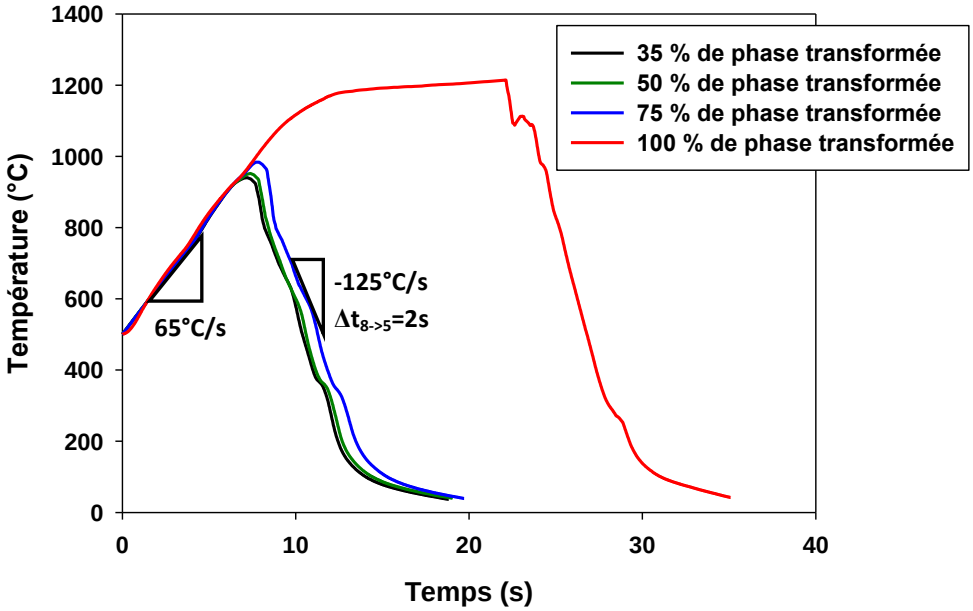


Figure 3-56 : cycles de températures imposés.

Cette étape a une seconde fois été réalisée mais en imposant un cycle plus arrondi autour de la température maximale, afin de permettre le maintien et l'homogénéisation de la température. Le sommet du cycle vu par le thermocouple TC1 a été reproduit pour réaliser cet arrondi. L'objectif est de simuler de manière plus réaliste la continuation de la transformation de phase au cours du pic de température, voire au début du refroidissement. Les cycles thermiques avec et sans homogénéisation de la température et pour 50 % de phase transformée, sont comparés sur la Figure 3-57.

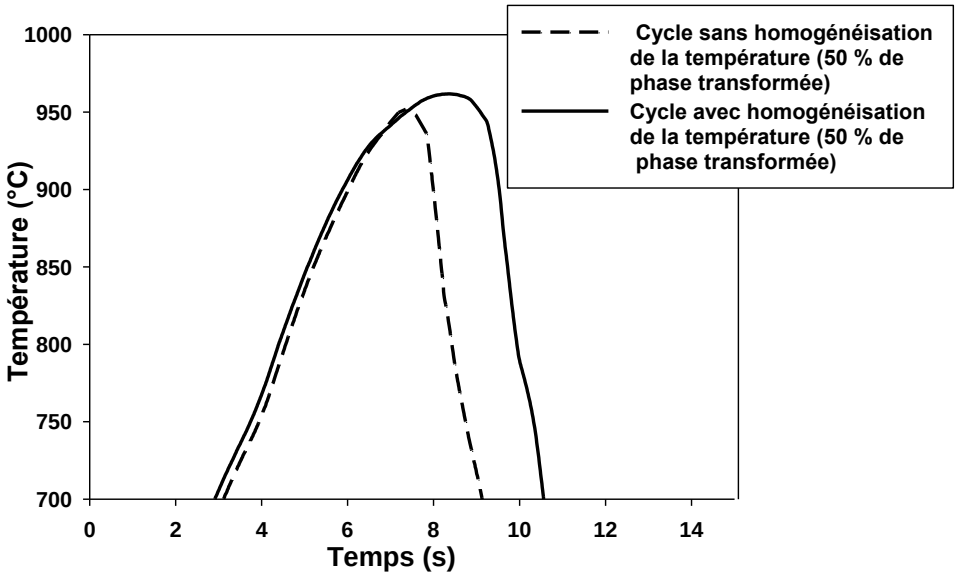


Figure 3-57 : comparaison des cycles thermiques avec et sans homogénéisation de la température, pour 50 % de phase transformée.

En dernier lieu, le cycle thermique correspondant au cycle vu par le thermocouple TC3 a été réalisé. La température maximale vue par ce thermocouple est d'environ 953°C.

Un traitement thermique simulant le détensionnement de 2 h à 760 °C a été appliqué à l'ensemble de ces éprouvettes, après le cycle thermique sur le dilatomètre. A nouveau, la section transversale d'une des éprouvettes a été examinée et aucune trace de décarburation n'a été révélée.

Afin de déterminer le cycle thermique à retenir, des mesures de dureté Vickers ont été faites sur l'ensemble des microstructures simulées. La dureté a été évaluée dans la section transversale de l'éprouvette au niveau des thermocouples soudés. En moyenne quatre empreintes réparties sur toute la surface ont été réalisées pour chaque microstructure. Aucune différence notable de dureté n'a été constatée entre le cœur et l'extrémité de la surface de coupe des éprouvettes. Ces données sont comparées avec la dureté de la zone adoucie de la ligne de fusion, dont la température est mesurée par le thermocouple TC3. Ces données sont reportées sur la Figure 3-58. Les valeurs moyennes sont données sur la Figure 3-59.

Les microstructures simulées jusqu'à une température maximale comprise entre 955 et 960°C, ce qui correspond à 35% d'austénite formée à la température maximale (T_{max}), présentent des valeurs de dureté proches, que l'homogénéisation de la température à T_{max} soit imposée ou non. Ainsi, on peut déduire que le refroidissement n'influence pas notablement la dureté résultante (après PWHT), bien qu'une transformation de la martensite initiale en austénite soit encore possible au tout début de refroidissement.

Le paramètre déterminant semble donc être la température maximale atteinte au cours du cycle simulant le soudage.

La dureté diminue quand T_{max} augmente et atteint un minimum autour de 980°C. Au-delà de cette température, la dureté augmente de nouveau. L'évolution de la dureté est attribuée à la dissolution des carbures au cours du cycle thermique. Elle est fonction de la teneur en carbone, pour une vitesse de chauffage de 65°C/s et pour cet acier. La dissolution débuterait donc autour de 985°C et progresse considérablement avec l'augmentation de la température.

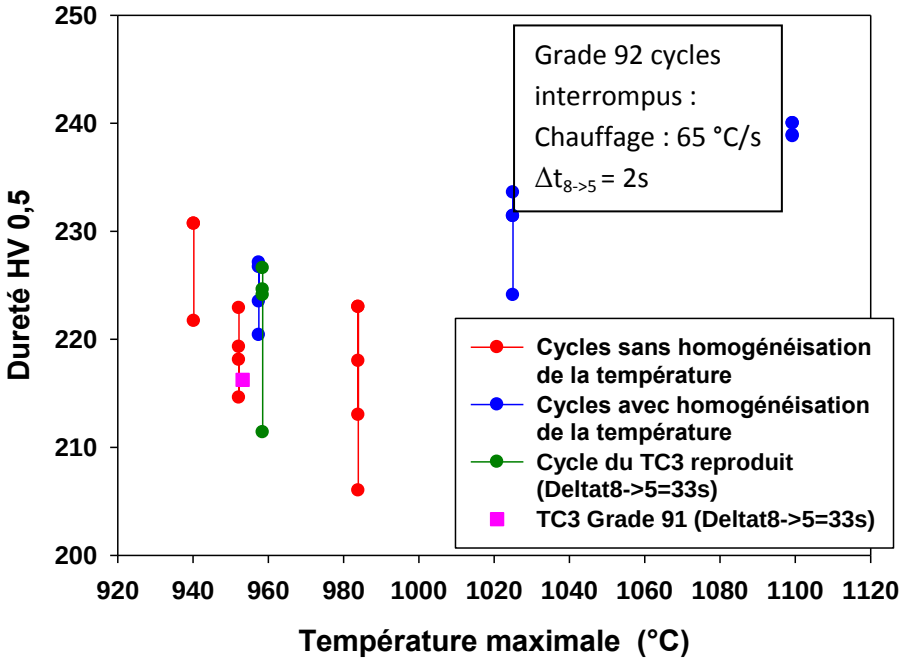


Figure 3-58 : ensemble des valeurs de dureté en fonction de la température de pic appliquée (Détensionnement de 2h à 760 °C).

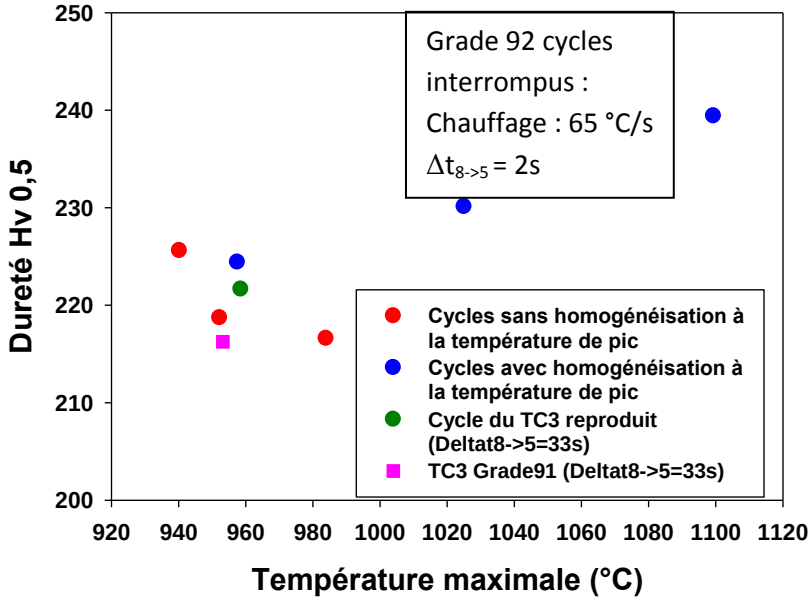


Figure 3-59 : évolution de la dureté moyenne en fonction de la température de pic appliquée (Détensionnement de 2h à 760 °C)..

Par ailleurs, les valeurs de dureté des éprouvettes de dilatométrie cyclées avec une température de pic de 955°C et 981°C sont proches et également proches de la valeur de l'éprouvette en acier Grade 92 qui a subi le cycle du TC3. Cet intervalle de température correspond donc à la gamme de cycles thermiques imposée dans la zone intercritique. Des mesures de dureté sur des plus gros volumes de matière en microstructures simulées vont permettre d'affiner cet intervalle et d'obtenir la température de pic la plus représentative. En outre, ce constat suggère que la vitesse de

refroidissement n'a pas d'effet sur la dureté des matériaux. En effet, les $\Delta t_{8->5}$ des cycles interrompus sont de quelques secondes alors que le $\Delta t_{8->5}$ de l'éprouvette cyclée avec TC3 est de 33s.

Sur la Figure 3-59, l'écart entre les éprouvettes dénotées « TC3 Grade 91 » et « TC3 reproduit » est de l'ordre de 5 $Hv_{0,5}$. Cette différence n'est pas significative compte-tenu de la dispersion des mesures (Figure 3-58).

Les valeurs de dureté mesurées sont cependant éloignées de la dureté de la zone adoucie réelle, évaluée à +/- 200 $Hv_{0,5}$.

3.4.4 Evolutions métallurgiques lors du cycle thermique de soudage et première sélection de cycles à appliquer

Les valeurs du point Ms ont été mesurées pour chaque cycle en fonction de la température maximale de l'essai et sont présentées sur la Figure 3-60. L'incertitude sur la mesure de Ms est de +/- 10 °C. Ces valeurs ont été évaluées à l'aide des courbes de dilatométrie. Ces températures diminuent lorsque la température de pic augmente. Différents paramètres peuvent influencer l'évolution du point Ms.

En premier lieu, la quantité d'éléments en solution solide, et en particulier de carbone, a une influence sur l'évolution de ces valeurs. Lorsque la température augmente, les précipités se dissolvent et la teneur en éléments en solution solide augmente. Des travaux réalisés par Irvine et al. [Irvine et al., 1960] indiquent qu'une augmentation de la teneur en certains éléments et en particulier en carbone, entraine une diminution du point Ms.

Néanmoins, en second lieu, la quantité d'éléments alpha-gènes en solution solide augmente lorsque la température évolue, ce qui a également une influence sur la trempabilité du matériau. En effet, une teneur élevée en ces éléments devrait favoriser l'apparition de la martensite et donc augmenter le point Ms. L'évolution du point Ms observée dans cette étude n'est pas cohérente avec ce phénomène.

Par ailleurs, lorsque la température atteint des valeurs supérieures à la température de dissolution des précipités $M_{23}C_6$ (au-delà de 800 °C) et MX (au-delà de 1100 °C), la migration des joints de grains austénitiques n'est plus limitée par la présence des précipités et la croissance des grains austénitiques est ainsi favorisée. La décomposition de l'austénite en martensite débute aux joints de grains austénitiques [Shtansky et al., 2000]. Ainsi, si la température augmente, moins de sites potentiels de germination de la martensite résultante seront présents.

L'influence du premier phénomène sur l'évolution du point Ms semble prépondérante. La diminution du point Ms avec l'augmentation de la température de pic est liée à l'augmentation de la teneur en éléments d'alliage.

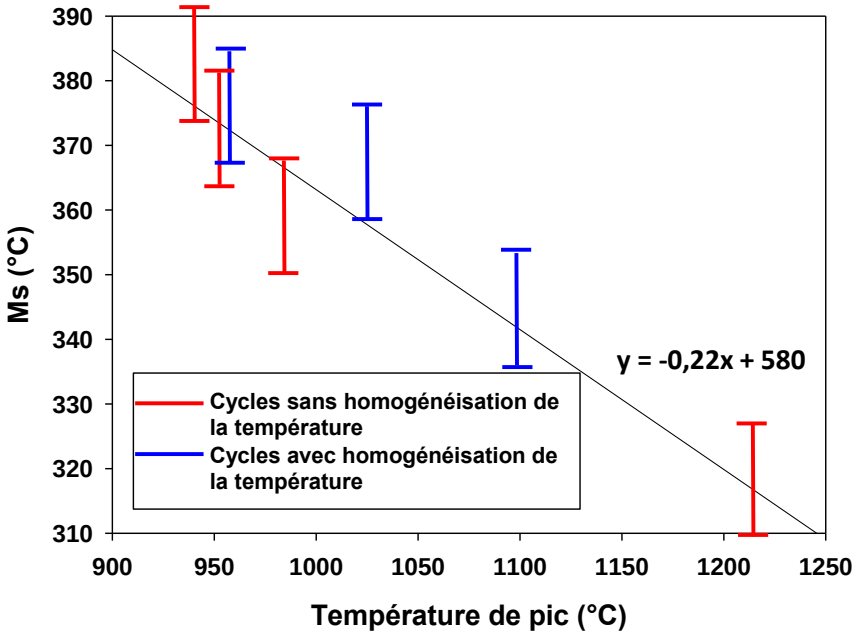


Figure 3-60 : évolution de la température Ms avec la température de pic imposée

On constate que les températures Ms sont légèrement plus élevées pour les cycles au cours desquels la température a été homogénéisée. L'homogénéisation de la température favorise la dissolution des précipités. Ceci est contradictoire avec le constat formulé ci-dessus. Cependant, les écarts observés ne sont pas significatifs compte-tenu des incertitudes sur la mesure de Ms.

Les valeurs du point Ms pour T_{max} en-deçà de 900°C n'ont pas été mesurées. Gaffard et al. [Gaffard et al., 2005] ont mesuré le même type de données sur de l'acier Grade 91 (Figure 3-61). Pour leur étude, la vitesse de chauffage du cycle thermique utilisé est de 155 °C.s^{-1} et la vitesse de refroidissement est de -19°C.s^{-1} ($\Delta t_{8->5}$= 16s). Les auteurs ont relevé deux points Ms. Ce phénomène est lié à la dissolution partielle des carbures dans l'austénite, qui crée des hétérogénéités de composition chimique. Les répartitions en carbone et en chrome dans l'austénite sont hétérogènes. Ce phénomène n'a pas été constaté dans l'acier Grade 92. Comme cela a été évoqué dans le chapitre 3.4.6, la dissolution des carbures $M_{23}C_6$ au cours d'une élévation de température, est probablement retardée par la présence de bore. Ainsi, aux températures considérées, la quantité de carbone en solution dans l'acier Grade 92 est inférieure à celle de l'acier Grade 91.

Les mesures de Gaffard et al. indiquent que le point Ms1 augmente jusqu'à 990°C, avant de diminuer progressivement. Ce résultat est à relier au dernier point évoqué ci-dessus, à savoir que la taille des grains austénitiques croît à partir de 980 °C et ainsi que le nombre de sites de germination possibles pour la martensite (aux joints de grains) diminue.

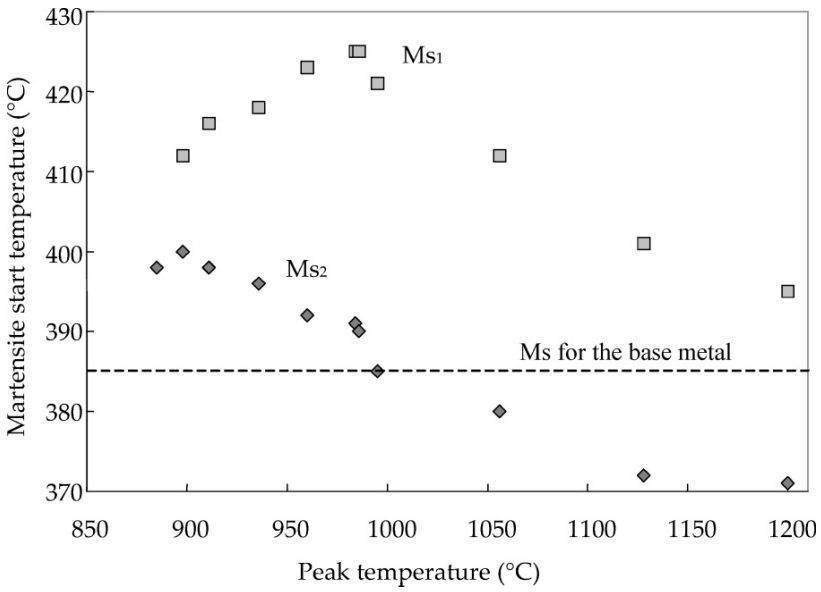


Figure 3-61 : évolution de la température Ms en fonction de la température de pic [Gaffard et al., 2005].

Les valeurs de dureté indiquent que les cycles thermiques choisis (aux températures maximales de 953 °C et de 981 °C, correspondant respectivement à 50 % et 75 % de phase transformée) semblent être représentatifs de celui subi par la zone intercritique. A la température de pic, un temps de maintien est appliqué afin de permettre l'homogénéisation en température. La température de pic reste le paramètre à affiner car la dureté après détensionnement n'est pas pleinement satisfaisante.

Les cycles thermiques ont ensuite été appliqués sur des volumes de matière plus importants à l'aide d'une machine Gleeble. Cette étape permettra de valider le modèle thermique de la zone intercritique des joints soudés en acier Grade 92.

3.4.5 Application des cycles thermiques aux ébauches d'éprouvettes de fluage et choix du traitement thermique utilisé pour reproduire la zone adoucie

Deux types d'ébauches sont utilisés pour réaliser cette campagne d'essai. Elles ont été prélevées dans l'axe du tube et centrées dans l'épaisseur. Le plan de prélèvement est présenté en annexe.

Des ébauches d'éprouvettes de type Phi5 (diamètre de 5 mm) servent à valider le cycle à appliquer avec la machine Gleeble. Le cycle défini pour reproduire la zone adoucie est ensuite appliqué sur des ébauches cylindriques de type Phi11 (diamètre de 11 mm), dans lesquelles seront prélevées les éprouvettes de fluage.

Les éprouvettes Phi5 permettent dans un premier temps de valider le cycle thermique réalisé à l'aide de la machine Gleeble sur des ébauches plus larges que les éprouvettes de dilatométrie et dans des conditions de chauffage représentatives de celles appliquées aux ébauches d'éprouvettes de fluage. En effet, les conditions de refroidissement sont différentes avec le dilatomètre et avec la machine Gleeble. Les éprouvettes de dilatométrie sont refroidies par convection au niveau des bords de leur surface latérale. Les ébauches Gleeble sont refroidies par conduction à l'intérieur, donc plus rapidement que les éprouvettes de dilatométrie. Ces éprouvettes ont une section circulaire de 5 mm de diamètre et ont une longueur de 90 mm.

Bilat [Bilat, 2007] a montré sur un acier faiblement allié et pour des cycles avec austénitisation complète, sur la même machine Gleeble, que le temps de refroidissement sur des éprouvettes de section carrée de 11*11 mm² (□11) est peu différent de celui mesuré sur des éprouvettes Phi5. Le refroidissement est imposé par l'arrêt du courant. L'enceinte est sous vide primaire. Pour une distance entre mors de 15 mm et une température maximale de 1250 °C, Bilat a estimé la valeur de $\Delta t_{8->5}$ à 5,4s pour l'éprouvette Phi5 et à 5s pour l'ébauche □11. La réponse varie donc peu avec la géométrie de l'ébauche.

La zone chauffée est homogène sur une zone de longueur de 6 mm, ce qui correspond environ à un tiers de la distance entre mors. Par comparaison, la zone adoucie réelle est large de 2 mm. La distance entre les lèvres de l'entaille faite dans les éprouvettes prélevées tant en zone adoucie réelle qu'en zone adoucie simulée est de 1,1 mm.

Deux cycles thermiques identiques au cycle du thermocouple TC3 ont été appliqués à des ébauches Phi5 à l'aide de la machine Gleeble. Les cycles diffèrent par leur température maximale qui est de 953°C et de 981°C. Ces températures maximales sont celles pour lesquelles les minima de dureté sont atteints.

Un traitement thermique de détensionnement de 2h à 760°C a été appliqué aux deux ébauches.

Les mesures de dureté sont indiquées sur la Figure 3-62 et la Figure 3-63.

D'après la Figure 3-62, on constate que les microstructures simulées à une température de pic de 981°C sont celles qui présentent les valeurs de dureté les plus proches de celles de la zone adoucie des joints soudés Grade 92, de l'ordre de 197 $Hv_{0,5}$. Néanmoins ces valeurs restent relativement élevées. Pour cette température de pic, les duretés mesurées sur les échantillons de dilatométrie et les échantillons Gleeble Phi5 sont relativement proches.

Les valeurs de dureté mesurées sur les éprouvettes Gleeble ayant subi une température de pic de 953 °C sont légèrement supérieures aux valeurs mesurées sur les échantillons de dilatométrie ayant subi cette même température de pic.

Compte-tenu des valeurs de dureté mesurées, le cycle dont la température maximale est de 981 °C est considéré comme le plus représentatif du cycle réel de la zone adoucie.

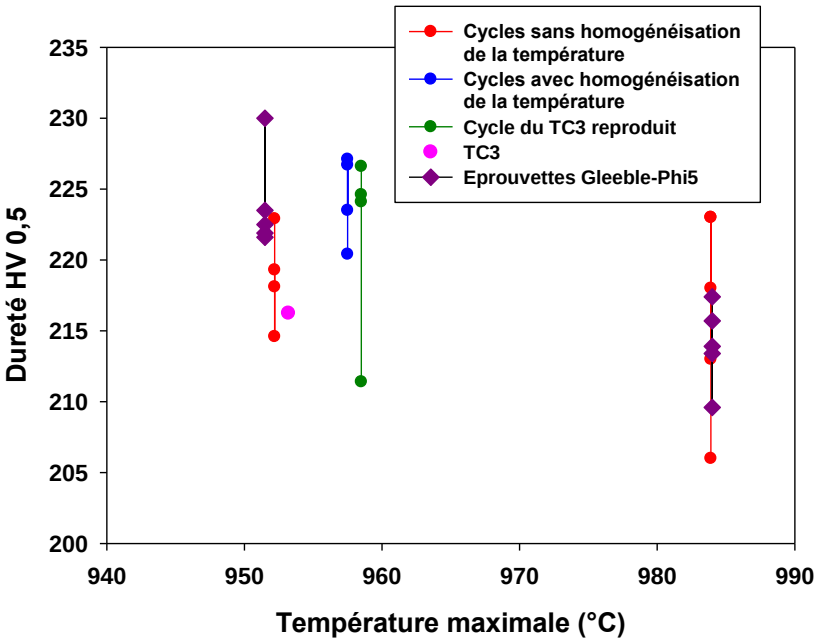


Figure 3-62 : dureté des échantillons de dilatométrie et Gleeble, auxquels ont été appliqués les cycles thermiques.

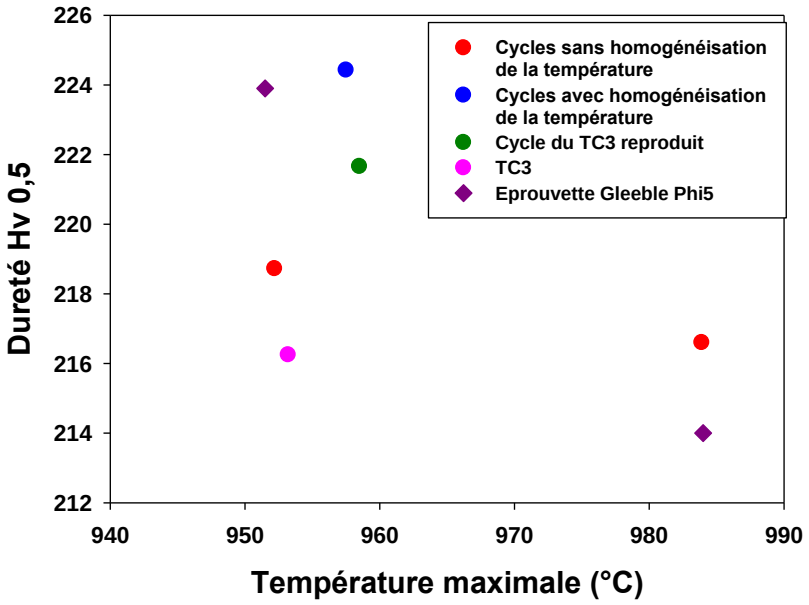


Figure 3-63 : dureté moyenne des échantillons de dilatométrie et Gleeble, auxquels ont été appliqués les cycles thermiques.

Les valeurs minimales de dureté mesurées sont donc supérieures à la dureté de la zone adoucie. Plusieurs phénomènes peuvent expliquer cette différence.

Chaque passe de soudage induit un revenu local à la microstructure du matériau de la passe précédente, pouvant finalement être à l'origine d'un adoucissement de cette microstructure. Afin d'observer un éventuel effet du recuit entre passes, une filiation de dureté a été réalisée dans la zone affectée par la dernière passe de soudage. La dureté mesurée dans la zone adoucie est de 202 $HV_{0,5}$, contre 195 $HV_{0,5}$ mesurée dans la zone adoucie à mi-épaisseur du joint. Le recuit entre passes

favorise donc l'adoucissement dans la zone adoucie. Néanmoins, un écart significatif subsiste entre les duretés mesurées dans la zone adoucie réelle et dans la zone adoucie simulée.

Le second phénomène pouvant expliquer cette différence de dureté est l'effet des contraintes thermomécaniques liées à l'auto-bridage de la zone pendant le soudage. Ce phénomène a été évoqué dans la partie I et a conduit à un adoucissement de la zone appelée « TMAZ » par rapport au métal de base détensionné.

Différentes solutions peuvent être envisagées pour prendre en compte ces deux phénomènes. La première est l'application d'un cycle de soudage simulé incluant les effets thermomécaniques (qui restent à évaluer quantitativement). Une machine de type Gleeble permettrait de reproduire ce phénomène. La seconde solution est l'application d'un traitement de détensionnement à plus haute température dans l'optique de tenir compte du recuit entre les passes de soudage.

Afin de diminuer les valeurs de dureté du matériau et d'obtenir une microstructure plus représentative de la microstructure réelle, la température du traitement de détensionnement a été progressivement modifiée.

La température du traitement de détensionnement a été ajustée en considérant les mesures de dureté sur les ébauches Ph11. Différents essais ont été faits afin d'observer l'influence de certains paramètres (températures et durées de revenu) sur l'évolution de la dureté d'un échantillon Gleeble soumis au cycle thermique de soudage jusqu'à une température maximale visée de 981 °C. Les températures réellement atteintes sont comprises entre 985°C et 988°C. En premier lieu, un échantillon ayant subi un premier revenu à 740 °C pendant 2 h, a subi un second revenu de 2h à 760 °C afin de voir l'influence de la durée de revenu. Le premier revenu devait initialement être à 760 °C mais une erreur de consigne s'est produite.

La dureté après le premier revenu valait 222 $Hv_{0,5}$ et valait 219 $Hv_{0,5}$ après le second revenu. Ce premier résultat indique que le second revenu n'a pas eu d'influence sur l'évolution de la dureté du matériau. Le revenu supplémentaire à 760 °C n'a pas modifié la dureté du matériau.

Une meilleure homogénéisation de la microstructure lors du cycle thermique de soudage ne semble pas avoir d'influence sur l'évolution de la sous-structure après revenu.

Une ébauche Ph11 traitée thermiquement avec le cycle choisi, a ensuite subi un revenu de 2h à 780 °C. La dureté mesurée est de 220 $Hv_{0,5}$. Ainsi, un revenu à 780 °C n'a pas modifié la dureté du matériau. Un second revenu de 2 h à 780 °C a été appliqué afin de voir, à cette température, l'influence de la durée du revenu. La dureté est évaluée à 216 $Hv_{0,5}$. La sous-structure pourrait donc avoir été légèrement modifiée. Au vu de la dispersion expérimentale sur les éprouvettes Phi5, estimée à +/- 5 $Hv_{0,5}$, cette différence n'est cependant pas significative. Par ailleurs, cette valeur est encore trop élevée pour considérer la microstructure obtenue comme représentative de la zone adoucie réelle.

Un résultat plus concluant est ensuite obtenu en appliquant au matériau un revenu à 800°C. Cette température n'a pas été augmentée davantage afin de limiter les évolutions microstructurales, plus importantes au-delà de 800°C (restauration, grossissement excessif des précipités). Par ailleurs, cette température doit être prise inférieure à A_1 pour éviter l'apparition d'austénite de réversion. La valeur de dureté obtenue est de 210 $Hv_{0,5}$. Cette valeur est proche de la valeur de dureté mesurée dans la

zone adoucie. La microstructure est donc considérée comme représentative, avec le traitement de détensionnement appliqué au moins en termes de température maximale atteinte, de vitesse de refroidissement et de dureté après détensionnement.

Les différences de dureté observées entre la zone adoucie réelle et la microstructure reproduite par des essais de dilatométrie ou par des cycles Gleeble, sont probablement liées aux conditions de réalisation. La zone adoucie est formée lors du procédé de soudage de deux tubes. Cette zone subit probablement des contraintes mécaniques liées aux changements de phase lors du soudage et est le siège de mécanismes de restauration à températures élevées. On peut supposer que les contraintes thermomécaniques aient facilité les mécanismes de restauration dans la zone adoucie. Ce potentiel auto-bridage de la soudure a lieu dans le sens longitudinal du tube. Or, les filiations et les cartographies de dureté ont été réalisées dans le plan constitué de l'axe radial et de l'axe longitudinal des tubes mis bout à bout. La dureté est donc mesurée dans cette zone potentiellement auto-bridée. Des essais thermomécaniques à l'aide de la machine Gleeble permettraient de voir les effets des contraintes mécaniques sur la microstructure de la ZAT, lors de l'application d'un cycle thermique.

Le cycle thermique choisi et appliqué aux ébauches MF11, est le suivant :

- La température de pic visée est de 981°C.
- La vitesse de chauffage imposée est de 65 °C/s.
- Le refroidissement est celui vu par le thermocouple, placé dans la zone molle de la ligne de fusion en Grade 91 ($\Delta t_{8->5}$=33s).
- Le traitement de détensionnement est de 2 heures à 800°C.

Bauer et al. [Bauer et al., 2010] ont également cherché à déterminer le cycle thermique vu par la zone adoucie. Ils ont procédé à un essai de soudage instrumenté pour déterminer les cycles thermiques vus par les différentes zones de la soudure. Des thermocouples ont été placés à intervalles réguliers entre la zone fondue et le métal de base. Des essais de fluage sur des éprouvettes en microstructures simulées ont ensuite révélé la zone de plus faible résistance au fluage. Ils ont validé le choix du cycle thermique de la zone adoucie par ces considérations mécaniques.

Laha et al. [Laha et al., 2007] ont réalisé des cycles thermiques à différentes températures maximales comprises entre 750 °C (en dessous de Ac1) et 1160 °C (au dessus de Ac3). Ils ont corrélé ces températures avec les valeurs de dureté, de résistance mécanique et de tailles de grains austénitiques des différentes microstructures. Ils ont choisi le cycle thermique vu par la zone adoucie à l'aide de ces résultats. Par ces mesures, les auteurs ont mis en avant que la zone adoucie se situe dans la zone intercritique. La température maximale vue par la zone adoucie de cet acier Grade 91 est de 850 °C. Cette température est inférieure à la celle de la zone adoucie en acier Grade 92 de l'étude.

3.4.6 Caractérisation microstructurale de la zone adoucie simulée

La zone simulée a fait l'objet d'une caractérisation expérimentale dans l'optique de valider sa représentativité avec la zone adoucie réelle, et également pour voir si la température de revenu plus élevée avait modifié d'autres éléments de la microstructure.

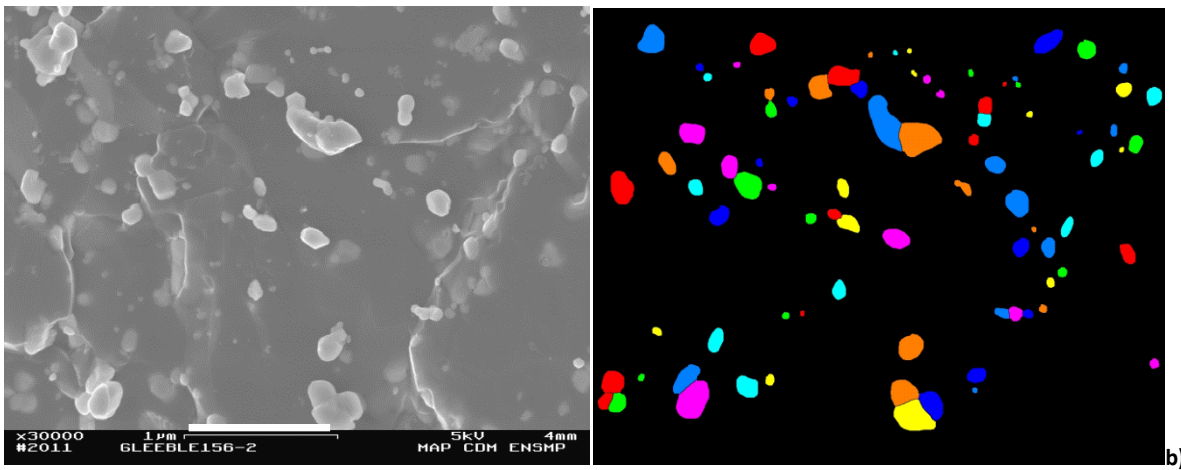
La Figure 3-62 et la Figure 3-63 montrent que la dureté atteint une valeur minimale vers une température maximale du cycle de 980 °C puis augmente ensuite pour des plus hautes températures. Ce constat suggère que la dissolution des précipités débute à cette température et est retardée par rapport au début de la transformation austénitique.

L'évolution des carbures au cours du cycle thermique de la zone intercritique n'est pas complètement comprise. Les phénomènes pouvant se produire ont été expliqués dans le chapitre 3.3.2.3.

Les types de précipités présents dans la microstructure sont les mêmes que ceux présents dans le métal de base et dans la zone adoucie, à savoir les carbonitrures MX (V(C, N)) et Nb (C, N)) et $M_{23}C_6$ (M= Cr, Fe, Mo).

Comme cela a été évoqué dans le chapitre II, les précipités MX n'ont a priori pas évolué lors du cycle thermique de la zone adoucie [Laha et al., 2007]. La dissolution de ces précipités a lieu à des températures supérieures à 1100 °C [Brachet, 1991]. Aucun examen des tailles et des distributions de précipités MX n'a donc été réalisé puisque ceux-ci n'ont probablement pas évolué lors du traitement de détensionnement de 2h à 800 °C.

Les précipités $M_{23}C_6$ ont été étudiés en utilisant la même procédure que celle utilisée pour le métal de base et la zone adoucie décrite précédemment (chapitre I). Une micrographie faite sur une réplique extractive prélevée dans la zone adoucie simulée est présentée sur la Figure 3-64. Les distributions de tailles de précipités $M_{23}C_6$ ont été comparées et sont présentées sur la Figure 3-65. Un exemple de cartographie des particules est également présenté.



a) b)

Figure 3-64 : a) micrographie réalisée au MEB-FEG sur une réplique extractive prélevée dans la zone adoucie simulée, b) cartographie des contours de précipités.

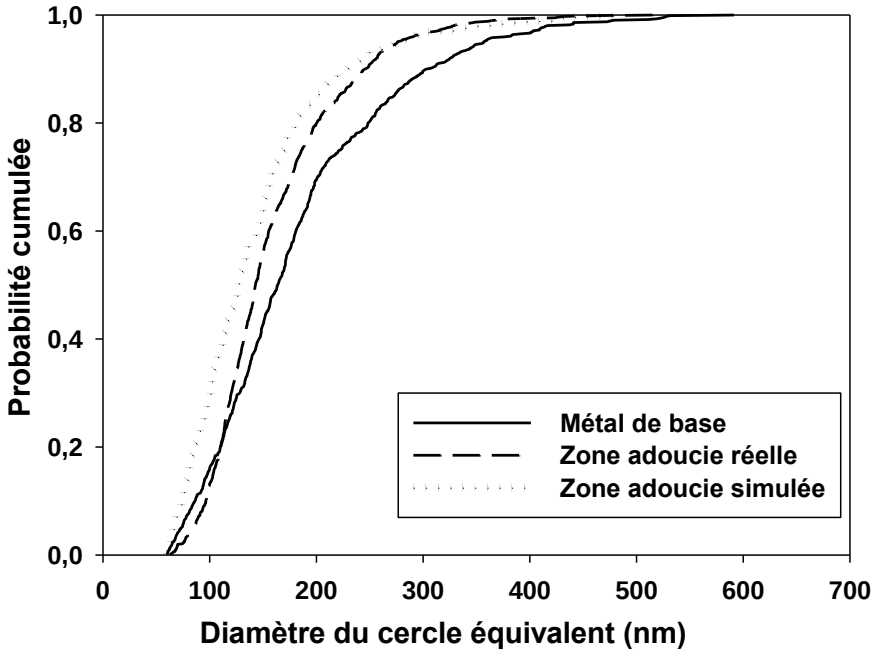


Figure 3-65: distributions des tailles de précipités dans le métal de base, dans la zone adoucie réelle et dans la zone adoucie simulée.

La distribution des tailles de précipités dans la microstructure de zone adoucie simulée est proche de la distribution des tailles de précipités dans la zone adoucie réelle. Les tailles moyennes de ces précipités sont comparées dans le Tableau 3-12.

	Nombre de particules mesurées	Taille moyenne (nm)	Ecart-type (nm)
Métal de base	742	178	91
Zone adoucie	770	159	63
Zone adoucie simulée	495	143	70

Tableau 3-12 : tailles de précipités $M_{23}C_6$.

La taille moyenne des précipités $M_{23}C_6$ dans la zone adoucie simulée est proche de la taille moyenne de ces précipités dans la zone adoucie réelle. La zone adoucie simulée comporte des précipités légèrement plus petits. Cet écart n'est pas significatif compte-tenu de l'incertitude de mesure.

Les distributions des distances minimales entre particules ont également été comparées aux distributions obtenues dans le métal de base et dans la zone adoucie (Figure 3-66).

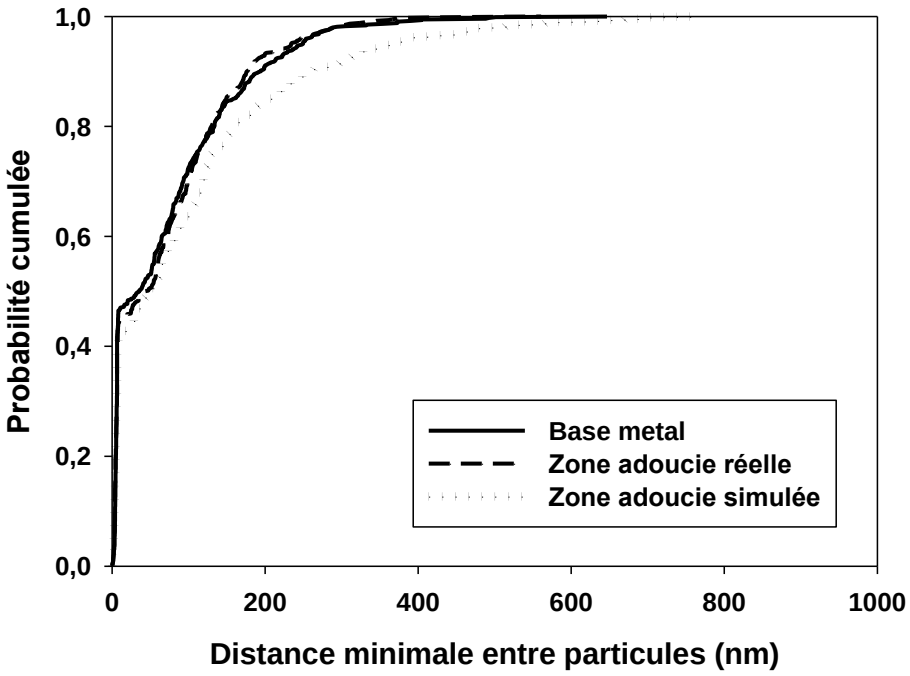


Figure 3-66 : distribution des distances entre particules dans le métal de base, la zone adoucie et la zone adoucie simulée.

Les distributions sont très proches. Les particules présentes dans la zone simulée semblent légèrement plus espacées mais cette différence n'est pas considérée comme significative au vu de l'incertitude de mesure.

Les tailles moyennes de précipités dans la zone adoucie simulée sont donc considérées comme proches des valeurs mesurées dans la zone adoucie réelle.

Les tailles de sous-grains et la densité de dislocations n'ont pas été mesurées, en raison du manque de temps et du choix de privilégier l'étude de la TMAZ. Ces informations sont néanmoins nécessaires et il est envisagé de les acquérir à très court terme (quelques semaines).

3.4.7 Conclusion

Les différentes étapes de cette étude nous ont conduits à choisir un cycle thermique dont la température maximale est de 981 °C et atteinte à une vitesse de chauffage de 65 °C/s. A cette température, 75% d'austénite s'est formée. Le Δt8->5 imposé est de 33 secondes.

Des considérations métallurgiques nous ont ensuite permis de valider la microstructure simulée de la zone adoucie, obtenue par application de ce cycle. La microstructure simulée obtenue est considérée comme représentative de la microstructure de la zone adoucie.

Néanmoins, les valeurs de dureté mesurées dans la zone adoucie simulée sont légèrement supérieures à celles de la zone adoucie réelle. Ce constat est probablement lié aux conditions de soudage de la zone adoucie réelle qui ne sont pas reproduites lors de l'application du cycle sur la machine Gleeble. D'une part, la zone adoucie subi un revenu supplémentaire lors de l'application de la passe ultérieure, ce qui créé un léger adoucissement de la microstructure. D'autre part, la zone

adoucie a probablement subi des contraintes thermomécaniques liées à un auto-bridage de la soudure. La zone adoucie semble avoir subi un traitement thermomécanique lors du soudage.

Afin de palier à la différence de dureté observée, un revenu à une température de 800°C, supérieure à la température de détensionnement du joint soudé réel, a été appliqué à la microstructure. Ce revenu ne semble pas avoir modifié l'état de précipitation par rapport à la zone adoucie réelle. La comparaison des tailles de sous-grains et des densités de dislocations est envisagée à très court terme pour compléter cette validation.

3.5 Caractérisation de la zone fondue

3.5.1 Introduction

Une caractérisation métallurgique approfondie a été réalisée sur la zone fondue. La zone fondue doit posséder des valeurs de résilience et de ténacité suffisamment élevée. Il est donc essentiel de contrôler la présence et la quantité de sites potentiels d'amorçage et de propagation de fissures, tels que de larges précipités, des inclusions ou des zones de ferrite delta [Cai et al., 1997].

Dans les aciers à haute teneur en chrome comme le P92, il est nécessaire de vérifier la présence de ferrite delta. En effet une teneur élevée en chrome est à l'origine de la formation de zones ferritiques, au cours de la solidification en soudage. La présence de telles zones est néfaste pour les propriétés en ténacité du matériau.

3.5.2 Composition chimique du métal d'apport et spécifications

Les produits d'apport des joints soudés de l'étude possèdent une composition chimique très proche de celle du métal de base. Les compositions chimiques sont rappelées dans le Tableau 3-13 :

	C	Mn	P	S	Si	Cr	W	Mo	V	Al	Ni	Nb	N	B
Métal de base	0,12	0,54	0,014	0,004	0,23	8,68	1,59	0,37	0,19	0,02	0,26	0,06	0,046	0,002
Thermanit MTS 616	0,099	0,73	0,010	0,004	0,25	8,64	1,72	0,49	0,198	0,02	0,50	0,064	0,042	-
P92-IG	0,109	0,46	0,008	0,001	0,38	8,76	1,55	0,40	0,201	-	0,53	0,06	0,044	-

Tableau 3-13 : composition chimique du métal de base P92 et des produits d'apport Thermanit MTS 616 et P92IG (% massique).

La zone fondue doit répondre à des exigences en termes de propriétés en fluage et de ténacité [Richardot et al., 2000].

La valeur en résilience souhaitée pour le métal fondu P92 est de 50J à 20°C [V & M, 2000].

Certains éléments chimiques, tels que le carbone et l'azote qui vont former des carbonitrures, sont essentiels à la bonne résistance au fluage du matériau. Néanmoins, ces éléments ont un effet potentiellement néfaste sur les propriétés en ténacité [Vaillant et al., 2008, V & M, 2000]. Il en est de même pour le tungstène et le niobium, qui par ailleurs, lors du soudage, favorisent les phénomènes de fissuration à chaud. En effet, ces éléments, en trop grande quantité, peuvent entraîner l'apparition de fines phases liquides, qui deviennent le siège de fissures au moment de leur solidification.

Dans le métal d'apport, les teneurs en manganèse et en nickel sont contrôlées afin d'obtenir les valeurs de ténacité exigées. L'ajout de nickel et de manganèse améliore la résilience du matériau. Les teneurs maximales de ces éléments pour le métal d'apport sont supérieures aux spécifications du métal de base [Vaillant et al., 2008]. Néanmoins, la somme de leurs teneurs est limitée à 1,5%, en

raison de leur influence sur Ac_1 [The T92/P92 Book]. Les deux produits d'apport ont été placés sur le graphique de la Figure 3-67 (en bleu le produit d'apport P92 IG et en rouge le Thermanit MTS 616).

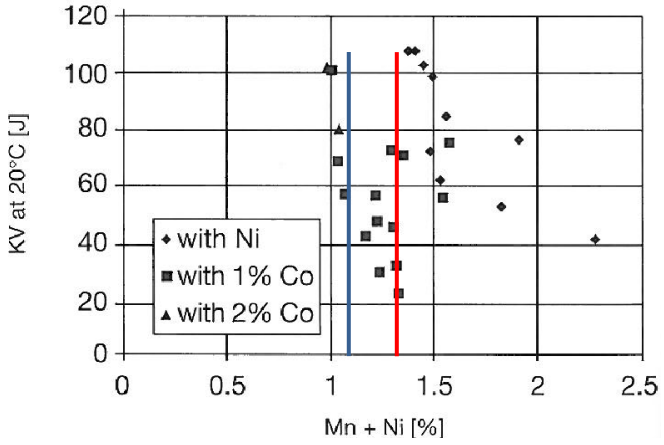


Figure 3-67 : influence du manganèse et du nickel sur les propriétés en résilience [V & M, 2000]. En bleu : P92IG ; en rouge : Thermanit MTS616.

Les paramètres de soudage et du traitement post-soudage ont également une influence considérable sur les propriétés en ténacité et doivent donc être définis précisément.

D'une part, il est primordial que le joint soudé possède une microstructure complètement martensitique. La présence d'austénite résiduelle fragilise le matériau. Ainsi, le joint soudé doit être refroidi au moins en-dessous de la température de fin de transformation martensitique. Cai et al. [Cai et al., 1995] ont montré sur un acier à 12% de chrome que refroidir le matériau en dessous de la température de fin de transformation martensitique avant le traitement post-soudage améliorait notablement les propriétés en ténacité du matériau.

Le traitement de détensionnement est également essentiel pour s'assurer des bonnes propriétés en ténacité de la martensite formée. Concernant les joints soudés de cette étude, le PWHT consiste en un revenu sous air à 760°C pendant 6h pour la soudure TIG manuel et pendant 4h30 pour la soudure par procédé TIG automatique. La descente en température est liée à l'inertie du four.

Vaillant et al. [Vaillant et al., 2008] expliquent par ailleurs que la formation de fines passes de soudage améliore les effets du PWHT et augmente les propriétés en ténacité.

3.5.3 Microstructure de la zone fondue

3.5.3.1 Observations par microscopie optique

La caractérisation a été réalisée sur le joint soudé avec produit d'apport Thermanit. Le joint réalisé à partir de ce produit d'apport est le joint de référence pour la thèse.

La surface du joint soudé a été polie d'abord mécaniquement jusqu'à 1 µm puis avec une solution de silice colloïdale (OPS). Une attaque chimique au réactif de Villela.

Les observations au microscope optique révèlent deux types de morphologies d'anciens grains austénitiques, comme le montrent les micrographies des Figure 3-68 a) et b) et Figure 3-69. La zone fondue est constituée d'une microstructure à grains austénitiques colonnaires et d'une microstructure de plus petits grains austénitiques équiaxes. La croissance des grains colonnaires est permise grâce aux températures élevées subies au cours du soudage. Ces grains austénitiques se solidifient pendant la durée d'une passe. Les grains équiaxes sont formés lors de l'application d'une

passe supérieure. La nouvelle passe de soudage induit une augmentation de température locale sur la zone supérieure de la passe précédente. Mythili et al. [Mythili et al., 2003] expliquent les changements microstructuraux dans le métal fondu au cours du soudage de composants en acier 9Cr-1Mo[3]. Le métal de la passe située au-dessous, de structure martensitique, est donc partiellement ou totalement réausténitisé [Mythili et al., 2003], voire refondu. Une microstructure « secondaire » est donc formée. Cette évolution dépend des températures atteintes lors du procédé de soudage, de la distance à la source de chaleur et de la vitesse de passage des torches [Mythili et al., 2003].

Wang et al. [H. Wang et al., 2009] décrivent précisément les différentes microstructures observables dans la zone fondue d'un acier (procédé SAW, énergie de soudage 37,6 KJ/cm), en fonction des traitements thermiques imposés par l'application des passes ultérieures.

La zone brute de refroidissement, observable au niveau des dernières passes de soudage, présente des gros grains de forme colonnaire.

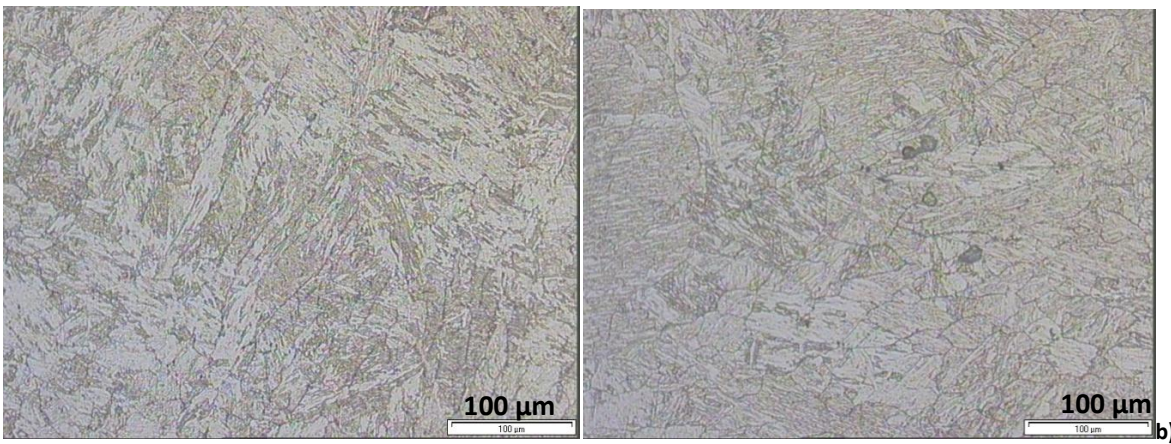
En deçà de cette zone, les passes de soudage ont vu une ou plusieurs passes supérieures.

L'application d'une passe entraine elle-même différents traitements thermiques à la passe inférieure : passage dans le domaine ferritique, réausténitisation totale, réausténitisation partielle, revenu.

Par ailleurs, les températures et les durées de revenu ne sont pas identiques dans toute la zone concernée.

De cela résultent plusieurs microstructures coexistant en zone fondue, différentes par :

- La taille et la forme des anciens grains austénitiques, ainsi que des lattes de martensite.
- Le type de précipités, ainsi que leur taille.
- La présence de ferrite delta, ainsi que la forme de celle-ci.

a) 

b)

Figure 3-68 : micrographies optiques de la microstructure de la zone fondue a) zone à gros grains colonnaires, b) zone à grains équiaxes (Attaque Villela).

[3] Composition : 8.24Cr, 0,955Mo, 0,356Mn, 0,072C, 0,021P, 0,265Si, 0,008S.

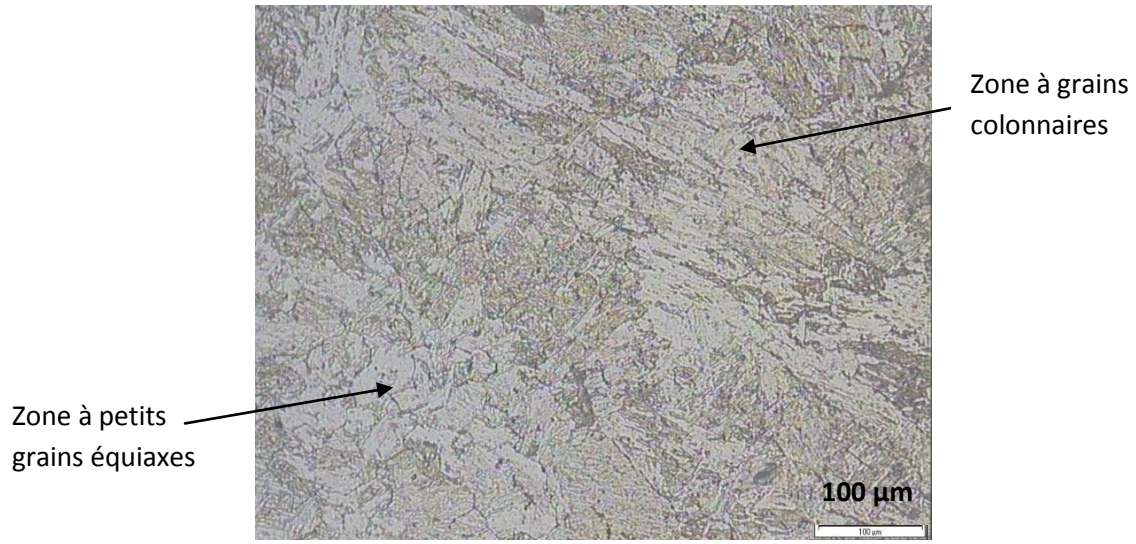


Figure 3-69 : micrographie optique de la zone fondue. Transition entre zones à grains colonnaires et équiaxes (Attaque Villela).

Des zones singulières ont été observées en zone fondue en microscopie optique et ont fait l'objet d'une attention particulière.

Deux types de zones ont été repérés : des liserés fins ainsi que des zones « blanches », dépourvues de précipités. Ces zones sont visibles sur les micrographies optiques des Figure 3-70 a) et b).

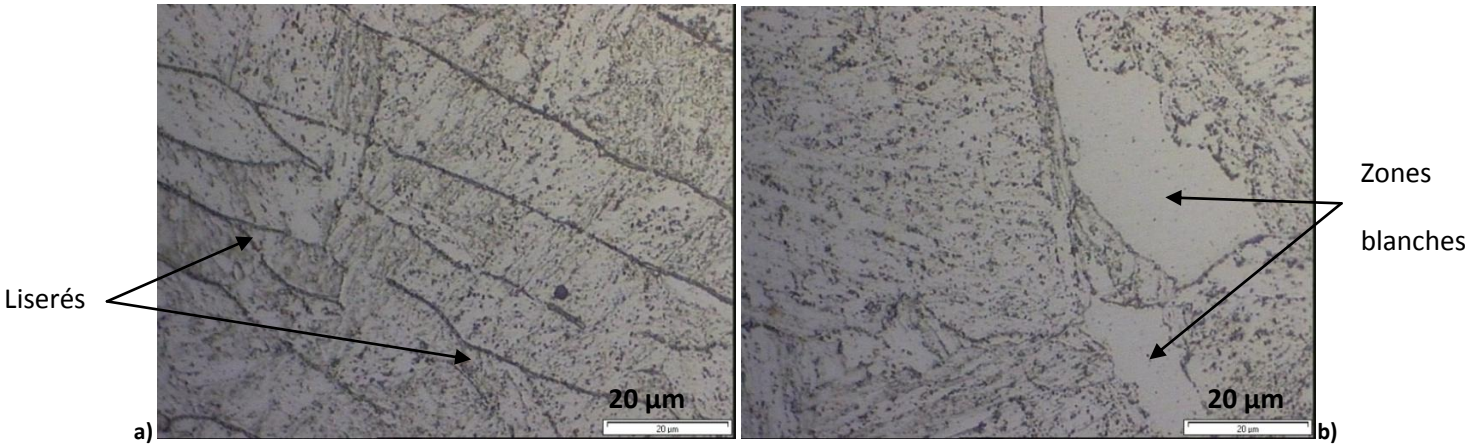


Figure 3-70 : observations en microscopie optique a) de lisérés fins et b) de zones blanches, présentes en zone fondue (Attaque Villela).

Les zones blanches n'ont été observées que dans les dernières passes de soudage. Les lisérés sont répartis dans toute la zone fondue.

3.5.3.2 Observations au MEB FEG

Pour réaliser ces observations, la surface du joint soudé a été polie mécaniquement jusqu'à 1 µm puis avec une solution de silice colloïdale (OPS). Une attaque chimique au réactif de Villela a été effectuée.

Les zones « blanches » et les lisérés sont caractérisés par des contours formant des lignes quasi-continues de précipités, comme le montrent les observations au MEB-FEG, de la Figure 3-71 et de la Figure 3-72.

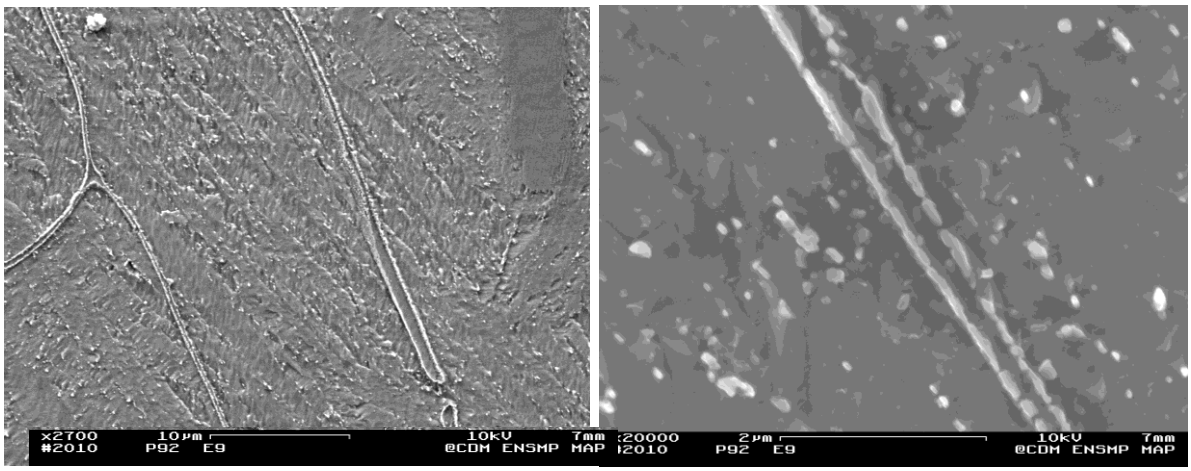
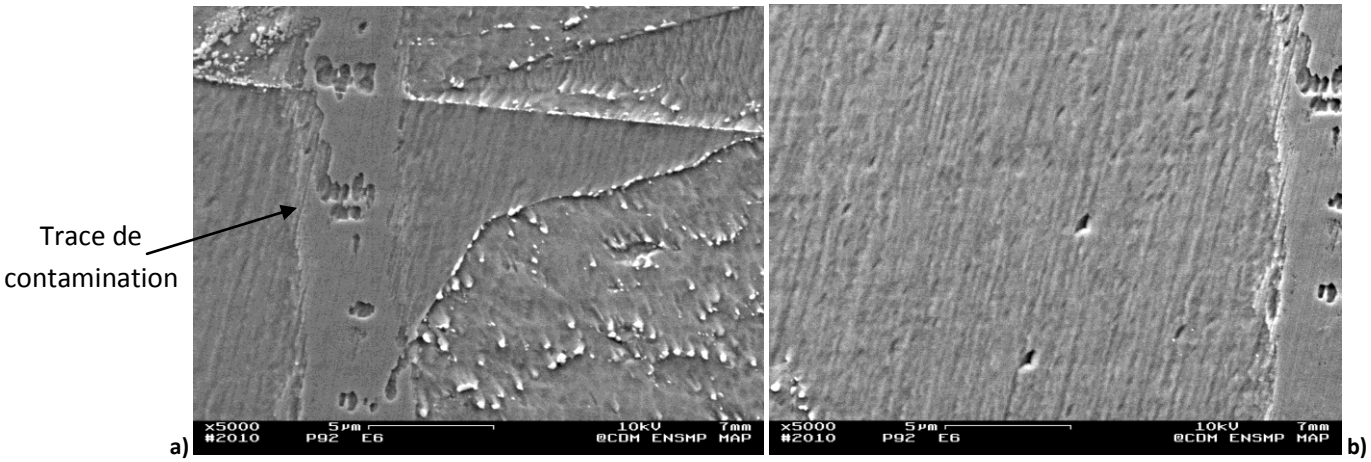


Figure 3-71 : observations au MEB-FEG des lisérés fins présents en zone fondue.

Les micrographies des Figure 3-71 a) et b) présentent des lisérés fins, à deux grandissements différents. Ces doubles contours de précipités délimitent une zone dépourvue de précipités.



a) b)

Figure 3-72 : observations au MEB-FEG des zones blanches présentes en zone fondue. La trace de contamination a été laissée par le profil de microanalyse X.

La micrographie de la Figure 3-72 a) présente une zone blanche, dépourvue de précipités et délimitée par une ligne discontinue de précipités. La micrographie de la Figure 3-72 b) révèle l'intérieur de la zone blanche.

La flèche sur la micrographie de la Figure 3-72 a) indique la trace de contamination due à l'analyse chimique, présentée dans le paragraphe suivant.

Ces zones sont suspectées d'être de la ferrite delta. Plusieurs caractérisations ont été réalisées afin de valider cette hypothèse.

3.5.4 Caractérisations des zones singulières

3.5.4.1 Analyses chimiques à la microsonde

Plusieurs liserés et zones blanches ont été repérés puis analysés à la microsonde de Castaing. Six analyses ont été réalisées.

Une des zones analysées est présentée sur la Figure 3-74. L'analyse faite est une filiation de 100 µm de longueur. Elle traverse une des zones « blanches », comme le montre la Figure 3-73. Un

pointé d'analyse chimique est réalisé tous les 1 µm. Cette valeur correspond à la résolution spatiale de la méthode. Elle est également un minimum permettant d'obtenir une analyse « continue » de la zone.

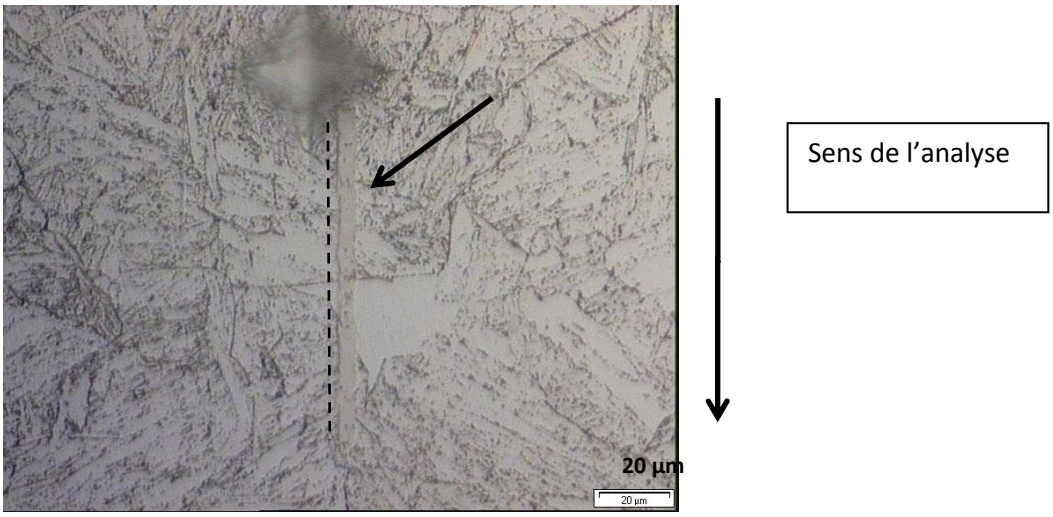


Figure 3-73 : filiation d'une analyse à la microsonde (pas d'analyse de 1 µm).

La Figure 3-74 et la Figure 3-75 présentent les résultats de l'analyse chimique le long de la filiation.

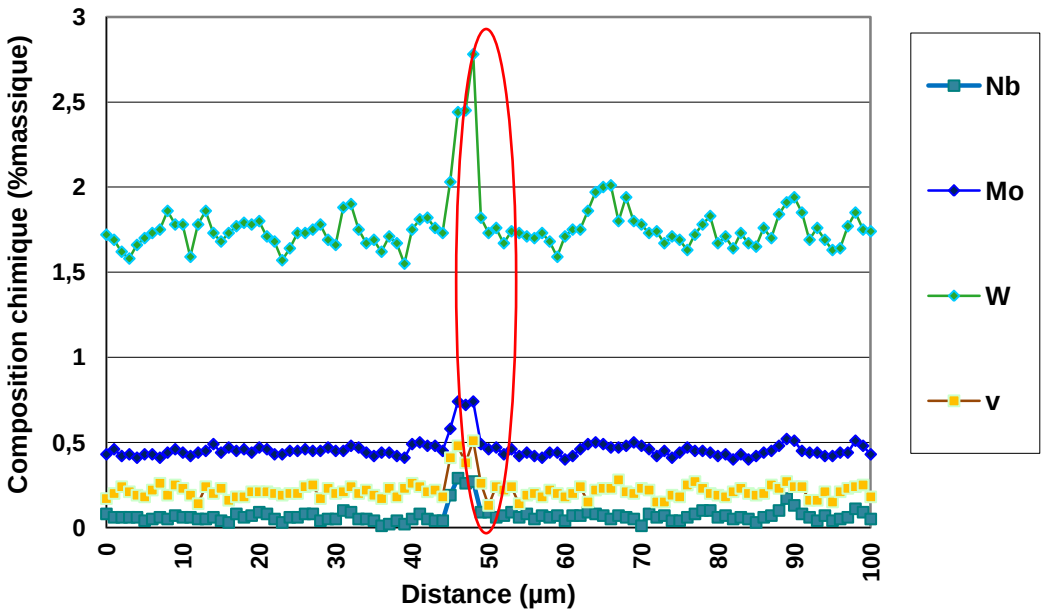


Figure 3-74 : évolution de la teneur en certains éléments le long de la filiation, observable sur la figure 62.

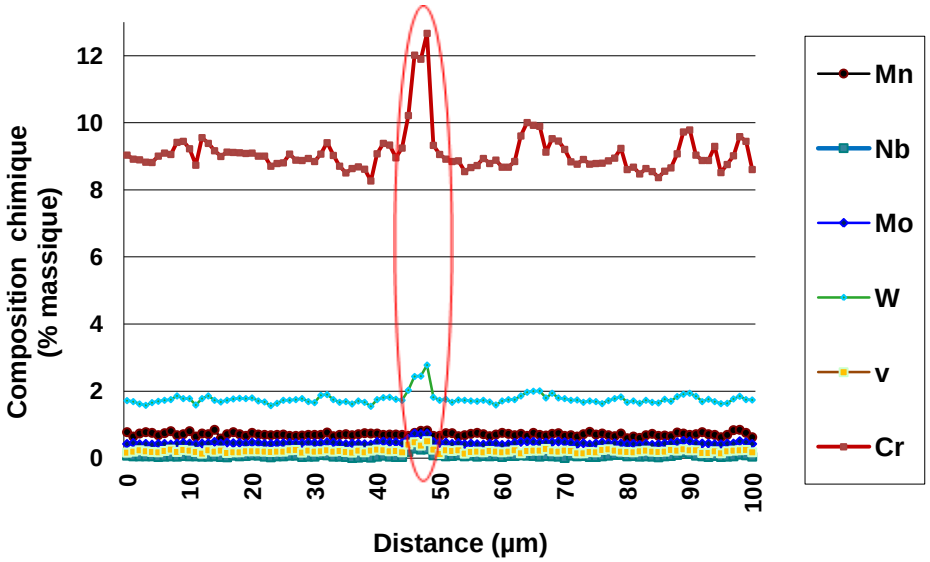


Figure 3-75 : évolution de la teneur en certains éléments le long de la filiation observable sur la figure 62, avec une plus grande échelle des compositions.

La teneur en certains éléments augmente brusquement sur quelques micromètres de distance. Seules les compositions de ces éléments sont observables sur la Figure 3-74. On trouve le tungstène, le niobium, le molybdène et le vanadium. Le chrome présente également un pic de composition maximal mais n'apparait pas sur la Figure 3-74, par souci de clarté. L''évolution de la teneur en chrome est présenté sur la Figure 3-75. Ces éléments sont alphagènes et carburigènes.

On constate que le pic de composition coïncide avec la zone « blanche ». Les points d'analyse chimique indiquant une composition plus riche en éléments alphagènes sont situés dans cette zone blanche.

Les autres éléments ont une teneur chimique constante le long de la filiation, excepté le fer, qui présente une diminution de teneur au niveau de la zone blanche.

Ces premières analyses ont montré que les zones blanches sont enrichies en éléments alphagènes.

Ces éléments sont soit en solution solide dans la matrice, soit sous forme de fins précipités MX, difficilement observables à cette échelle.

3.5.4.2 Mesures de nano-dureté

Des mesures de nano indentation ont ensuite été effectuées au CEA pour comparer la dureté de ces zones blanches à celle de la martensite revenue environnante.

Une filiation de sept indentations a été réalisée. Une indentation est en réalité divisée en trois indentations de charges différentes et croissantes. Les différentes charges appliquées sont 1g, 1,5g et 2g.

Les plus grandes empreintes ont une largeur d'environ 4 µm. L'espacement entre les empreintes doit être supérieur à 2 fois la largeur de l'empreinte. Les sept empreintes obtenues sont donc espacées de 10µm.

La Figure 3-76 présente la filiation de nano indentations. La filiation de dureté est parallèle à la filiation d'analyses chimique. Elle traverse une zone « blanche » (points 1, 2 et 3).

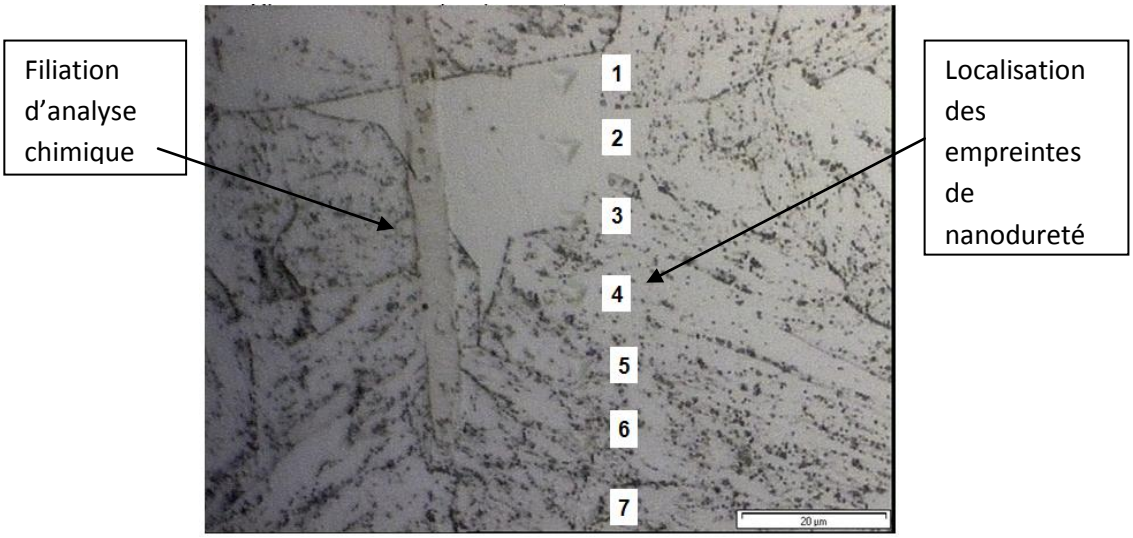


Figure 3-76 : filiation de nano indentations.

Les valeurs de dureté Hv $_{0.002}$ sont reportées dans le graphique de la Figure 3-77.

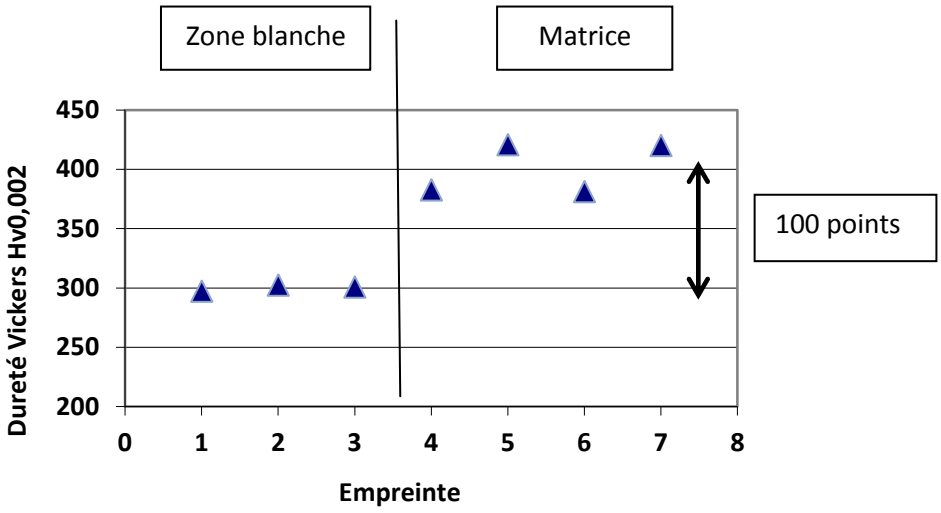


Figure 3-77 : mesure de nanodureté Hv0.002 sur la filiation.

On observe une diminution nette de la dureté, d'environ 30%, dans la zone « blanche », enrichie en éléments alphagènes.

Les valeurs de nanodureté sont nettement supérieures aux valeurs de microdureté du matériau, d'environ 130 Vickers, comme le montre la cartographie de microdureté de la Figure 3-78.

Cette différence est liée à la différence des charges appliquées. Ici, seul l'écart relatif entre le groupe d'empreintes {1, 2 et 3} et le groupe {4, 5, 6 et 7} est considéré.

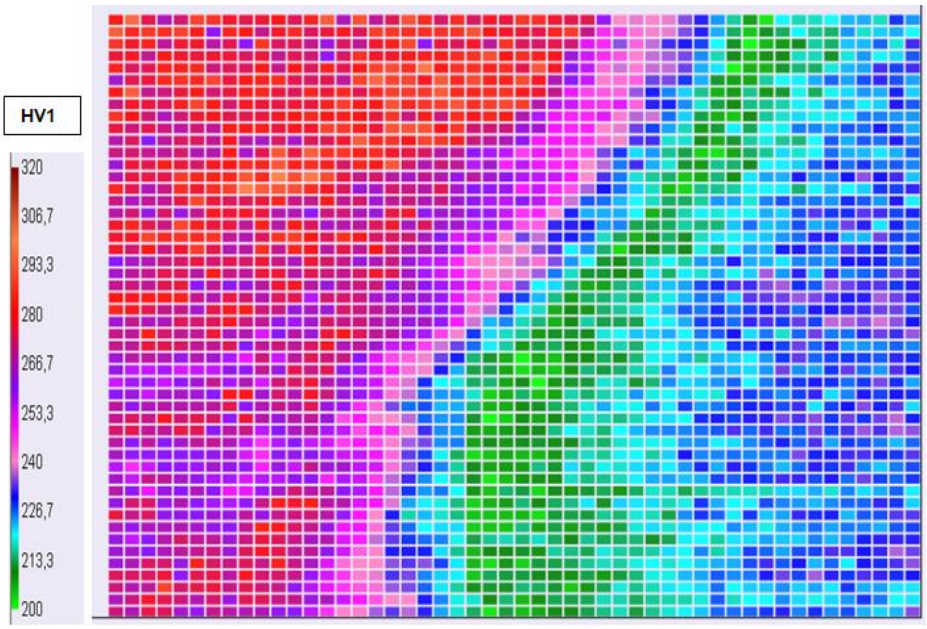


Figure 3-78 : cartographie de dureté réalisée sur le joint soudé avec produit d'apport Thermanit MT S616.

3.5.5 Discussion

Les observations et les analyses effectuées sur ces zones particulières ont permis de mettre en avant plusieurs caractéristiques.

- Elles sont dépourvues de précipités, visibles habituellement au MEB, et leur contour est décoré par une suite quasi continue de précipités. Ces précipités n'ont pas été analysés. Néanmoins leur taille semble proche de celles des précipités $M_{23}C_6$ présents en zone fondue (Figure 3-71).
- Ces zones ont une dureté plus faible que la martensite revenue autour.
- Elles sont enrichies en éléments alphagènes.

Toutes ces caractéristiques suggèrent fortement que ces zones sont constituées de ferrite delta.

3.5.5.1 Origine de la ferrite delta et des lisérés de précipités

Au cours du soudage, le métal se solidifie et se refroidit pendant un temps très court. Ainsi, des hétérogénéités et la rétention de phases (delta) hors d'équilibre peuvent être observées [Andrén, 1995]. En particulier, la teneur élevée en chrome du P92 favorise la formation de ferrite delta à des températures proches de 1100°C (Oñoro, 2006).

Dans le métal fondu, la ferrite delta primaire se forme en premier et croisse dans le liquide au cours du soudage. Lippold et Kotecki [Lippold et Kotecki, 2005] proposent deux hypothèses pour expliquer la présence de ferrite delta au cours de la solidification de la zone fondue. Leur première hypothèse est que si de la ferrite se forme à la fin de la solidification, elle est certainement très riche en éléments alphagènes (chrome, molybdène) et ne se transformera donc pas en austénite lors du refroidissement en dessous du domaine de solidification. Cette ferrite est supposée se former par réaction eutectique à la fin de la solidification et est localisée aux frontières de joints et de sous-joints. La seconde hypothèse proposée est que la ferrite initiale ne s'est pas transformée complètement en austénite à hautes températures et conserve sa structure au cours du

refroidissement jusqu'à température ambiante. Les auteurs expliquent que la quantité de ferrite formée et sa morphologie dépendent de la composition chimique et des conditions de solidifications.

Des diagrammes tel que le diagramme de Lippold [Lippold et al., 1980], rappelé sur la Figure 3-79, ont été constitués afin de prédire la microstructure des soudures, à partir de la composition chimique. L'axe des ordonnées présente la formule du Nickel équivalent (incluant le nickel et certains éléments gammagènes) et l'axe des abscisses la formule du chrome équivalent (incluent le chrome et certains éléments alphagènes). Ce diagramme est valable pour la plupart des aciers martensitiques.

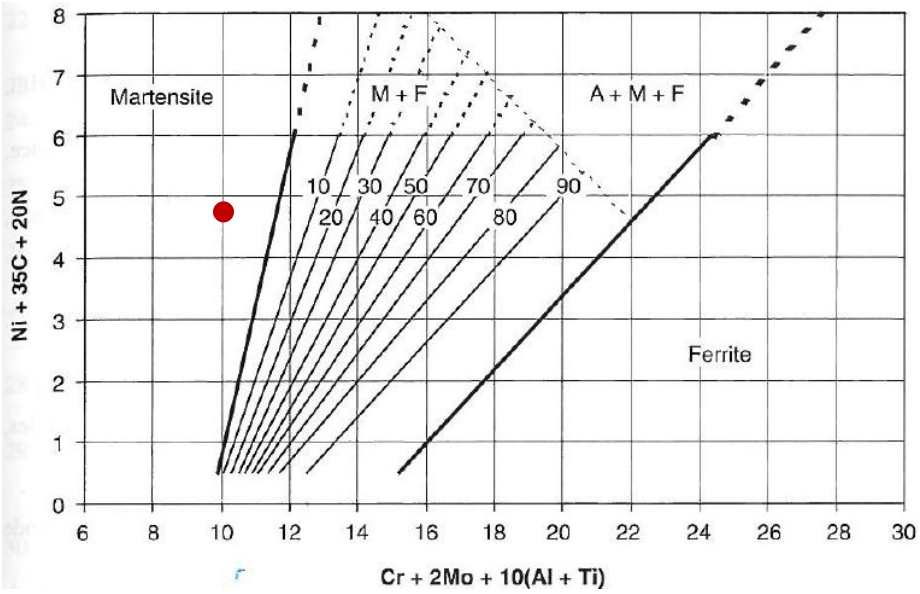


Figure 3-79 : diagramme de Lippold [Lippold et al., 1980]

Le diagramme ne prédit pas la présence de ferrite delta dans le métal fondu avec produit d'apport Thermanit MTS 616. Le point correspondant au soudage avec le produit d'apport Thermanit est positionné sur le diagramme.

Des critères sont également utilisés pour prédire la présence de ferrite delta dans le métal fondu. Le critère de « chrome équivalent » a été développé par Patriarca et al. [Patriarca et al., 1976] dans une étude sur les aciers 9Cr-1Mo. Ce critère présente l'avantage de tenir compte de l'influence du tungstène.

Ce critère est ainsi formulé :

$$Cr_{eq} = Cr + 6Si + 4Mo + 1{,}5W + 11V + 5Nb + 12Al + 8Ti - 40C - 2Mn - 4Ni - 2Co - 30N - Cu$$

Une valeur de chrome équivalent inférieure à 8 indique que la structure sera complètement martensitique. Au-delà, de la ferrite delta peut apparaitre.

Le pourcentage massique de chrome équivalent est de 8,738 pour le Thermanit. Ce critère prévoit la présence possible de ferrite delta.

Par ailleurs, l'interface ferrite delta-austénite est le lieu de réactions de précipitations donnant lieu à la formation des liserés $M_{23}C_6$. A haute température, lors de la transformation en austénite, des phénomènes de ségrégation ont très probablement lieu aux interfaces entre les deux phases. Les éléments alphagènes diffusent vers la ferrite. La ferrite formée aura tendance à « repousser » les atomes de carbone vers l'austénite, en raison de la très faible solubilité de ces atomes dans la ferrite.

Ces interfaces sont donc enrichies en éléments alphagènes, en particulier du chrome, et en carbone. La saturation locale de ces deux éléments à l'interface va favoriser la formation de précipités. Par ailleurs, les interfaces entre ces deux phases de structures différentes, sont incohérentes. Les nombreux défauts présents à ces interfaces constituent autant de sites de germination possibles pour les précipités.

Les zones blanches, qualifiées par Oñoro [Oñoro, 2006] de ferrite delta de morphologie polygonale, sont plus largement observées dans les dernières passes de soudage. La vitesse de refroidissement plus élevée dans les dernières passes entraîne la formation d'une plus grande quantité de ferrite delta à cet endroit par rapport au reste du joint. Les liserés sont cependant présents dans toute l'épaisseur du joint soudé.

Les micrographies optiques de la Figure 3-80 présentent les deux types de morphologies de ferrite delta observées par Wang et al. [Wang et al., 2009] et Oñoro [Oñoro, 2006] dans la zone fondue de deux aciers martensitiques à 9% de chrome. La soudure de l'étude réalisée par Wang et al. [Wang et al., 2009] est produite par procédé de soudage à l'arc submergé. La soudure de l'étude d'Oñoro [Oñoro, 2006] est réalisée par procédé de soudage à l'arc avec électrode enrobée.

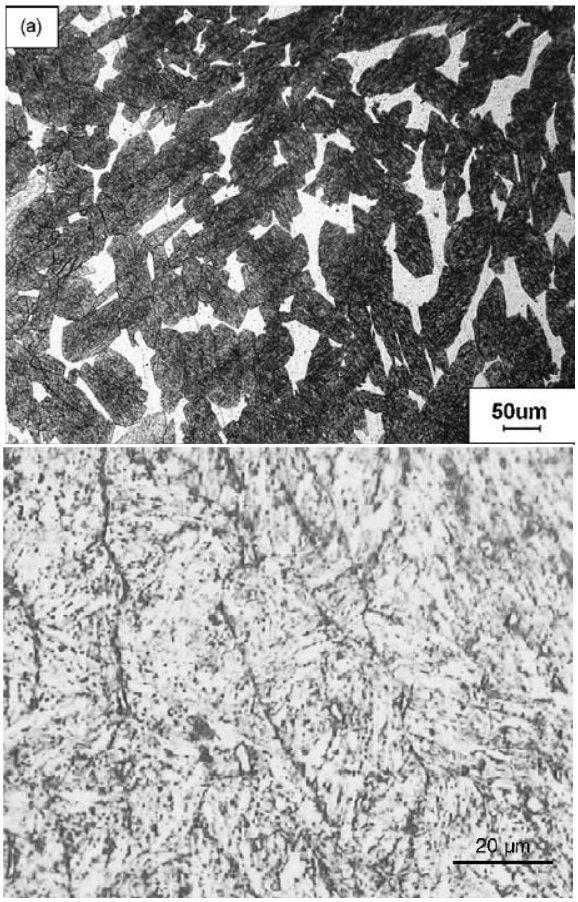


Figure 3-80 : micrographies optiques a) de zones de ferrite delta polygonales dans un acier martensitique à 9% de chrome[4] [Wang et al., 2009] et b) de liserés de ferrite dans une microstructure martensitique revenue d'un acier à 9% de chrome[5] [Oñoro, 2006].

Zhao et al., 2012 [Zhao et al., 2012] ont également observé quelques zones de ferrite delta dans la zone fondue d'un acier P92[6], près de la ligne de fusion. La soudure est réalisée par procédé TIG.

[4] Composition : 0,079C, 0,18Si, 0,39Mn, 0,018P, 0,006S, 8,89Cr, 0,37Ni, 0,96Mo, 0,21V, 0,017Nb, 0,015N.
[5] Composition : 9.4Cr, 0.13C, 0.52Mn, 0.23Si, 0.42Ni, 1.56Mo, 0.02W, 0.06Nb, 0.25V, 0.01B, 0.02N, 1.17Co, 0.02Cu

La morphologie de ces zones ferritiques est différente au centre et dans la partie inférieure du joint en raison de leur historique thermique. Les passes inférieures de soudage subissent un traitement thermique différent lors du dépôt des passes supérieures [Oñoro, 2006].

A chaque nouvelle passe de soudage, le métal de la passe antérieure est soumis à une température supérieure à 1250 °C sur quelques centaines de micromètres, puis refroidi rapidement. En deçà, la zone est recristallisée [Oñoro, 2006, Wang et al., 2009].

Wang et al. [Wang et al., 2009] ont examiné l'ensemble des différentes microstructures observables dans la zone fondue d'une soudure réalisée par procédé à l'arc submergé et ont expliqué les transformations de phase qui ont eu lieu. Les paramètres de soudage sont donnés dans le Tableau 4-10. L'énergie de soudage apportée avec ce procédé est plus importante que celle fournie par un procédé TIG. Ainsi, les vitesses de solidification sont plus lentes que celles obtenues avec un soudage TIG, et la profondeur de pénétration est plus grande. Néanmoins, les changements de phases qui se produisent sont identiques pour les deux soudures.

Les auteurs ont observé les microstructures de la zone brute de solidification (sans PWHT), de la zone ayant vu une passe de soudage, de la zone en ayant vu deux, et d'une zone au centre de la soudure, soumise à de multiples passes. Ils expliquent la transformation des zones de ferrite delta polygonale en ferrite delta de forme « vermiculaire ».

La région brute de solidification présente de la ferrite delta de forme polygonale. Des précipités de type V(CN) sont présents.

La zone n'ayant vu qu'une passe, présente différentes microstructures en fonction de l'intervalle de température subi.

- Lors de l'application d'une passe, la région en contact avec le métal liquide, où la température a été maximale (1450-1500°C), reste à l'état solide. Après refroidissement, des liserés de ferrite y sont observés. Wang et al., expliquent qu'à cette température élevée, la diffusion des éléments, tels que le chrome, le nickel, le molybdène, le manganèse et le carbone, est favorisée. Néanmoins, cette diffusion est à courte distance, car le temps de maintien en température est court, ce qui explique l'obtention de ferrite de forme vermiculaire. Les précipités V(CN) sont supposés avoir été dissous et aucun précipité n'est observé.
- La région à proximité, ayant vu des températures maximales entre Ac_3 et 1250 °C, a été complètement réausténitisée. Le temps de maintien à cette température est suffisamment long pour permettre aux éléments de diffuser. Par ailleurs, l'enrichissement en éléments alphagènes est faible. Ainsi, aucune zone de ferrite delta n'est formée. Aucun précipité n'est observé.
- La région située en-dessous a vu des températures maximales comprises entre Ac_1 et Ac_3 au cours de l'application de la passe de soudage. Les précipités présents initialement ne semblent pas avoir évolué. Néanmoins, la précipitation de $M_{23}C_6$ est constatée. Les observations ne révèlent aucune trace de ferrite delta.
- Le reste de la microstructure n'a subi qu'un très court revenu et la ferrite delta est celle formée initialement.

[6] Composition : 8.77Cr, 0.1C, 0.40Mn, 0.47Si, 0.12Ni, 0.38Mo, 1.48W, 0.054Nb, 0.16V, 0.0011B, 0.043N, 0.01Al, 0.001S, 0.008P

La région ayant vu une seconde passe de soudage possède des microstructures identiques à celles décrites ci-dessus mais ayant ensuite été revenue pendant un temps court. En effet, la température maximale vue par la zone au cours de l'application de la seconde passe est inférieure à Ac_1. Les auteurs ont constaté la présence de précipités $M_{23}C_6$ et de MX, probablement apparus au cours du revenu induit par la passe suivante.

La région située au centre du joint a donc subi plusieurs revenus consécutivement au premier cycle de soudage.

3.5.5.2 Impact de cette ferrite delta sur les propriétés du joint soudé

Ces zones de ferrite delta sont connues pour détériorer les propriétés mécaniques de ces aciers, telles que le fluage ou la ténacité [Oñoro, 2006, Shashank Dutt et al., 2011, J.C. Lippold et D.J. Kotecki, 2005]. Les liserés de précipités sont fragilisants pour la microstructure de ces aciers. Les carbures présents à l'interface entre la ferrite delta et la martensite revenue constituent des sites d'amorçage de fissures. Shashank Dutt et al [Shashank Dutt et al., 2011] ont réalisé des essais de ténacité à 550 °C sur un acier P91[7]. Ils constatent une rupture de type intergranulaire ductile, dont le faciès révèle des cupules.

Un autre risque lié à la présence des carbures, supposés être des précipités $M_{23}C_6$, le long des liserés est la corrosion à l'interface martensite revenue/ferrite delta. La formation de ces précipités riches en chrome entraîne localement un appauvrissement en chrome autour du précipité et induit ainsi une sensibilité à la corrosion.

Par ailleurs, les différences de structures cristallines et d'orientation entre les deux phases engendrent des incompatibilités de déformations aux interfaces. Ces interfaces deviennent alors des lieux de concentrations de contraintes importantes, où la formation de fissures est favorisée lors de l'application d'un chargement.

En outre, les phases ferritiques présentent des grains plus larges par rapport à la microstructure martensitique avoisinante. La ténacité est plus faible dans ces zones, qui possèdent des grains plus gros, ce qui favorise ainsi la propagation de fissures. Ainsi, une quantité trop importante de ces zones pourrait réduire la ténacité de la zone fondue.

3.5.5.3 Conclusion

Ces zones de ferrite delta sont donc formées lors de la solidification et sont certainement issues de la ségrégation en éléments alphagènes.

Il est essentiel de contrôler la quantité de ces zones présentes dans la zone fondue. Leur présence est néfaste pour les propriétés mécaniques du joint soudé, telles que la ténacité et le fluage.

Les joints soudés Grade 92 sont sensibles à la rupture de type IV. La zone fondue ne constitue pas l'objet principal du projet de thèse. Néanmoins, la zone fondue, et en particulier ces zones ferritiques, seront examinées après fluage. Si la présence d'endommagement est constatée, la zone fondue fera alors l'objet d'une plus grande attention.

[7] Composition : 0,12%C, 0,38%Mn, 0,47%Si, 0,13%Ni, 0.02%P, 0,007%S, 9,42%Cr, 1%Mo, 0,25%V, 0,1%Nb

4 Comportement mécanique des joints soudés : définition des essais et résultats expérimentaux

4.1 Choix des conditions d'essai sur éprouvettes entaillées

Afin de déterminer le comportement en fluage de chacune des zones du joint soudé, des essais de fluage sur éprouvettes entaillées ont été prévus et lancés.

L'idée est de concentrer la sollicitation dans une zone du joint afin de n'évaluer que le comportement de cette zone.

Un autre intérêt des éprouvettes entaillées est de tester uniquement une zone particulière de joint soudé, tout en gardant une géométrie globale d'éprouvette « standard » facile à utiliser de manière fiable au laboratoire de fluage (notamment en termes d'amarrage, d'extensométrie et de maîtrise de gradient thermique).

Au cours de l'essai de fluage, la présence de l'entaille entraîne une concentration de contraintes dans la section de l'éprouvette, modifiant ainsi l'état de contraintes vers un état multiaxial. La triaxialité des contraintes va donc fortement augmenter dans la section transversale de l'éprouvette et ainsi accélérer les mécanismes d'endommagement qui se produisent généralement après de longues durées. A titre d'exemple, Rice et Tracey ont établi des modèles de croissance de cavités et ont montré l'influence de la triaxialité des contraintes sur la croissance des cavités en rupture ductile [Rice et Tracey, 1969].

Par rapport à une éprouvette lisse (avec une hypothèse de matériau isotrope régi par la contrainte équivalente de von Mises), la contrainte de Von Mises dans la section de l'entaille est inférieure à la contrainte axiale. Cette augmentation de la triaxialité des contraintes est à l'origine de l'accélération des mécanismes d'endommagement dans la section entaillée [Gurson, 1977, Rice et Tracey, 1969, Gaffard et al., 2005].

Pour déterminer le comportement de la zone adoucie et de la zone fondue, des essais de fluage sur éprouvettes entaillées dans chacune de ces zones ont donc été lancés. L'objectif de cette partie est de décrire le dimensionnement et la préparation de ces essais. Des calculs par éléments finis ont été réalisés afin d'une part de valider les géométries des éprouvettes entaillées et d'autre part de calculer la charge à appliquer.

4.1.1 Dimensionnement des éprouvettes entaillées

Les géométries des deux entailles ont été prédéfinies en fonction des géométries des deux zones d'intérêt et à partir de travaux réalisés par Gaffard (Gaffard, 2004) et Panait (Panait, 2010).

Les éprouvettes de fluage lisses et entaillées en zone fondue ont été prélevées dans le sens travers du joint soudé.

La zone fondue étant large, le choix de la géométrie d'éprouvette lisse n'est pas contraint par le fait de tester uniquement la zone fondue. Une éprouvette de type MF11, dont le plan est donné sur la Figure 4-1, est choisie. Ce type d'éprouvette possède une géométrie standard souvent utilisée dans le laboratoire de fluage du CEA/SRMA.

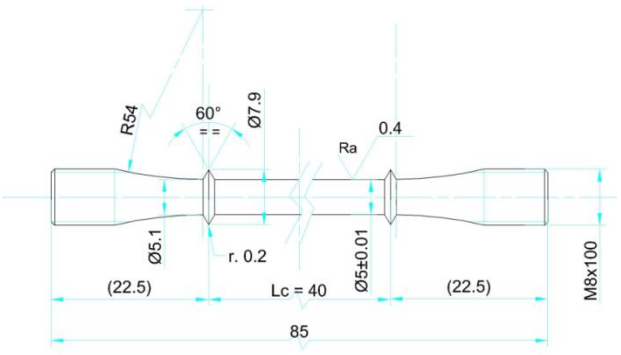


Figure 4-1 : schéma de la géométrie de l'éprouvette de fluage MF11.

Pour les essais sur éprouvette entaillée, la zone fondue est suffisamment large (entre 9 et 12 mm) pour pouvoir imposer une entaille douce et ainsi limiter les difficultés d'usinage. En outre, cela permet de tester exclusivement le comportement de la zone fondue et ainsi de se rapprocher de la configuration sur éprouvette lisse avec uniquement de la zone fondue en partie utile. Le volume de matière testé est donc large et comporte une grande quantité d'anciens grains austénitiques. La géométrie d'entaille sera validée par la suite.

La largeur de la zone adoucie est estimée à 1,5 mm mais doit être précisément mesurée afin de définir les dimensions de l'entaille. Elle impose de réaliser une entaille sévère pour ne tester que cette zone. Elle a donc été évaluée grâce à des profils de microdureté réalisés dans le sens travers du joint (Figure 4-2).

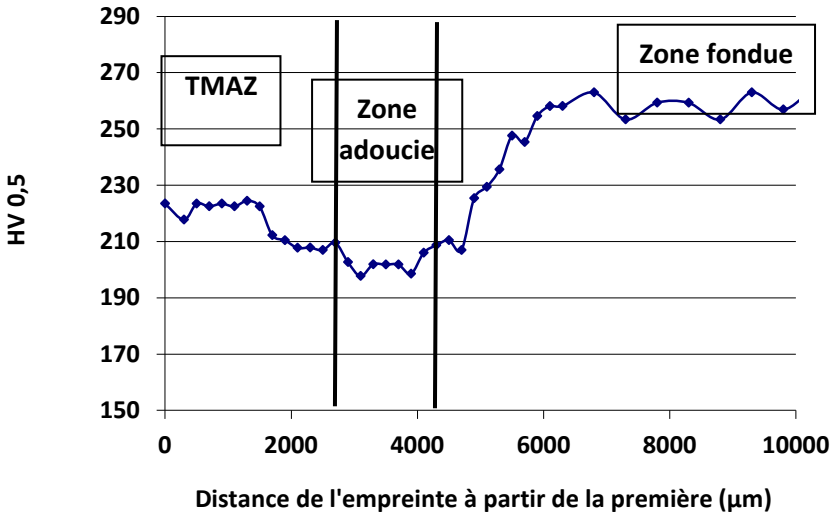


Figure 4-2 : profil de microdureté sur une moitié du joint soudé.

Les éprouvettes de fluage entaillées en zone adoucie ont été prélevées différemment par rapport aux éprouvettes entaillées en zone fondue.

Afin de solliciter uniquement la zone adoucie, la zone au droit de l'entaille ne doit comprendre que celle-ci. Du fait de la géométrie de chanfrein en V, les bords du joint sont inclinés. L'ébauche de l'éprouvette a donc été prélevée en biais dans le joint (schéma de la Figure 4-3), de manière à positionner la zone adoucie perpendiculairement à l'axe de l'éprouvette.

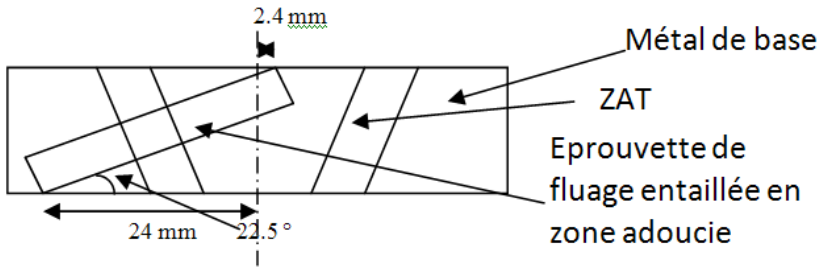


Figure 4-3 : schéma du joint et zone de prélèvement des ébauches d'éprouvettes entaillées en zone adoucie.

La géométrie de l'éprouvette doit également prendre en compte la géométrie du joint.

En imposant une section d'entaille de 3 mm, un premier calcul a montré que la longueur de l'éprouvette devait être inférieure à 30 mm. La longueur de l'ébauche doit donc être légèrement supérieure.

Des ébauches d'éprouvettes de longueur 31 mm (longueur maximale prélevable) et de 7 mm de diamètre ont été prélevées dons le joint soudé. Le plan de l'ébauche d'éprouvette utilisée est rappelé sur la Figure 4-4.

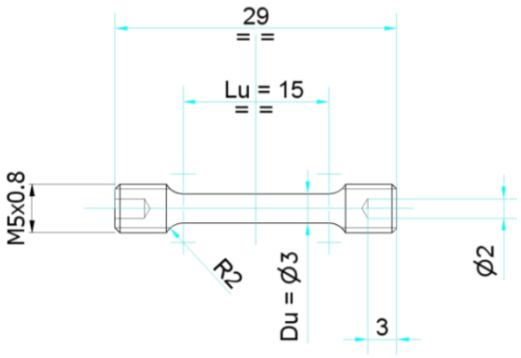


Figure 4-4 : schéma de l'ébauche d'éprouvette utilisée pour les essais sur éprouvettes entaillées en zone adoucie.

Ces éprouvettes entaillées permettent d'accéder au comportement en fluage de la zone adoucie. Cette géométrie n'est pas standard au laboratoire et les machines de fluage ont été adaptées pour réaliser ces essais. Du fait du nombre limité de machines ainsi disponibles, le nombre d'essais et leurs durées sont donc limités.

Les géométries d'entaille doivent être choisies de manière précise. Grâce à des calculs par éléments finis, Jiang et al. (Jiang et al., 2007) ont montré que la forme et les dimensions de l'entaille ont une influence majeure sur le développement de l'endommagement et la durée de vie en fluage de l'éprouvette. Dans une éprouvette entaillée en V (entaille sévère), l'endommagement en fluage se développe en premier au niveau de la pointe de l'entaille. Le risque d'une fissuration précoce n'est pas à négliger.

La Figure 4-6 présente l'évolution des contraintes de von Mises et axiales au niveau de la section entaillée d'une éprouvette en acier P92 avec entaille sévère, pour une contrainte nominale au niveau de l'entaille de 190 MPa et pour différents niveaux d'ouverture de l'entaille [Panait, 2010]. La géométrie de l'éprouvette et de l'entaille utilisées par C. Panait sont illustrées sur la Figure 4-5.

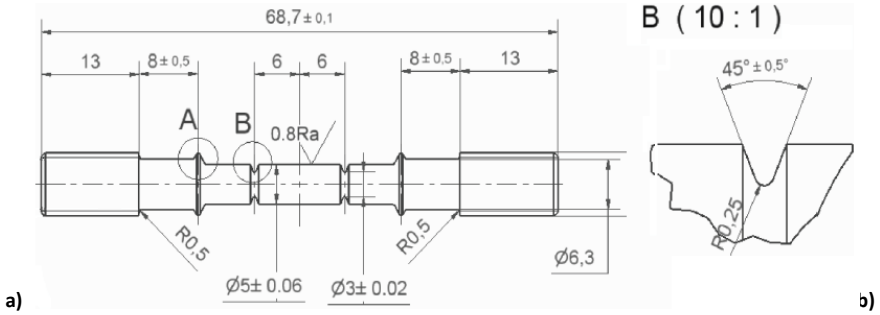


Figure 4-5 : géométrie de a)l'éprouvette et b) de l'entaille, utilisées par Panait [Panait, 2010].

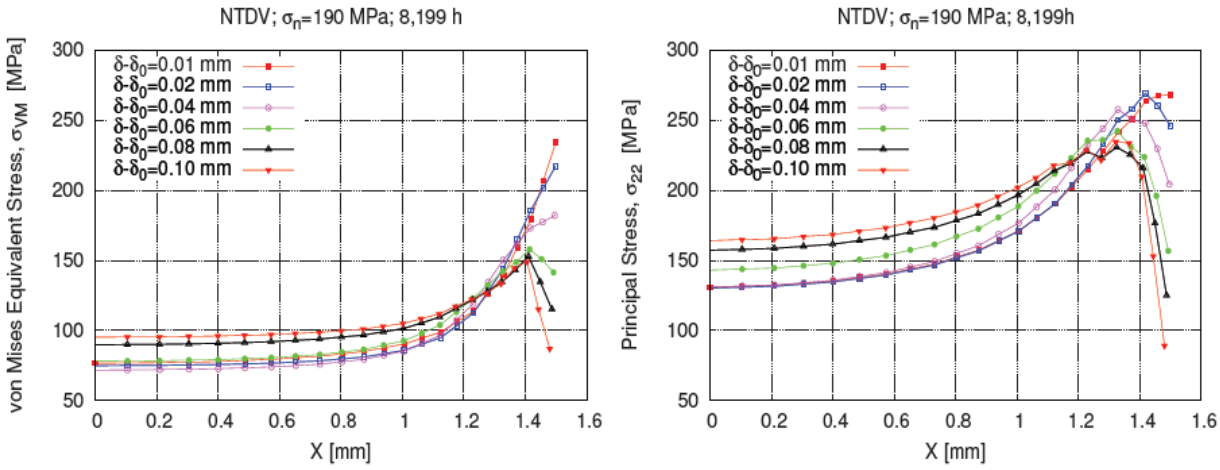


Figure 4-6 : distribution des contraintes de von Mises et principale σ_{22} au niveau de la section entaillée d'une éprouvette avec entaille sévère, pour une contrainte nominale au niveau de l'entaille de 190 MPa [Panait, 2010].

A travers ce résultat, on constate qu'à un stade avancé de l'essai, le maximum de contraintes axiales, ou contraintes principales σ_{22}, se situe à environ 0,1 mm de la pointe de l'entaille. Les mécanismes d'endommagement vont s'intensifier à cet endroit.

Par ailleurs, les observations de Panait des faciès de rupture des éprouvettes entaillées qui n'ont pas rompu, ont révélé la présence d'une fissure intergranulaire connectée au rayon des entailles des éprouvettes. Cela suggère la propagation stable de la fissure pendant l'essai. Ce type de géométrie, très confinée, permet donc d'accéder aux mécanismes de fissuration intergranulaires. L'endommagement est en revanche très localisé.

4.1.2 Analyse mécanique des éprouvettes entaillées par calculs par éléments finis

Des calculs par éléments finis ont au préalable permis de valider les géométries des deux types d'entailles (en zone fondue et en zone adoucie). Les calculs ont été réalisés à l'aide du logiciel ZeBuLoN.

Ces calculs de validation ont été faits à partir de la loi de comportement en fluage du métal de base à 600°C de Panait (Panait, 2010), présentée en annexe 7.3. Faute de données expérimentales, les effets de triaxialité à 550°C sont considérés comme proches de ceux à 600°C.

Les géométries des éprouvettes de fluage entaillées testées par calcul sont présentées sur les schémas des Figure 4-7 et 146.

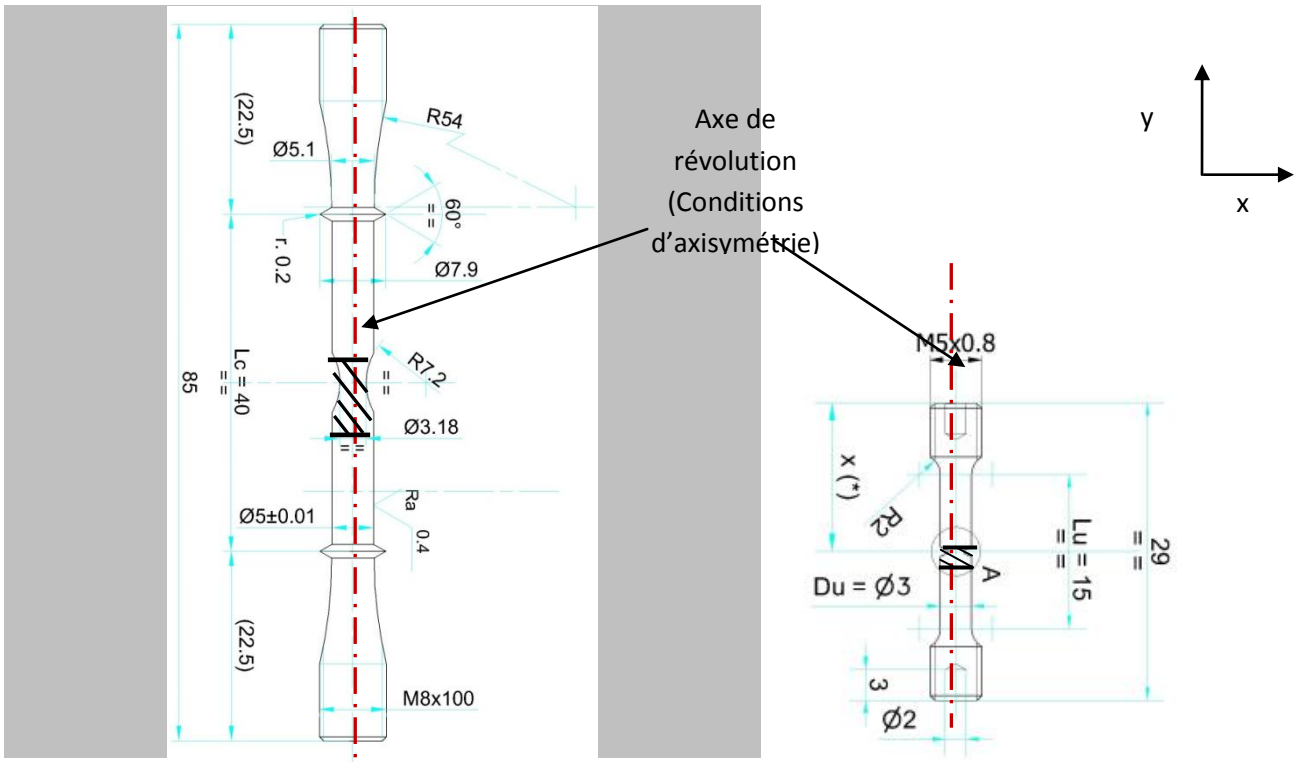


Figure 4-7 : géométries préliminaires des éprouvettes de fluage entaillées a) en zone fondue, b) en zone adoucie. La zone fondue est hachurée sur le schéma.

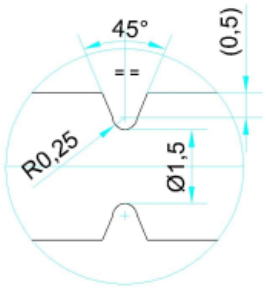


Figure 4-8 : géométrie de l'entaille faite en zone adoucie.

L'éprouvette entaillée en zone fondue a été prélevée dans le sens travers du joint soudé. Elle est centrée à mi-épaisseur des tubes initiaux.

L'objectif de ces essais est de déterminer le comportement de la zone fondue. La zone fondue est large et sa microstructure est grossière à certains endroits. C'est pourquoi, une entaille douce a été choisie afin d'échantillonner un grand volume de matière.

L'objectif des essais sur éprouvettes entaillées en zone adoucie est de caractériser l'écoulement viscoplastique et l'endommagement dans cette zone. La quantité de matière à tester est faible. Par ailleurs, la microstructure de cette zone est fine. Ainsi, une entaille sévère de type « Charpy » a été choisie, afin d'accélérer les mécanismes d'endommagement intergranulaire dans la zone testée. Le diamètre de l'éprouvette est cependant bien plus faible que celui utilisé par C. Panait, le confinement attendu est donc moins sévère et il n'est pas certain que la durée d'essais envisageables pourra déclencher les mécanismes d'endommagement intergranulaires.

Les éprouvettes sont axisymétriques et le matériau est considéré comme homogène et isotrope (cette hypothèse sera vérifiée *a posteriori* pour la zone fondue). Il est donc possible de faire l'étude sur un modèle en 2 dimensions incluant les conditions de symétrie.

Par ailleurs, ce même modèle présentant une symétrie selon le plan médian, il peut être réduit à un quart de l'éprouvette.

L'étude par éléments finis a été réalisée avec les conditions aux limites suivantes :

-blocage des déplacements selon l'axe de chargement,, le long de la section de l'éprouvette, au droit de l'entaille.

-blocage des déplacements radiaux, le long de l'axe vertical de l'éprouvette.

Les éléments du maillage sont parallélépipédiques et linéaires à intégration complète. Les différents bords de l'éprouvette ont été subdivisés en intervalles réguliers.

Pour le maillage de l'éprouvette entaillée en zone fondue, les intervalles entre les nœuds sont identiques sur chaque face opposée. Le découpage au niveau de la section d'entaille est donc plus petit et le maillage plus fin au niveau de l'entaille. Le maillage comporte 1109 nœuds.

Concernant le maillage de l'éprouvette entaillée en zone adoucie, l'espacement horizontal entre les nœuds a été choisi de manière à croître géométriquement d'une raison de 1,1, du bord extérieur de l'éprouvette jusqu'à son axe. Le maillage est ainsi affiné au niveau des congés et de l'entaille. Le maillage comporte 1889 nœuds.

Le modèle par éléments finis de l'éprouvette entaillée en zone adoucie est montré sur la Figure 4-9.

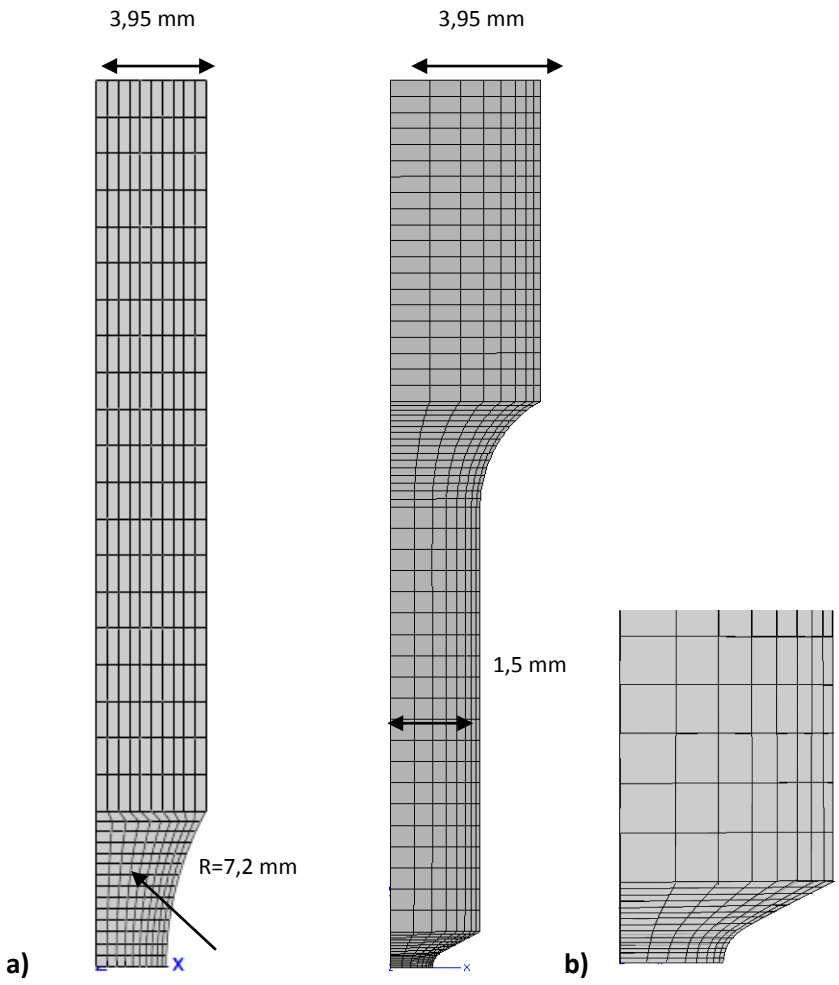


Figure 4-9 : modèle éléments finis de l'éprouvette entaillée a) en zone fondue, b) en zone adoucie et c) vue détaillée de l'entaille sévère en zone adoucie.

La force a été appliquée au nœud situé sur la face supérieure de l'éprouvette et le plus éloigné de l'axe de celle-ci. Le modèle impose à tous les nœuds de la face supérieure un déplacement identique à celui auquel la force est appliquée.

Le déplacement est mesuré au niveau de ce nœud, qui correspond à la position de l'extensomètre réel.

L'éprouvette entaillée en zone fondue n'est pas intégralement dessinée et maillée. En effet, la concentration de contraintes et les déformations au niveau des collerettes de fixation de l'extensomètre n'ont pas d'influence sur les champs de contraintes et de déformations au niveau de l'entaille.

4.1.3 Validation du confinement de la sollicitation

Afin d'étudier uniquement le comportement de la zone concernée, il est néanmoins essentiel de vérifier que seule cette zone se déforme plastiquement.

Les calculs ont ensuite été réalisés afin de vérifier que la zone déformée plastiquement restait confinée à l'intérieur de l'entaille.

La démarche appliquée est identique pour les deux types d'éprouvettes. Elle est détaillée ci-dessous pour l'éprouvette entaillée en zone adoucie.

Le calcul a été fait pour une contrainte nette appliquée de 390 MPa. Cette contrainte permet d'obtenir une contrainte de von Mises de 240 MPa dans la zone entaillée. Ce point sera détaillé au paragraphe 4.1.6.

La répartition des déformations viscoplastiques a été considérée à la fin du stade secondaire, à environ 30h d'essai, comme indiqué sur la courbe de fluage de la Figure 4-10. Le modèle de comportement utilisé pour le dimensionnement des éprouvettes est valable pour une température de 600°C, ce qui explique la durée d'essai très courte. L'essai sera nettement plus long à 550°C.

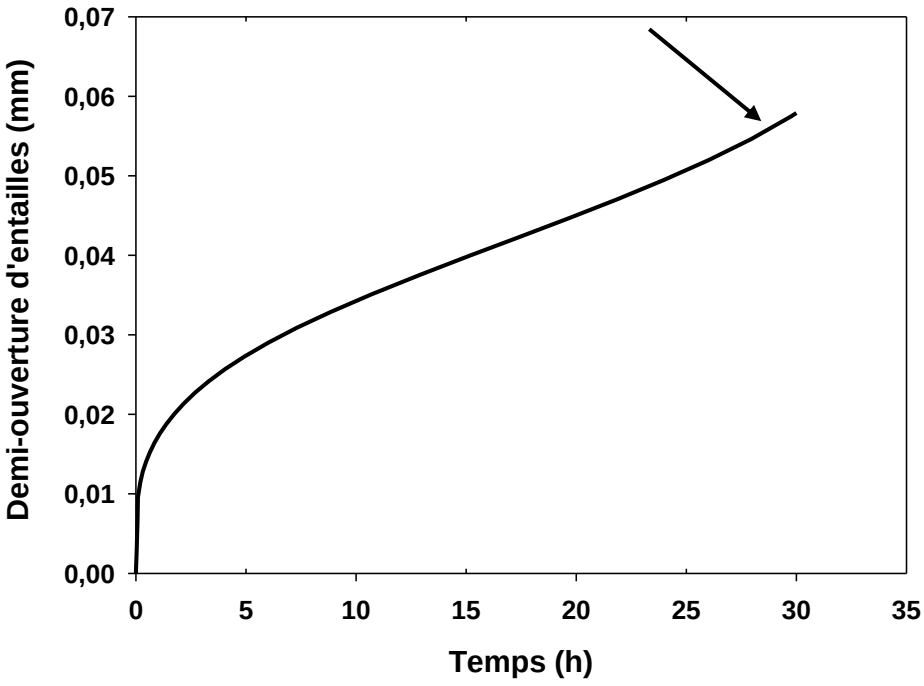


Figure 4-10 : courbe de fluage issue d'un calcul par éléments finis sur l'éprouvette entaillée en zone adoucie.

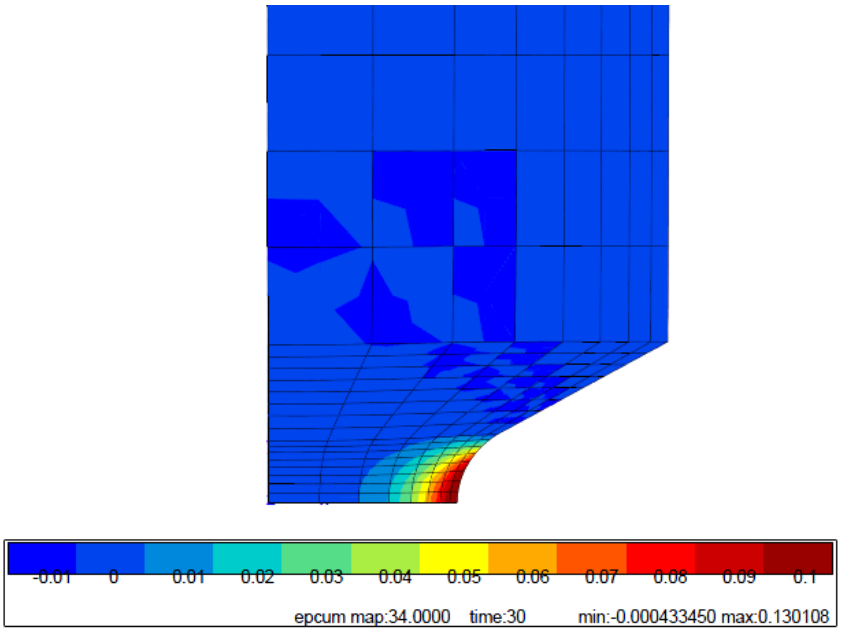


Figure 4-11 : cartographie des déformations viscoplastiques cumulées dans l'éprouvette entaillée en zone adoucie, en fin de stade secondaire.

La Figure 4-11 présente une cartographie des déformations viscoplastiques cumulées dans l'éprouvette avec entaille sévère, à 30h d'essai. A ce stade de l'essai, on constate que la déformation viscoplastique se localise à la pointe de l'entaille et ne s'est pas étendue au-delà de l'entaille.

Pour les deux modèles d'éprouvettes entaillées, la zone qui se déforme viscoplastiquement reste confinée entre les deux bords de l'entaille au cours de la sollicitation en fluage.

4.1.4 Vérification du volume testé

Il est important de vérifier que le volume de matière à tester est suffisamment large. Il faut en effet que la zone endommagée soit large et comporte suffisamment de matière pour pouvoir considérer un matériau homogène et isotrope et également pour faciliter l'expertise des éprouvettes.

L'entaille douce possède des dimensions nettement plus larges et ne présente pas les inconvénients de l'entaille sévère. Cependant, les tailles d'anciens grains austénitiques dans la zone fondue sont beaucoup plus grandes qu'en zone adoucie. Il est donc essentiel de considérer la taille de ces grains par rapport au volume de microstructure testée.

La taille des anciens grains austénitiques dans le métal fondu est variable.

Sur une soudure réalisée par soudage manuel à l'arc (MMA, la tension de soudage est de 20V et l'intensité de l'arc entre 100 et 130A), Mythili et al. [Mythili et al., 2003] ont mesuré la taille moyenne des grains colonnaires en zone fondue d'un acier 9Cr-1Mo[8], grâce à des observations en Microscopie Electronique à Balayage (MEB), par la méthode dite des « intercepts linéaires ». Ils estiment la longueur moyenne de ces grains à 180 µm et la largeur à 44 µm.

Kim et Lim [Kim et Lim, 2008] ont estimé à environ 5,5 µm la taille moyenne des anciens grains austénitiques dans l'ICHAZ pour un acier Grade 92.

Compte-tenu des tailles d'anciens grains austénitiques dans chacune des zones du joint et des dimensions de la zone en fond d'entaille, on considère que le volume de matière testé comporte

[8] Composition : 0,356Mn, 0,072C, 0,021P, 0,265Si, 0,008S

suffisamment d'anciens grains austénitiques pour être représentatif de la microstructure obtenue après un essai de fluage sur éprouvette lisse pendant de longues durées.

En effet, dans la section entaillée sévèrement, la zone dont la déformation viscoplastique cumulée est supérieure à 0,02 en fin de stade secondaire (0,02 étant une valeur courante de fin de fluage secondaire sur éprouvettes lisses) comporte environ 36 millions d'anciens grains austénitiques.

Néanmoins, pour l'éprouvette avec entaille sévère, la zone d'étude sera petite et l'examen de la microstructure endommagée sera plus délicat.

4.1.5 Préparation des ébauches d'éprouvettes

Chaque ébauche d'éprouvette prélevée a été attaquée chimiquement au réactif de Villela (5 mL d'acide chlorhydrique, 1g d'acide picrique et 100 ml d'éthanol) afin de révéler la microstructure des différentes zones du joint soudé.

Des mesures de microdureté ont été réalisées pour pouvoir localiser précisément la zone adoucie sur chacune des ébauches prélevées dans le joint soudé, ainsi que son épaisseur. La zone à entailler a été repérée et délimitée, puis l'entaille a été réalisée à l'aide d'un outil à pastilles rapportées et affûtées.

4.1.6 Calcul des charges à appliquer

4.1.6.1 Principe et mise en œuvre

En dernier lieu, il a été nécessaire de déterminer les contraintes nettes à appliquer aux éprouvettes pour réaliser les essais de fluage, à une contrainte de von Mises déterminée en un lieu et en un stade de l'essai à déterminer également.

Panait (Panait, 2010) a montré que pour une valeur donnée de la contrainte équivalente de Von Mises, les durées de vie des éprouvettes lisses et entaillées sont comparables, et ce quelles que soient les durées de vie en fluage. Les graphiques de la Figure 4-12 et de la Figure 4-13 illustrent ce point.

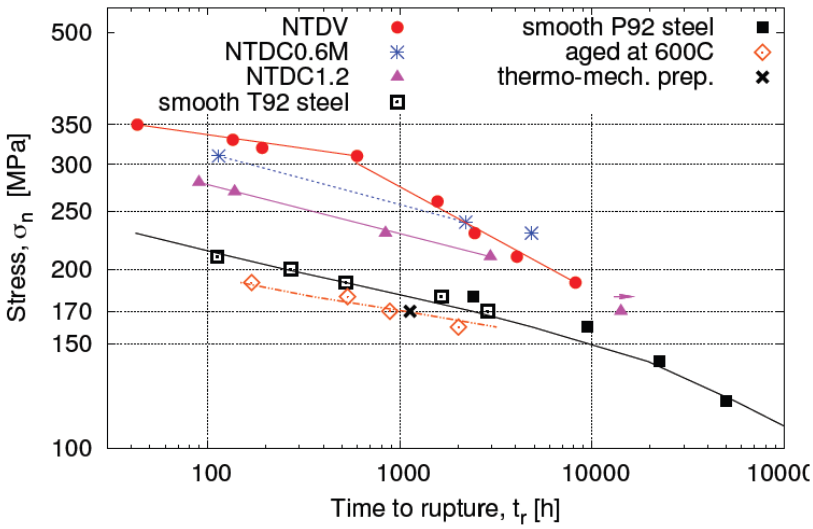


Figure V.22 : Creep rupture data of all tests conducted at 600°C as a function of engineering stress, σ_n

Figure 4-12 : données de fluage à 600 °C de C. Panait, sur éprouvettes lisses et entaillées, présentées en contraintes nettes (force divisée par la section minimale initiale) (Panait, 2010).

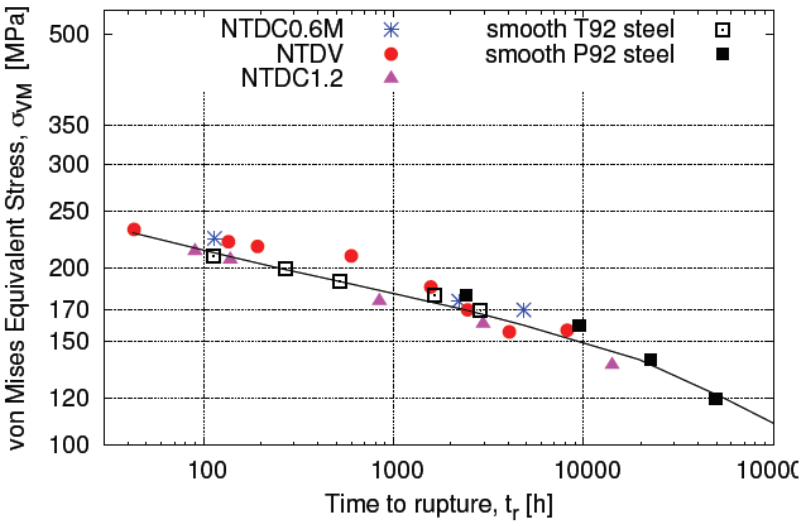


Figure V.23 : Creep rupture data of the smooth and notched specimens as a function von Mises equivalent stress, σ_{VM}

Figure 4-13 : données de fluage à 600 °C de C. Panait, sur éprouvettes lisses et entaillées, présentées en contraintes de von Mises (Panait, 2010).

Ainsi, les contraintes à appliquer à l'éprouvette entaillée ont été déterminées à partir de la contrainte de Von Mises souhaitée dans la section minimale de l'éprouvette, au droit de l'entaille, au cours de stade secondaire de l'essai de fluage.

Les niveaux de contraintes ont été choisis à partir des durées de vie visées, ici 1000h et 5000h. Les données de fluage sur éprouvettes lisses indiquent que ces durées de vie sont atteintes pour des contraintes appliquées respectivement de 205 et 240 MPa. Les contraintes de Von Mises visées pour chacun des deux types d'éprouvettes sont donc de 205 et 240 MPa.

Des calculs par éléments finis ont donc été réalisés pour déterminer les contraintes nettes à appliquer. Les paragraphes suivants présentent la démarche utilisée pour déterminer les contraintes à appliquer dans les deux types d'éprouvettes pour obtenir une contrainte de von Mises de 240 MPa dans la section minimale des éprouvettes. La même démarche est appliquée pour obtenir une contrainte de von Mises de 205 MPa et est présentée en annexe, dans la partie 7.4.

La loi de fluage de Panait (Panait, 2010) sur du métal de base à 600°C a de nouveau été utilisée. Les contraintes réellement appliquées seront recalculées dans la suite de la thèse, une fois les lois de comportement en fluage à 550°C obtenues.

Plusieurs valeurs de contrainte nette ont été testées pour chaque éprouvette.

4.1.6.2 Détermination de la contrainte nette à appliquer pour obtenir une contrainte de von Mises de 240 MPa dans la section entaillée en zone adoucie (entaille sévère).

L'évolution des contraintes axiales et de Von Mises le long de la section minimale de l'éprouvette au droit de l'entaille sévère a été tracée pour les différents niveaux de contraintes appliquées.

L'évolution de ces contraintes a été tracée à trois moments du stade secondaire de fluage de l'essai « numérique », indiqués sur la courbe de fluage de la Figure 4-14, prédite par le modèle.

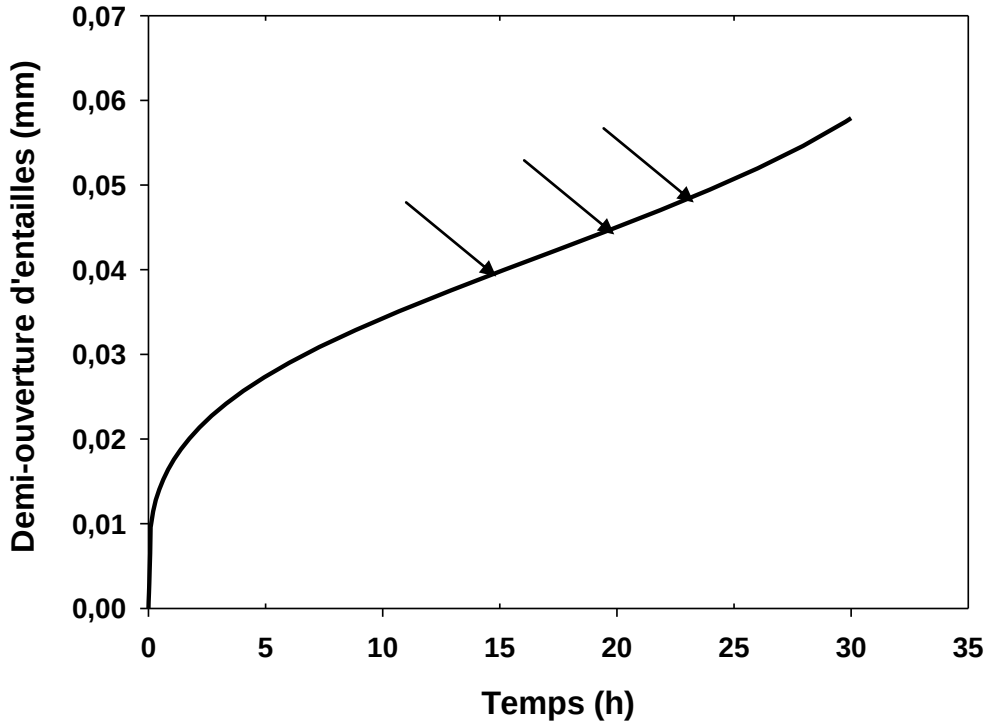


Figure 4-14 : courbe de fluage issue d'un calcul par éléments finis sur l'éprouvette entaillée en zone adoucie.

Pour chaque contrainte macroscopique appliquée, la distribution spatiale de la contrainte axiale a été considérée. En effet, l'endommagement se développe dans les zones où la contrainte axiale est maximale, là où le taux de triaxialité est le plus élevé.

A la distance de l'axe correspondant au maximum de contrainte axiale, la valeur de contrainte de von Mises est lue. Le choix de la contrainte nette est arrêté lorsque la valeur de von Mises lue à cet endroit correspond à celle visée.

Pour l'éprouvette entaillée en zone adoucie, la contrainte axiale est maximale au niveau de l'axe de l'éprouvette et sur une région de rayon de 3 mm, comme l'illustre la Figure 4-15, qui présente l'évolution de ces valeurs pour une contrainte nette de 390MPa. Le palier de contrainte axiale se situe autour de 490 MPa. La contrainte de von Mises est de l'ordre de 240 MPa à cet endroit et n'évolue que de quelques MPa (environ 5 MPa) le long du palier.

Le maximum de contrainte axiale a été choisi à environ 0,15 mm de l'axe de l'éprouvette au droit de l'entaille (ellipse rouge sur le graphique de la Figure 4-15), au centre du palier. Cette valeur a été choisie en milieu de stade secondaire.

Une contrainte nette de 390 MPa permet donc d'obtenir une valeur de contrainte de von Mises de 240 MPa au droit de l'entaille sévère, comme le montre le graphique de la Figure 4-15.

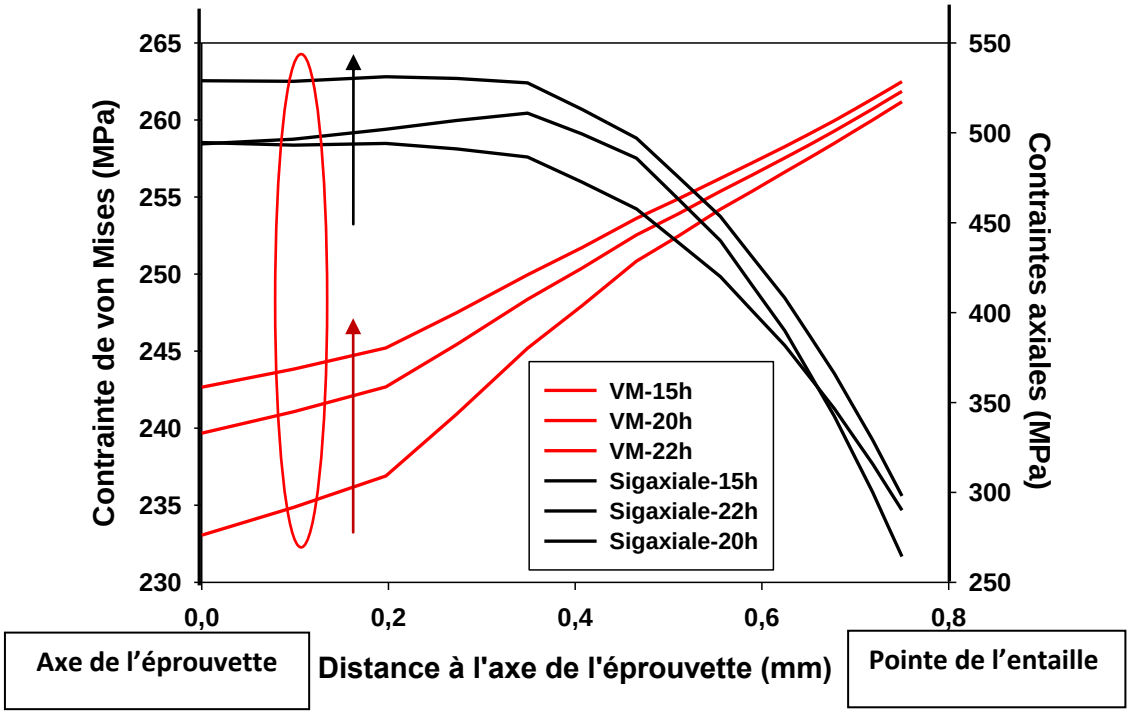


Figure 4-15 : évolution de la contrainte de von Mises (VM : échelle à gauche) et de la contrainte axiale (Sigaxiale : échelle à droite) le long de la section au droit de l'entaille, à partir de l'axe, à différents stade du fluage secondaire, pour une contrainte nette appliquée de 390MPa. Les flèches indiquent l'évolution des courbes avec le temps, soit avec l'augmentation de la déformation viscoplastique.

Le graphique de la Figure 4-16 présente le champ de contraintes de von Mises calculées dans l'éprouvette entaillée en zone adoucie, après 20h d'essai, en milieu de stade secondaire. On observe que le niveau de contraintes de von Mises est supérieur à 220 MPa.

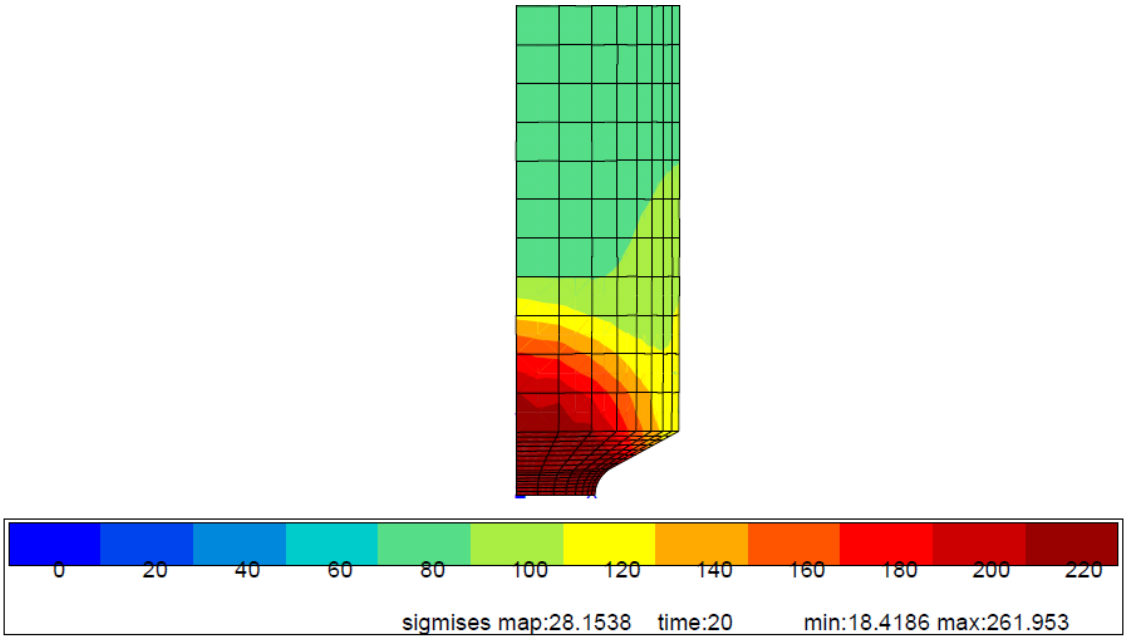


Figure 4-16 : cartographie des contraintes de von Mises calculées dans l'éprouvette entaillée en zone adoucie, au bout de 20h d'essai.

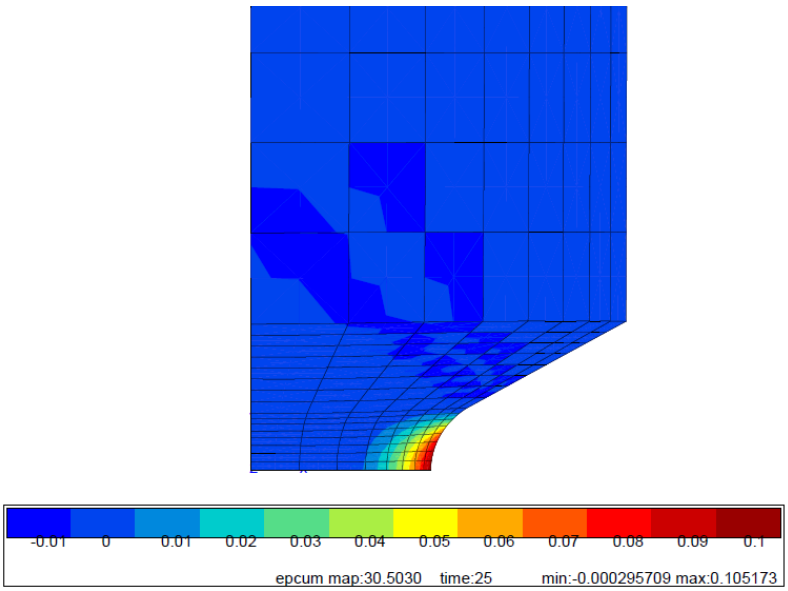


Figure 4-17 : cartographie des déformations plastiques cumulées calculées dans l'éprouvette entaillée en zone adoucie après 25h d'essai.

La Figure 4-17 présente une cartographie des déformations viscoplastiques cumulées calculées dans l'éprouvette entaillée en zone adoucie, après 25h d'essai, en fin de stade secondaire. On constate que la déformation viscoplastique se localise au niveau de la pointe de l'entaille.

Le graphique de la Figure 4-18 présente l'évolution de la triaxialité des contraintes au niveau de la section au droit de l'entaille, à trois moments du stade secondaire.

Le taux de triaxialité est maximal au niveau du centre de la section entaillée. Il vaut 1,37 au niveau de l'axe de l'éprouvette, après 20h d'essai. L'endommagement se développera probablement en premier et majoritairement au centre de l'éprouvette, malgré la sévérité de l'entaille. Le faible diamètre de cette éprouvette, imposé par le prélèvement perpendiculaire à la ligne de fusion, ne

permet probablement pas de confiner suffisamment le chargement pour accéder à la fissuration intergranulaire.

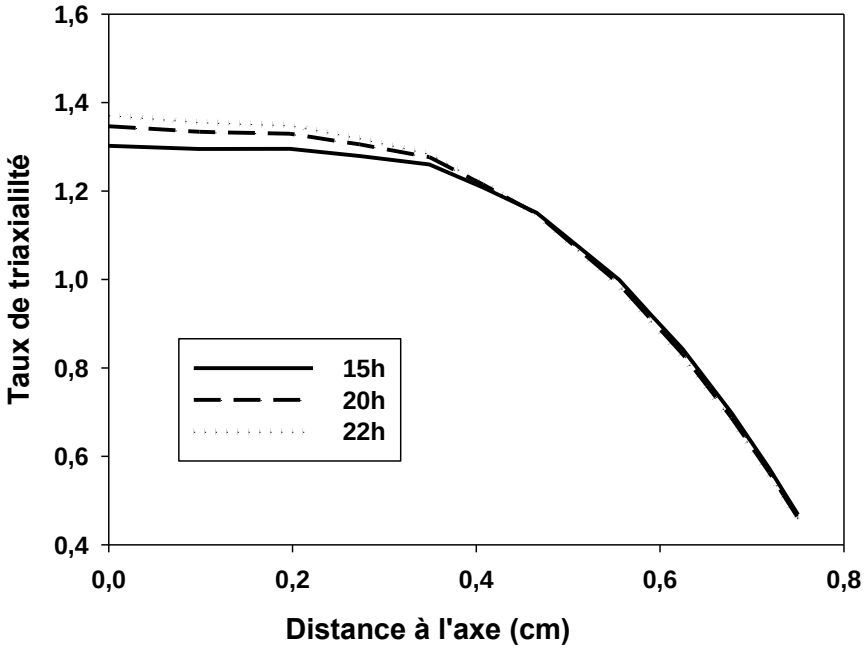


Figure 4-18 : évolution du taux de triaxialité le long de la section au droit de l'entaille sévère.

4.1.6.3 Détermination de la contrainte nette à appliquer pour obtenir une contrainte de von Mises de 240 MPa dans la section entaillée en zone fondue (entaille douce).

Les champs de contraintes et de déformation dans une éprouvette avec entaille douce sont différents de ceux estimés dans une éprouvette avec entaille sévère.

L'évolution des contraintes axiale et de von Mises au droit de l'entaille est tracée sur le graphique de la Figure 4-20 à trois instants du stade secondaire, indiqués sur la courbe de fluage de la Figure 4-19.

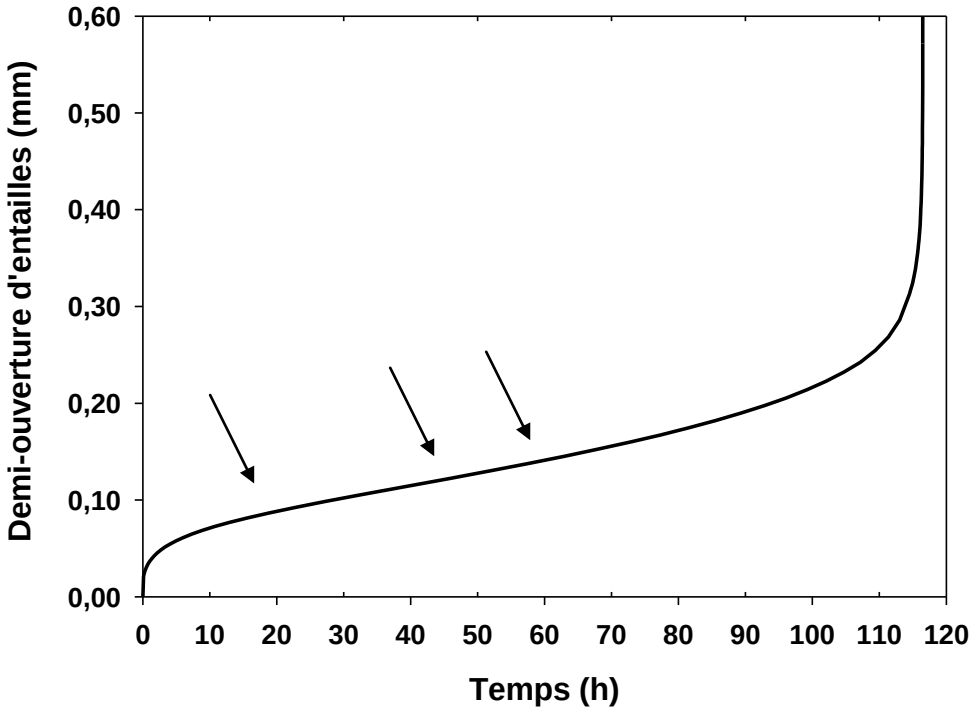


Figure 4-19 : courbe de fluage simulée, pour une contrainte nette de 250 MPa, à 600°C.

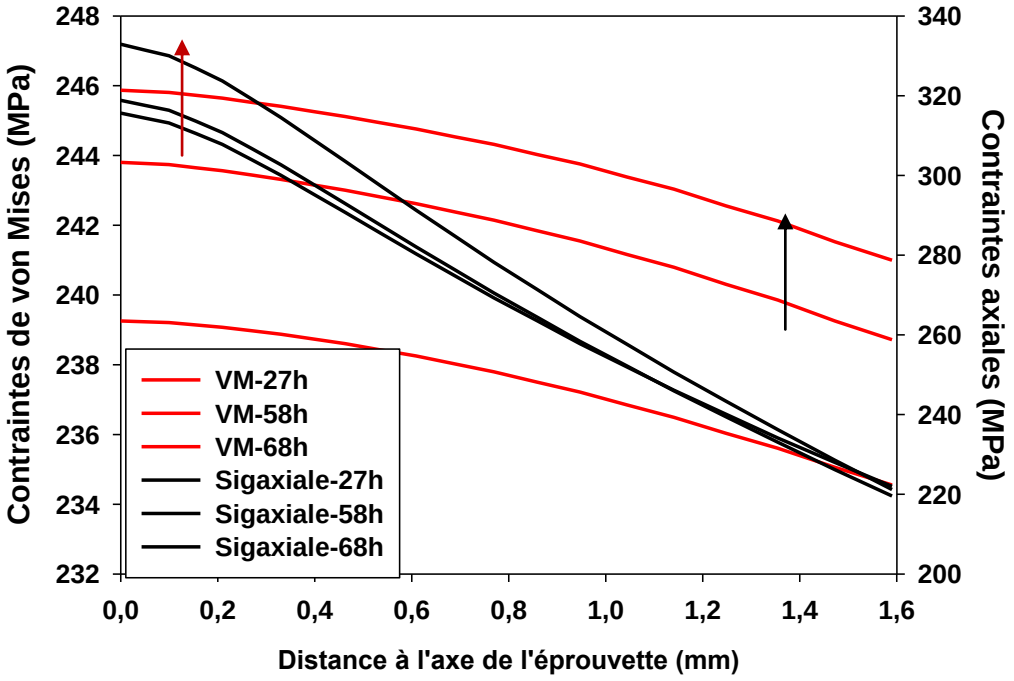


Figure 4-20 : évolution des contraintes axiales (Sigaxiale) et de von Mises (VM) au niveau de la section d'entaille douce, à trois instants de l'essai de fluage, pour une contrainte nette appliquée de 250MPa. Les flèches indiquent l'évolution avec le temps.

La contrainte axiale le long de la section minimale est maximale au niveau de l'axe de l'éprouvette.

La contrainte de von Mises est quasiment constante le long de la section minimale. En milieu de stade secondaire, à 58h d'essai, elle vaut en moyenne 242 MPa, et varie d'environ 5 MPa autour de cette valeur moyenne.

Le graphique de la Figure 4-20 montre qu'une contrainte nette de 250 MPa permet d'obtenir une contrainte de von Mises de 240 MPa au droit de l'entaille au milieu du stade secondaire.

La Figure 4-21 est une cartographie des déformations viscoplastiques cumulées dans l'éprouvette entaillée en zone fondue, à 68h. On observe que la déformation viscoplastique se localise au centre de la section entaillée. La viscoplasticité est centrée sur l'axe de l'éprouvette au droit de l'entaille.

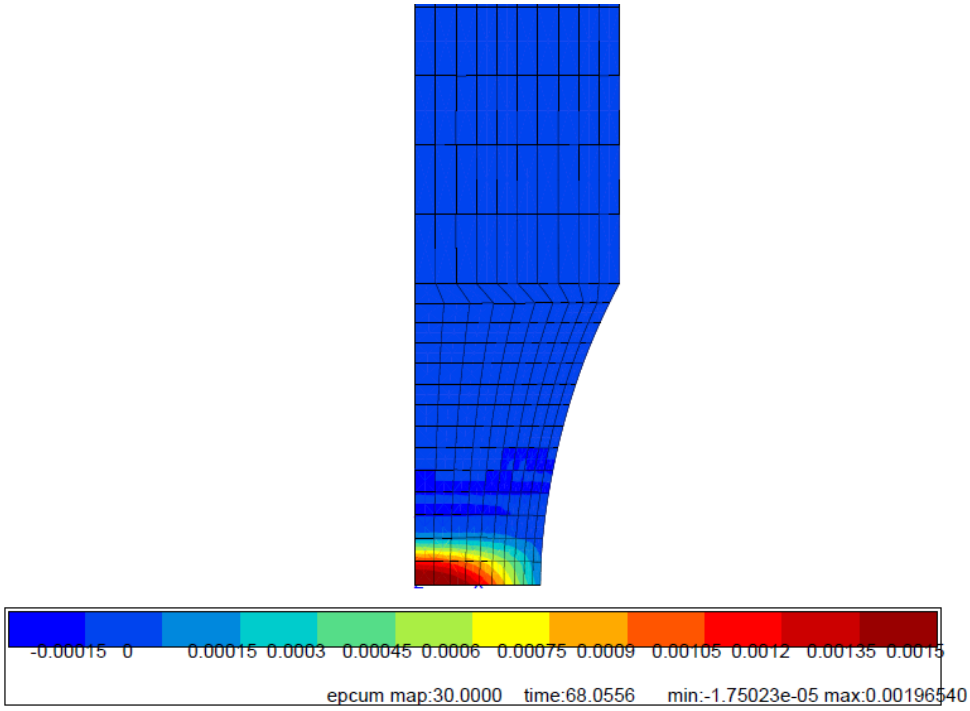


Figure 4-21 : cartographie des déformations plastiques cumulées calculées dans l'éprouvette entaillée en zone fondue, à 68h d'essai.

La Figure 4-22 montre l'évolution du taux de triaxialité des contraintes le long de la section entaillée, aux trois instants du stade secondaire, pour une contrainte nette de 250 MPa. La triaxialité est maximale aux bords de l'entaille. Comme cela était attendu compte-tenu de la géométrie « douce » de l'entaille, les valeurs de triaxialité restent faibles (≤ 0,7) et évoluent très peu au cours du stade secondaire.

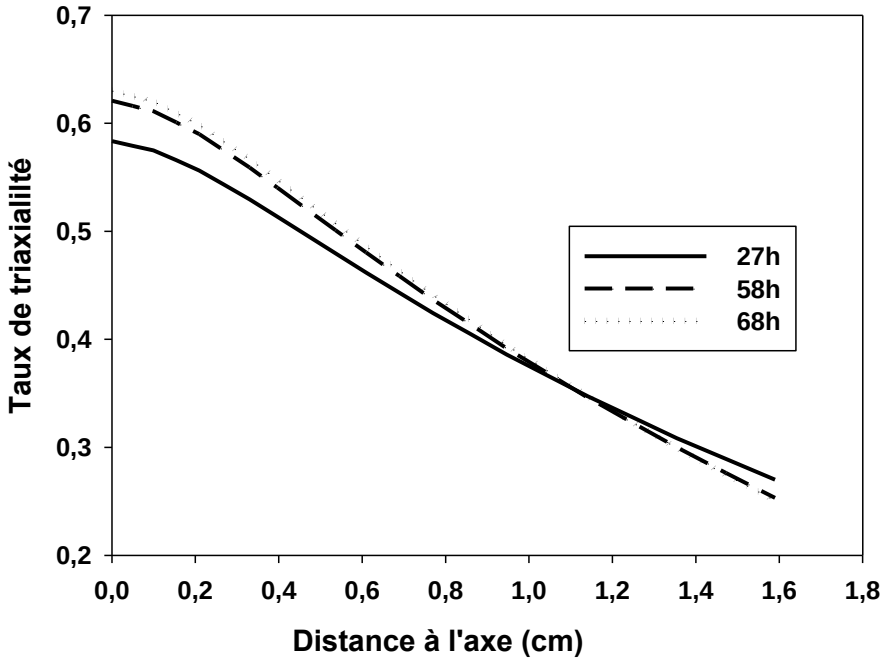


Figure 4-22 : évolution de la triaxialité des contraintes le long de la section au droit de l'entaille douce.

4.1.7 Conclusion

Les contraintes nettes de fluage appliquées aux éprouvettes entaillées en zone adoucie et en zone fondue sont résumées dans le Tableau 4-1.

Contrainte de von Mises visée (MPa)	Contrainte nette appliquée ($\frac{F}{S_0}$) (MPa)	
	Eprouvette entaillée en zone adoucie (entaille sévère)	Eprouvette entaillée en zone fondue (entaille douce)
205	335	215
240	390	250

Tableau 4-1 : contraintes nettes appliquées aux éprouvettes entaillées.

Le chargement est confiné au niveau de l'entaille. En particulier, les éprouvettes entaillées avec entaille sévère ont été réalisées de manière à positionner la zone adoucie au droit de l'entaille. Le taux de triaxialité des contraintes dans cette zone est, par conséquent, élevé et sans doute éloigné de celui rencontré sur les éprouvettes lisses travers joint.

4.2 Etude du comportement mécanique du joint soudé

4.2.1 Comportement mécanique en traction

Des essais de traction sur éprouvettes lisses prélevées dans le sens travers du joint soudé avec produit d'apport Thermanit MTS 616, ont été réalisés à 20°C et 550°C. Un dispositif de corrélation d'images a été utilisé afin d'évaluer les champs de déplacements et de déformations dans les différentes zones des joints soudés lors des essais. Un des objectifs de ces essais est d'analyser le comportement en traction de ce joint soudé à 550°C. En particulier, les différences de propriétés mécaniques entre les différentes zones du joint soudé sont examinées.

4.2.1.1 Dispositifs des essais

Les essais de traction avec corrélation d'images ont été réalisés à l'aide d'une machine de traction servohydraulique et d'un appareil photo Canon EOS 5D (Objectif MP-E 65mm) ou d'une caméra CCD 2 mega pixels (1600*1200).

Les essais ont été faits sur des éprouvettes plates, prélevées dans le sens travers du joint soudé Grade 92 et dans l'épaisseur du tube. Les éprouvettes sont de section rectangulaire de 6 mm par 8 mm (dans la partie utile) et de longueur utile 38 mm. Le plan des éprouvettes est donné sur le schéma de la Figure 4-23. Les plans d'éprouvettes sont repérés à l'aide des coordonnées (r, θ, z) du tube sur la Figure 4-23. Le plan de prélèvement est indiqué en annexe 7.7.

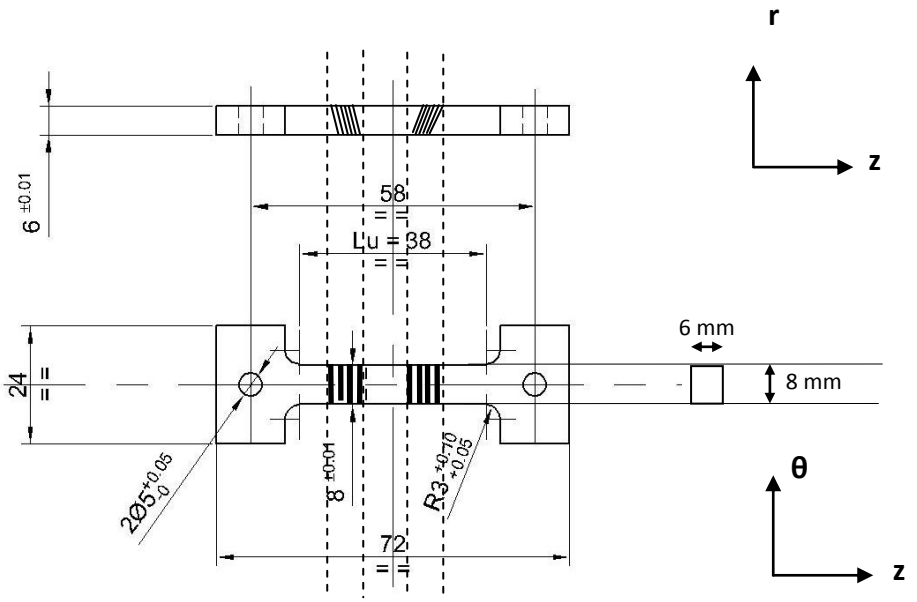


Figure 4-23 : plan des éprouvettes de traction. Les hachures correspondent à la position des ZAT.

La cellule de force utilisée a une capacité de 100 kN.

Les essais ont été réalisés à vitesse de déplacement du vérin constante valant 0,57 mm/min. La vitesse d'allongement relatif moyen de l'éprouvette imposée est de $2{,}5.10^{-4}$ s^{-1}.

Le déplacement du vérin est mesuré et enregistré en continu par un capteur LVDT placé sur le vérin.

Trois essais ont été réalisés, un essai à 20°C et deux essais à 550°C.

Les deux essais à 550 °C ont été effectués dans une enceinte climatique sous air. Le mode de chauffage est résistif. Une fois la température comprise dans un intervalle de +/- 1,5°C de la

température de consigne et stabilisée pendant environ 30 minutes, l'essai est lancé. La température de l'éprouvette est mesurée à l'aide d'un thermocouple positionné au milieu de l'éprouvette, en contact avec la surface. La précision de la mesure est de +/- 3°C. La cellule de charge est située à l'extérieur de l'enceinte. La Figure 4-24 présente le dispositif des essais à 550 °C. L'enceinte comporte un hublot à travers duquel la caméra prend les images de l'éprouvette à différents stades de l'essai. Deux lampes (de couleur bleu sur la Figure 4-24) sont orientées vers la zone utile de l'éprouvette.

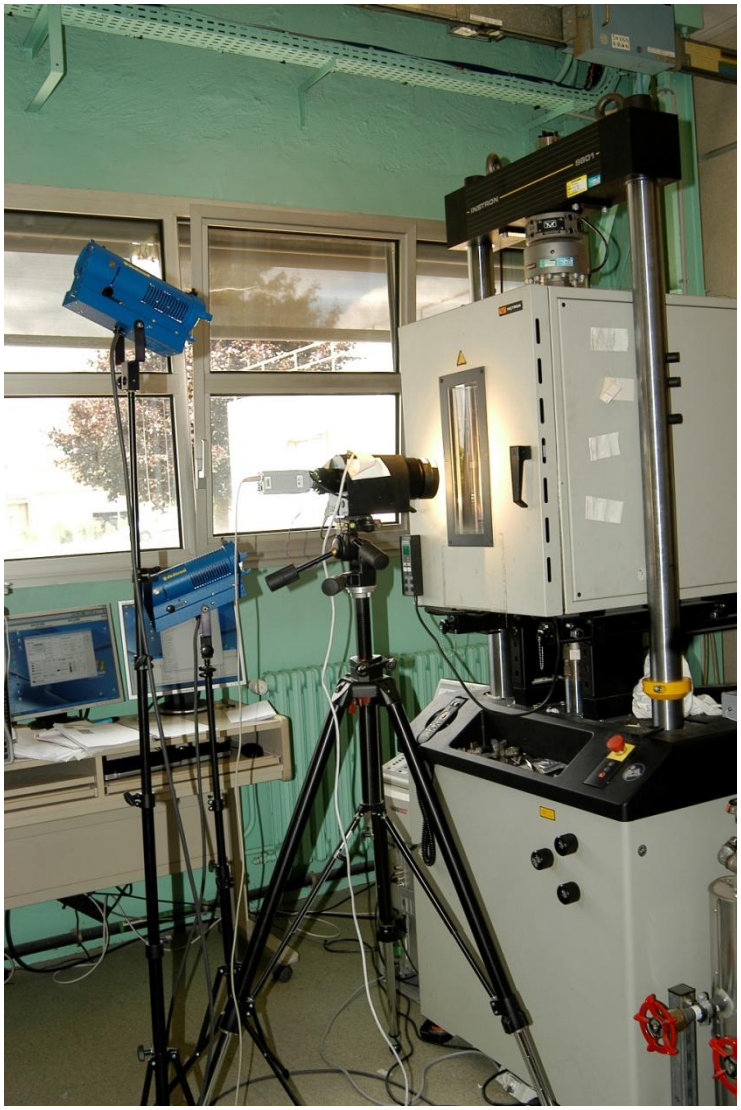


Figure 4-24 : dispositif expérimental pour les essais de traction avec corrélation d'images.

4.2.1.2 Analyse du champ de déplacement par corrélation d'images

Cette méthode permet d'obtenir le champ des déformations locales d'un objet au cours d'une sollicitation, à travers la mesure du champ des déplacements à la surface de l'éprouvette (2D).

4.2.1.2.1 Principe

La méthode est basée sur la comparaison de deux images. Deux configurations sont possibles. La comparaison peut être faite soit entre l'image à l'état initial et l'image à l'instant étudié (à un stade donné du chargement) soit entre deux images successives. Il s'agit de faire coïncider un même point sur les deux images et d'en déduire le déplacement de l'image à l'état déformé. On suppose en outre

qu'il existe une correspondance entre les déformations de l'image enregistrée et les déformations de la surface de l'éprouvette.

L'appariement point par point des deux images grâce à des algorithmes numériques, permet d'obtenir les champs de déplacements. Plus précisément, la méthode consiste à associer des points homologues en maximisant une fonction de corrélation entre les deux images enregistrées par une caméra [Doumalin, 2000].

La mise en application de cette méthode nécessite en premier lieu d'avoir une surface munie soit de plusieurs motifs aléatoires avec un contraste de niveau de gris important, soit d'une grille. La technique de la corrélation d'images a été mise en application par Hild et al. [Hild et al., 2002] et Périé et al. [Périé et al., 2009]. Ces derniers ont utilisé la méthode dans le but de déterminer des lois d'endommagement anisotropes sur des matériaux composites. L'ensemble de ces chercheurs ont utilisé un mouchetis aléatoire.

Bornert et al. [M. Bornert et al., 2009] et Touboul et al.[Touboul et al., 2011] ont également utilisé la méthode mais ont appliqué une grille sur la surface de l'éprouvette pour déterminer le champ de déplacements.

En second lieu, il est essentiel que les moyens d'observation et de numérisation soient positionnés parallèlement à la surface de l'éprouvette.

4.2.1.2.2 Dispositif expérimental

Pour cette étude, le motif a été choisi aléatoire. Un mouchetis parfaitement aléatoire permet d'obtenir une surface constituée d'éléments non répétitifs, répartis de manière isotrope et avec un contraste élevé [Lecompte et al., 2006]. La présence d'un grand nombre de détails répartis de manière hétérogène à la surface de l'éprouvette facilite l'appariement des points homologues entre l'image initiale et l'image déformée [Bornert, 2009].

Pour les trois essais, on observe l'une des deux grandes faces des éprouvettes.

Pour l'essai à 20°C, le mouchetis a été fait avec une peinture à l'eau (peinture basse température). La zone utile de l'éprouvette a dans un premier temps été recouverte d'une couche de peinture blanche. Un mouchetis de peinture noire a été déposé dans un deuxième temps (Figure 4-25).

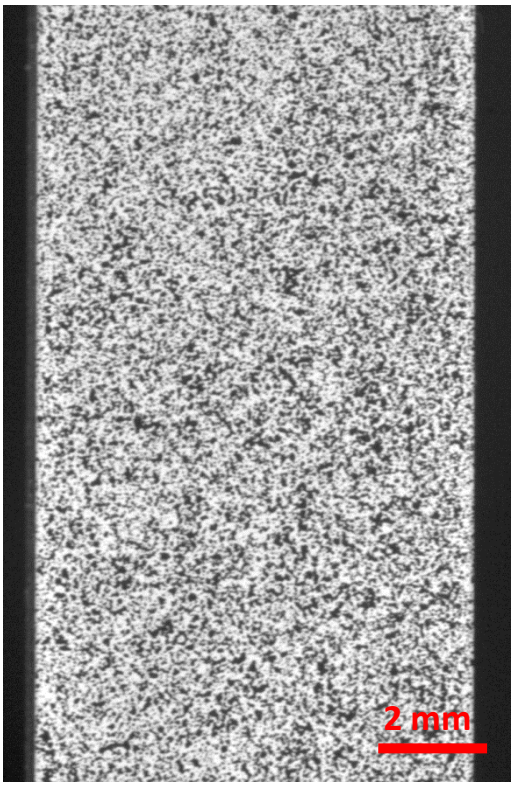


Figure 4-25 : photographie du mouchetis à l'état initial, pour l'essai à 20°C.

Pour les essais à 550°C, les mouchetis ont été faits avec une peinture haute température. Un premier essai en température avec un mouchetis similaire à celui de l'essai à 20°C, a montré que la peinture blanche s'écaillait rapidement, dès le début de la localisation de la déformation. Une autre méthode a donc été utilisée. Un mouchetis de peinture blanche a été déposé directement sur la zone utile de l'éprouvette. Le contraste a été amélioré grâce à l'oxydation de l'éprouvette au niveau de la zone d'étude. Le mouchetis obtenu est observable sur la Figure 4-26. Celui-ci comporte des taches plus larges que le mouchetis de l'essai à 20°C. Cela est lié à la peinture utilisée, qui présente des caractéristiques différentes de la peinture basse température.

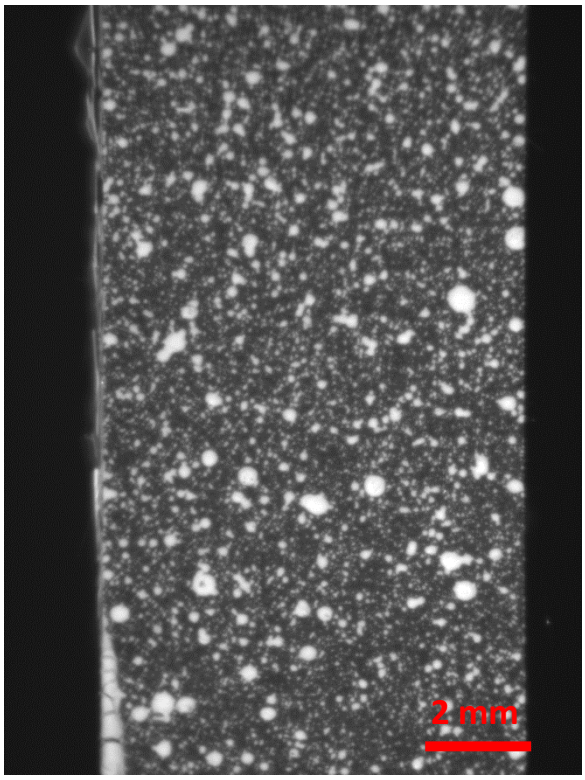


Figure 4-26 : photographie du mouchetis pour les essais à 550°C.

Pour l'essai à 20°C, les images sont prises à l'aide de l'appareil photo. Pour les essais à 550°C, les images sont réalisées à l'aide de la caméra CCD.

Le dispositif de corrélation d'images est également constitué d'une chaîne d'acquisition numérique et d'un système d'éclairage. Le système d'éclairage est constitué de deux lampes orientées vers la zone utile de l'éprouvette dans le four (Figure 4-24). L'une est positionnée sous le hublot mais dirigée vers la zone utile de l'éprouvette, la seconde est située au-dessus du hublot mais également orientée vers la zone utile de l'éprouvette. Cette configuration permet d'éviter les effets d'ombres sur la partie de l'éprouvette observée. La qualité des images faites pendant l'essai à chaud n'a pas été affectée par la présence de la vitre du four et par les effets de convection.

Les images sont directement transférées dans la mémoire de l'ordinateur. La taille des pixels est de 0,35 mm, pour les trois essais.

Il est primordial que la surface de l'éprouvette soit parfaitement éclairée et nette, afin d'obtenir ensuite une bonne résolution sur les déplacements et les déformations.

Pour l'essai à 20 °C et pour le premier essai à 550 °C, la zone utile de l'éprouvette étudiée est centrée sur l'image faite par la caméra. La caméra est fixe au cours de l'essai. Il est donc nécessaire que la première prise de vue prenne en compte la déformation moyenne future de l'éprouvette afin que l'intégralité de la zone étudiée soit observable à la fin de l'essai. Pour le second essai à 550°C, le grandissement est ajusté de manière à ce que l'image ne comporte qu'une portion de la zone utile de l'éprouvette : la zone qui se sera le plus déformée lors de l'essai 1. Ce second essai permettra de compléter les résultats obtenus avec l'essai 1. Les mesures obtenues sur les zones observées seront plus précises.

Au cours de l'essai de traction, la caméra effectue des photographies successives dont une à l'état initial, qui sera considérée ensuite comme l'image de référence. Chaque photographie correspond à

une image de la surface à un instant de l'essai. La caméra prend une image toutes les 5 secondes, ce qui correspond à environ 125 images pour un allongement relatif de 0,5%.

4.2.1.3 Détermination du champ de déplacement et de déformation

Le logiciel de corrélation d'images utilisé est le logiciel CorrelManuV [M. Bornert, 2009].

La procédure se décompose en trois étapes :

- ✓ Définition de la zone d'étude (ROI « Region of Interest ») sur l'image de référence. Pour cette étude une zone de la partie utile de l'éprouvette, comprenant l'intégralité du joint soudé et une partie du métal de base, a été sélectionnée.
- ✓ Subdivision de cette zone en « imagettes » de forme carrée, appelées zones d'étude élémentaires (ZEE) ou zones d'intérêt (« Zones Of Interest », ZOI). L'ensemble des imagettes doivent recouvrir l'intégralité de la zone d'étude. Elles sont de l'ordre de quelques dixièmes de millimètres comportant de 4 à 16 pixels. Une ZOI doit comporter au moins un motif.
- ✓ Corrélation des ZOI, c'est-à-dire liaison de chaque ZOI de l'état initial à sa correspondante à l'état déformé.

La taille des ZOI est choisie en fonction de plusieurs critères, à savoir la taille des taches sur le mouchetis, ainsi que des gradients de déformation. Lecompte et al. [Lecompte et al., 2006] ont étudié l'influence de la taille moyenne des taches combinées à la taille des ZOI sur la précision des champs de déplacement et de déformation. Ils ont constaté que des mesures précises requièrent une taille de ZOI plutôt large. La Figure 4-27 présente, pour un champ de déformation hétérogène, les distributions de la différence entre les déplacements imposés et les déplacements mesurés par la corrélation d'image, pour différentes tailles de taches sur le mouchetis et différentes tailles de ZOI. Les distributions sont plus fines et centrées autour de la valeur nulle pour des tailles de ZOI plus larges. Néanmoins, les ZOI ne doivent pas être trop grandes pour ne pas dégrader la résolution spatiale et doivent tenir compte des gradients de déformation. En effet, dans le cas de gradients importants, des ZOI de trop grande taille auraient pour conséquence de « lisser » le comportement réel.

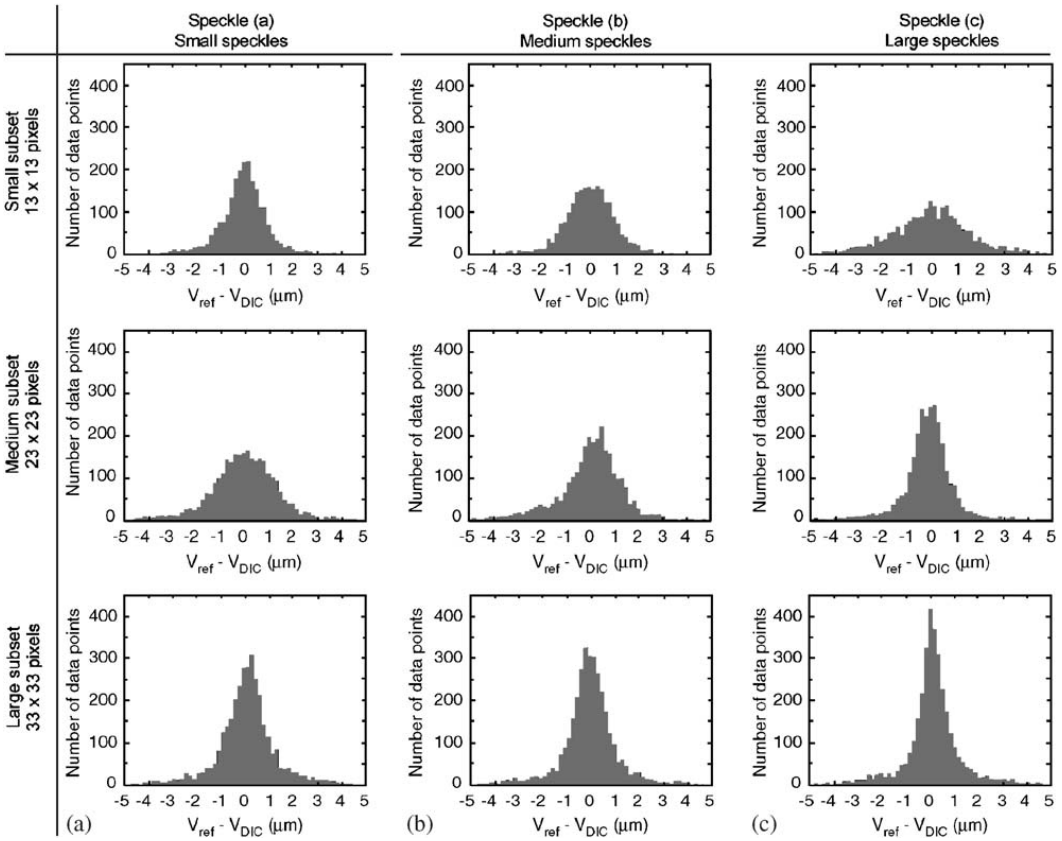


Figure 4-27 : distributions de la différence entre le déplacement imposé et le déplacement mesuré par la corrélation d'images, pour un champ de déformation hétérogène, en fonction de la taille des ZOI (« subsets ») et la tailles des taches du mouchetis (« speckles ») [Lecompte et al., 2006].

Pour cette étude, afin d'évaluer les déplacements et ainsi les déformations locales, les carrés de dimensions égales (les ZOI), ont été définis au moyen du logiciel CorrelManuV [M. Bornert, 2009].

Au cours de la dernière étape, le logiciel tente d'évaluer le déplacement de la ZOI transformée en cherchant, sur l'image au stade de l'essai étudié, le motif qui ressemble le plus au motif de la ZOI de l'image de référence. Le déplacement d'une ZOI entre les deux états correspond à un décalage spatial de l'intensité du signal numérisé par la caméra CCD. La corrélation est donc effectuée entre une image non déformée qui correspond à l'état initial et la succession d'images déformées à chaque instant. La corrélation peut également être faite entre deux images déformées à deux instants successifs. Cette technique a également été utilisée à un certain stade de l'essai 2 et sera illustrée par la suite.

Les ZOI sont repérées par les coordonnées de leur point central. Le champ de déplacement sur la région d'étude est déterminé en évaluant le déplacement de l'ensemble des centres de chaque ZOI. Dans le cas de CorrelManuV, la ZOI sur l'image déformée conserve sa forme initiale. Les déplacements de ces ZOI sont mesurés à chaque instant afin de fournir les champs de déplacements et de déformations finaux.

Les données obtenues sont post-traitées à l'aide d'un programme développé sous Matlab.

Ce post traitement fournit l'évolution des déformations moyennes par ligne et à chaque instant, ainsi que les courbes locales. Une ligne désigne un alignement horizontal de ZOI sur la largeur de la zone utile de l'éprouvette.

4.2.1.4 Résultats des essais de traction

4.2.1.4.1 Courbes globales

Les courbes de la Figure 4-28 présentent l'évolution de la charge en fonction du déplacement de la traverse pour chaque essai. Les flèches indiquent le stade de l'essai auquel la corrélation d'images a été arrêtée. Les propriétés mécaniques sont indiquées dans le Tableau 4-2.

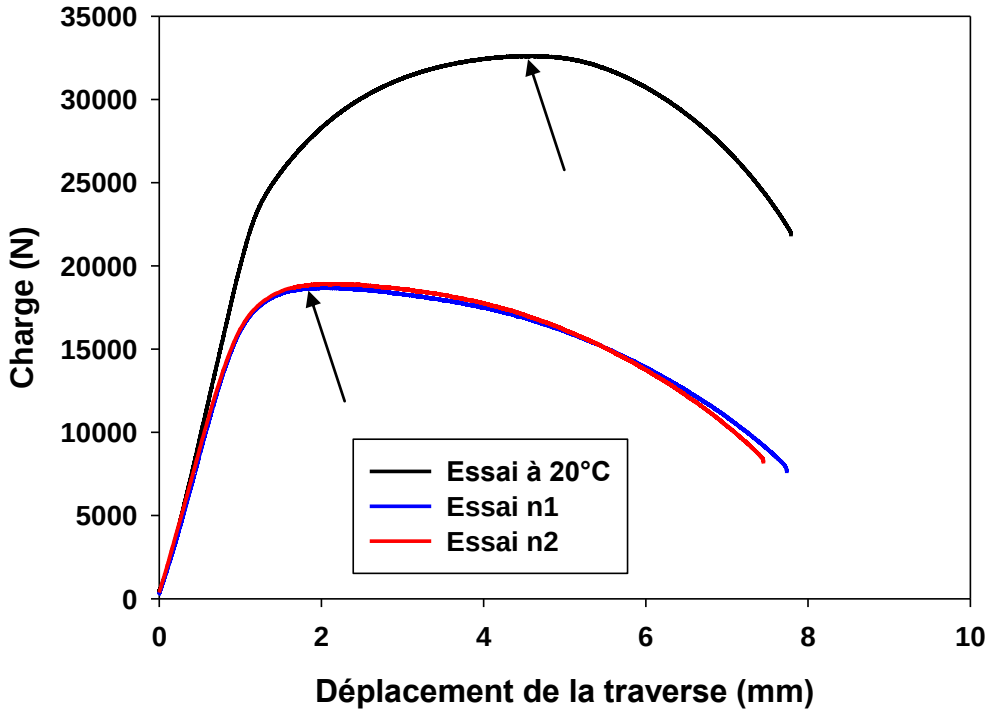


Figure 4-28 : courbe d'évolution de la charge en fonction de l'allongement de la traverse, pour chaque essai de traction (un essai à 20°C, deux essais à 550°C).

Les courbes issues des deux essais à 550°C sont très proches l'une de l'autre quasiment jusqu'à rupture. Il n'y pas de dispersion notable dans les valeurs caractéristiques des deux essais relevés dans le Tableau 4-2.

L'analyse par corrélation d'images n'a pas pu être menée jusqu'à rupture. En effet, au cours de l'essai, les déformations augmentent fortement, ce qui entraîne une dégradation du mouchetis et une modification du contraste.

Ces courbes de traction sont comparées avec des courbes issues d'essais de traction sur éprouvettes travers joint, réalisés par la Laboratoire des Techniques d'Assemblage (LTA) au CEA. Les essais sont réalisés sur les deux joints soudés à 20 °C et à 550 °C. Les éprouvettes sont cylindriques, de 4 mm de rayon et de 28 mm de longueur.

Les courbes sont présentées sur la Figure 4-29 et la Figure 4-30. Les données chiffrées sont rassemblées dans le Tableau 4-2.

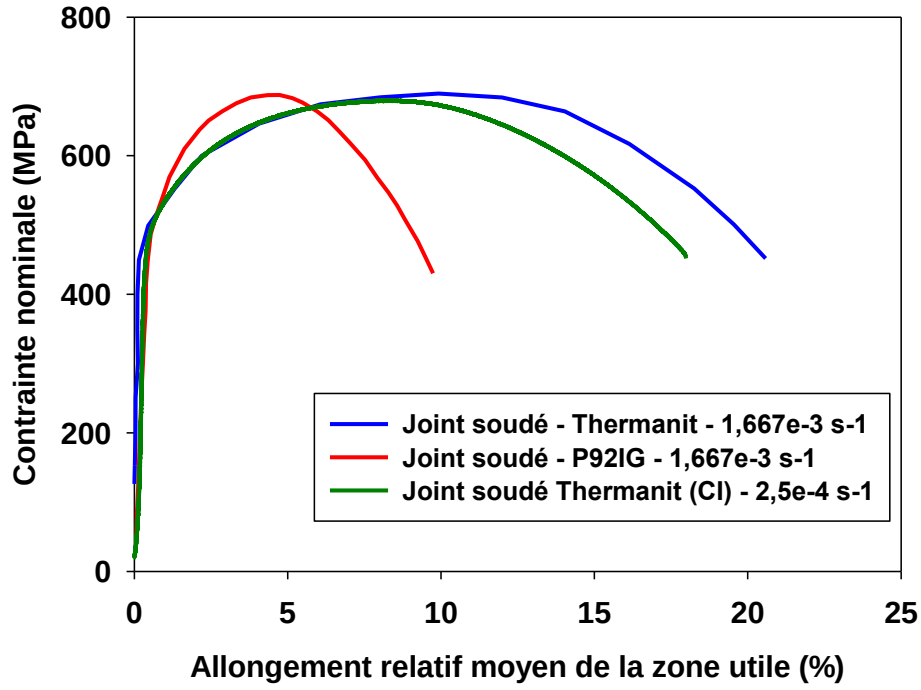


Figure 4-29 : courbes de traction à 20 °C sur éprouvettes travers joint. CI indique qu'il s'agit de l'essai sur lequel est réalisée la corrélation d'images.

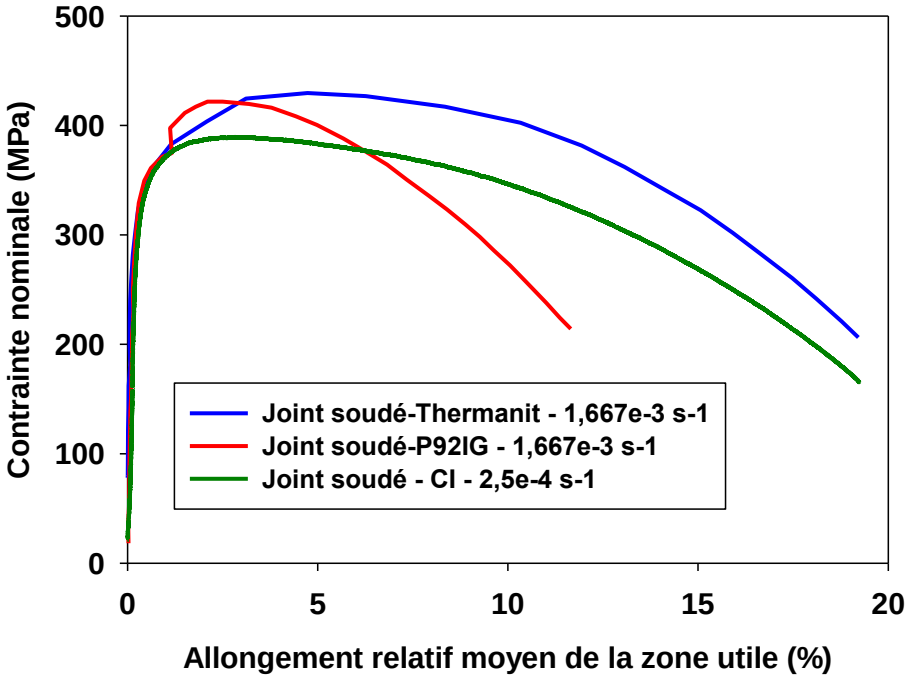


Figure 4-30 : courbes de traction à 550 °C sur éprouvettes travers joint. CI indique qu'il s'agit de l'essai sur lequel est réalisée la corrélation d'images.

Pour l'essai à 20 °C, les courbes provenant des essais sur le joint soudé avec produit d'apport Thermanit sont superposées. On constate une légère dispersion sur l'allongement à rupture.

La soudure P92-IG a un allongement moyen à rupture significativement plus bas : cela peut venir soit d'une ductilité intrinsèque plus faible, soit d'une zone molle plus petite qui s'écrouit plus rapidement que la soudure Thermanit.

Les valeurs de striction mesurées (Tableau 4-2) ne sont pas significativement différentes. Les ductilités intrinsèques des deux zones sont donc proches.

A 550 °C, on constate l'influence de la vitesse de déformation sur les propriétés mécaniques du matériau. Les valeurs de limites d'élasticité et de contrainte maximale augmentent avec la vitesse de sollicitation. Sur la Figure 4-30, le décalage de la courbe rouge de l'essai sur joint soudé avec produit d'apport P92IG est dû à un déplacement de l'extensomètre lors de l'essai.

Essais de traction	Température	Vitesse de déformation (s-1)	E (GPa)	$Rp_{0,2}$ (MPa)	Rm (MPa)	Z (%)
Avec corrélation d'images : Produit d'apport Thermanit	**20 °C**	$2,5.\ 10^{-4}$	218	420	680	-
	550 °C	$2,5.\ 10^{-4}$	130	250	390	-
	550 °C	$2,5.\ 10^{-4}$	121	250	395	-
LTA : Produit d'apport Thermanit	**20 °C**	$1,667.\ 10^{-3}$	210	656	689	70
	550°C	$1,667.\ 10^{-3}$	163	300	429	78
LTA : Produit d'apport P92IG	**20°C**	$1,667.\ 10^{-3}$	240	506	686	70
	550°C	$1,667.\ 10^{-3}$	177	300	423	76

Tableau 4-2 : propriétés mécaniques en traction.

Le module d'Young est indépendant de la microstructure du matériau [Eggeler et al., 1994]. Ainsi, les valeurs de modules d'Young sont considérées comme similaires pour toutes les zones du joint soudé. Les valeurs mesurées sont cohérentes avec celles obtenues pour le métal de base, présentées dans la partie 2.3.1 (201 MPa à 20 °C et 130 MPa à 550 °C).

Ces données sont comparables avec les propriétés en traction évaluées par Vallourec [V&M, 2000]. A température ambiante, sur un joint soudé fabriqué par procédé TIG, la contrainte maximale avant rupture est de 580 MPa. Les $Rp_{0,2}$ sont difficiles à comparer puisque les géométries des éprouvettes considérées sont différentes.

4.2.2 Délimitation des différentes zones du joint

L'attribution d'un comportement en traction à chacune des zones suppose d'avoir délimité celles-ci préalablement à l'essai. En l'absence d'une attaque métallographique avant dépôt du mouchetis, une méthode par mesures de dureté a été utilisée ici. La Figure 4-31 présente une macrographie du joint soudé initial. La surface du joint à été attaquée au réactif de Villela. Une filiation de dureté a été réalisée sur une ligne située au milieu du joint et est superposée à la macrographie. Cette figure permet de localiser les différentes zones du joint soudé.

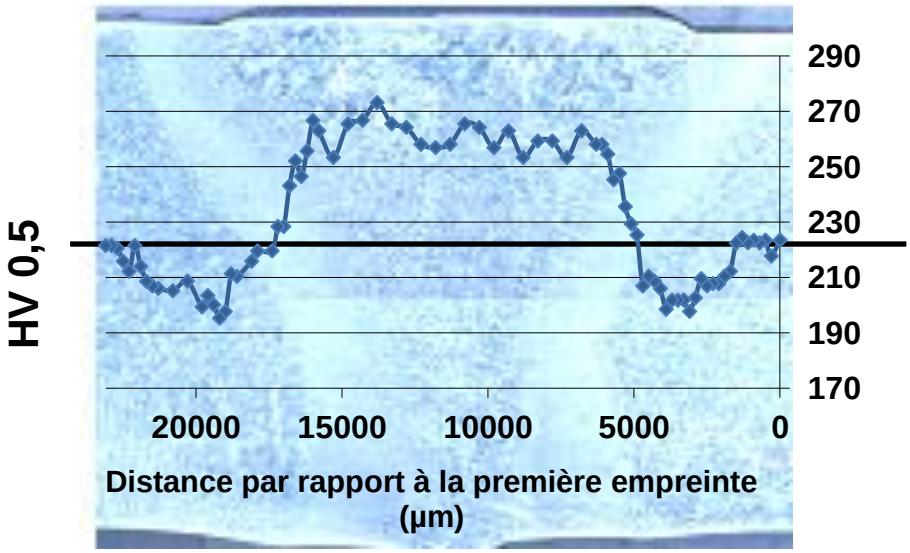


Figure 4-31 : filiation de dureté réalisée au milieu du joint soudé, à laquelle est superposée une macrographie du joint.

Les largeurs des différentes zones du joint soudé ont été mesurées à l'aide des filiations de dureté et d'observations macrographiques et micrographiques. Trois filiations ont été réalisées, une à chaque quart d'épaisseur. Seule la filiation à mi-épaisseur est présentée sur la Figure 4-31.

Comme cela a été présenté ci-dessus, les éprouvettes ont été prélevées à mi-épaisseur du joint soudé. Cependant, la corrélation n'a pas été faite sur les mêmes surfaces des éprouvettes.

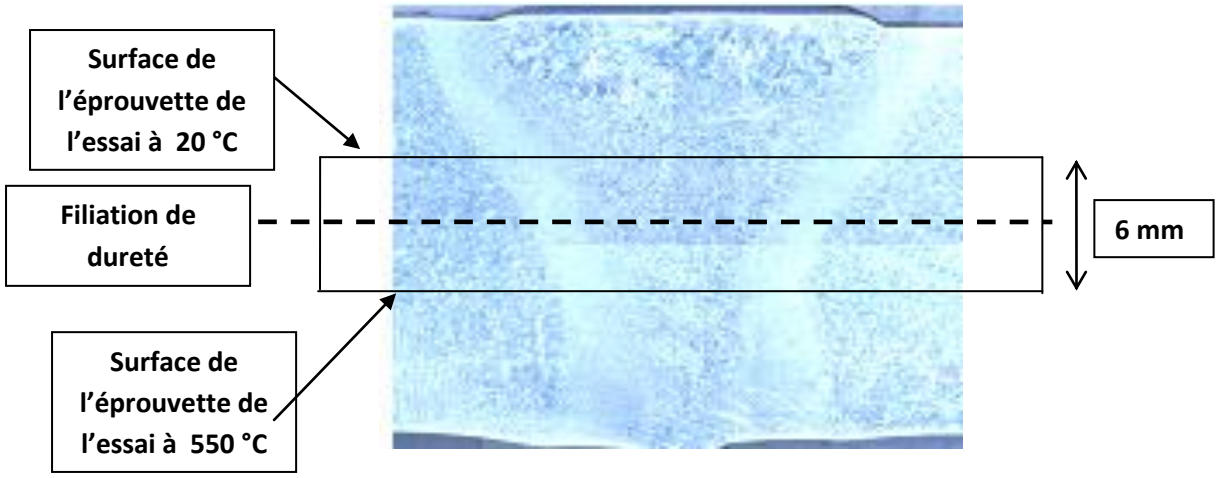


Figure 4-32 : prélèvement de l'éprouvette dans le joint soudé.

Pour l'essai à 20 °C, la corrélation a été faite sur la surface de l'éprouvette où le cordon de soudure est le plus large (Figure 4-32). La démarche utilisée pour positionner chaque zone et estimer leur largeur comprend plusieurs étapes. Tout d'abord, la surface de l'éprouvette est positionnée par rapport à la filiation de dureté située à mi-épaisseur du joint. Puis la taille de la zone fondue a été estimée à l'aide de la macrographie de la Figure 4-32. Les épaisseurs des ZAT ont finalement été évaluées à l'aide des filiations de dureté situées au premier quart et au milieu de l'épaisseur du joint.

Pour les essais à 550 °C, la corrélation a été faite sur l'autre surface, où le cordon de soudure est le moins épais. La taille des différentes zones a été évaluée en utilisant la même démarche.

Ces mesures nous permettent de constater que les tailles des zones ne sont pas les mêmes pour les deux types d'essais. D'une part, la taille de la zone fondue est plus large pour l'essai à 20 °C. D'autre

part, la quantité de métal de base considérée pour cet essai à 20 °C est petite et inférieure à celle de l'autre essai. La présence des congés modifie également très probablement l'état de contraintes dans le métal de base et il est nécessaire d'en tenir compte lors de l'étude du comportement mécanique de cette zone.

4.2.2.1 Essai de traction à 20°C

Sur la Figure 4-33, la courbe rouge indique la moyenne des déformations axiales dans la partie utile de l'éprouvette (calculées grâce à la corrélation d'images) à différents niveaux de contraintes. Cette courbe se superpose à la courbe de traction macroscopique, pour laquelle la rigidité de la machine a été prise en compte. Ce résultat est lié au fait que le champ d'étude couvre la totalité de la zone utile de l'éprouvette.

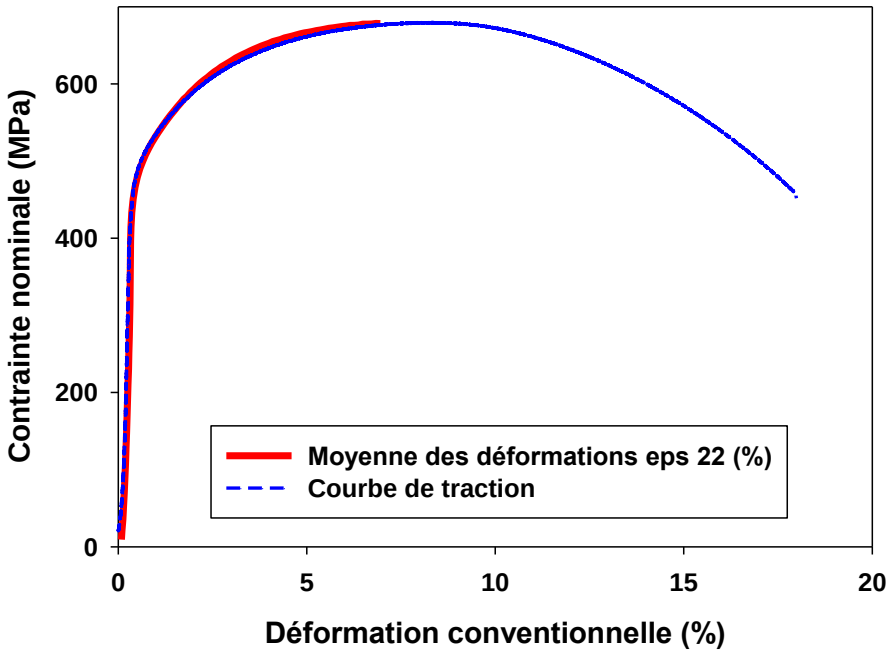


Figure 4-33 : courbe de traction de l'essai à 20°C.

La corrélation a pu être faite jusqu'à 6,95 % de déformation de l'éprouvette, jusqu'au niveau de la contrainte maximale avant rupture. L'analyse du comportement en traction du joint au-delà de la contrainte maximale, qui correspond à l'apparition de la striction macroscopique, n'entre pas dans le cadre de cette étude.

Pour cet essai, la grille est constituée de 48 lignes de carrés (ZOI) sur l'axe de l'éprouvette en 14 colonnes sur la largeur. Les déplacements sont donc mesurés en 672 points. Les carrés ont une largeur de 0,7 mm. La résolution de la corrélation d'images est sub-pixel. La grille numérique (ensemble des ZOI) est visible sur la Figure 4-34.

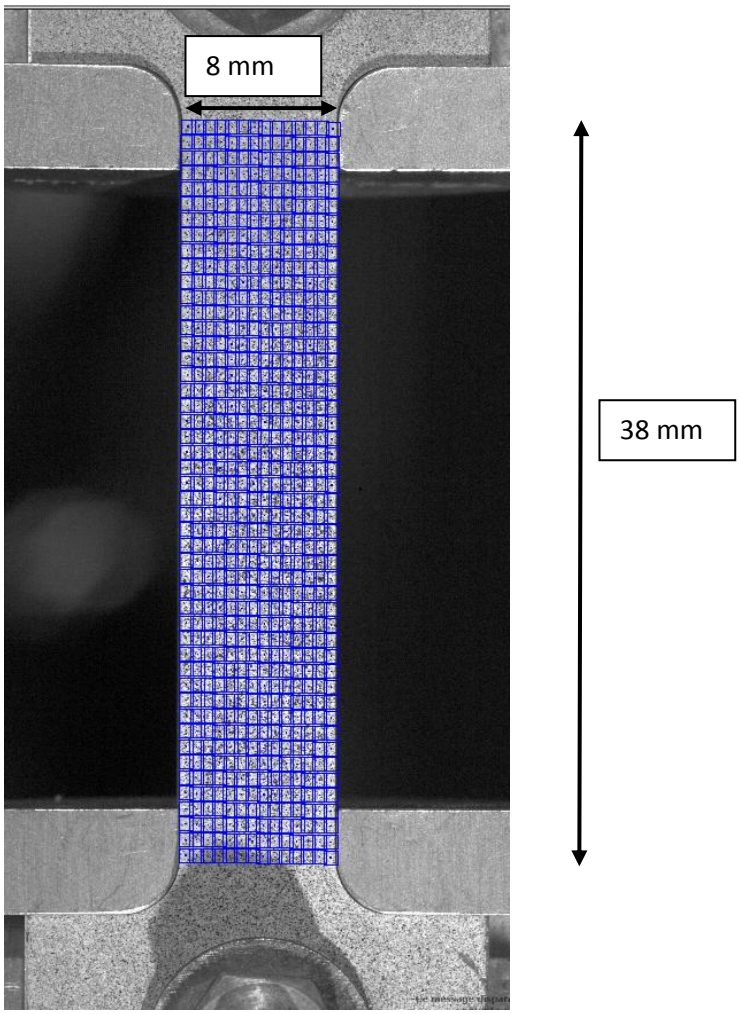


Figure 4-34 : zone de corrélation d'images pour l'essai à 20°C.

96 photographies ont été utilisées pour cette analyse. La corrélation a été faite en comparant chaque image à l'image initiale.

La Figure 4-35 trace l'évolution des déformations conventionnelles par ligne, pour les 48 lignes et les 96 pas de temps analysés. On observe ainsi l'évolution des déformations le long de l'éprouvette à différents stades de l'essai. Les lignes délimitent les différentes zones du joint soudé. La ZAT est divisée en trois zones qui sont, en partant du métal de base, la zone adoucie, la FGHAZ et la CGHAZ. La TMAZ n'a pas été prise en compte dans cette partie de l'étude.

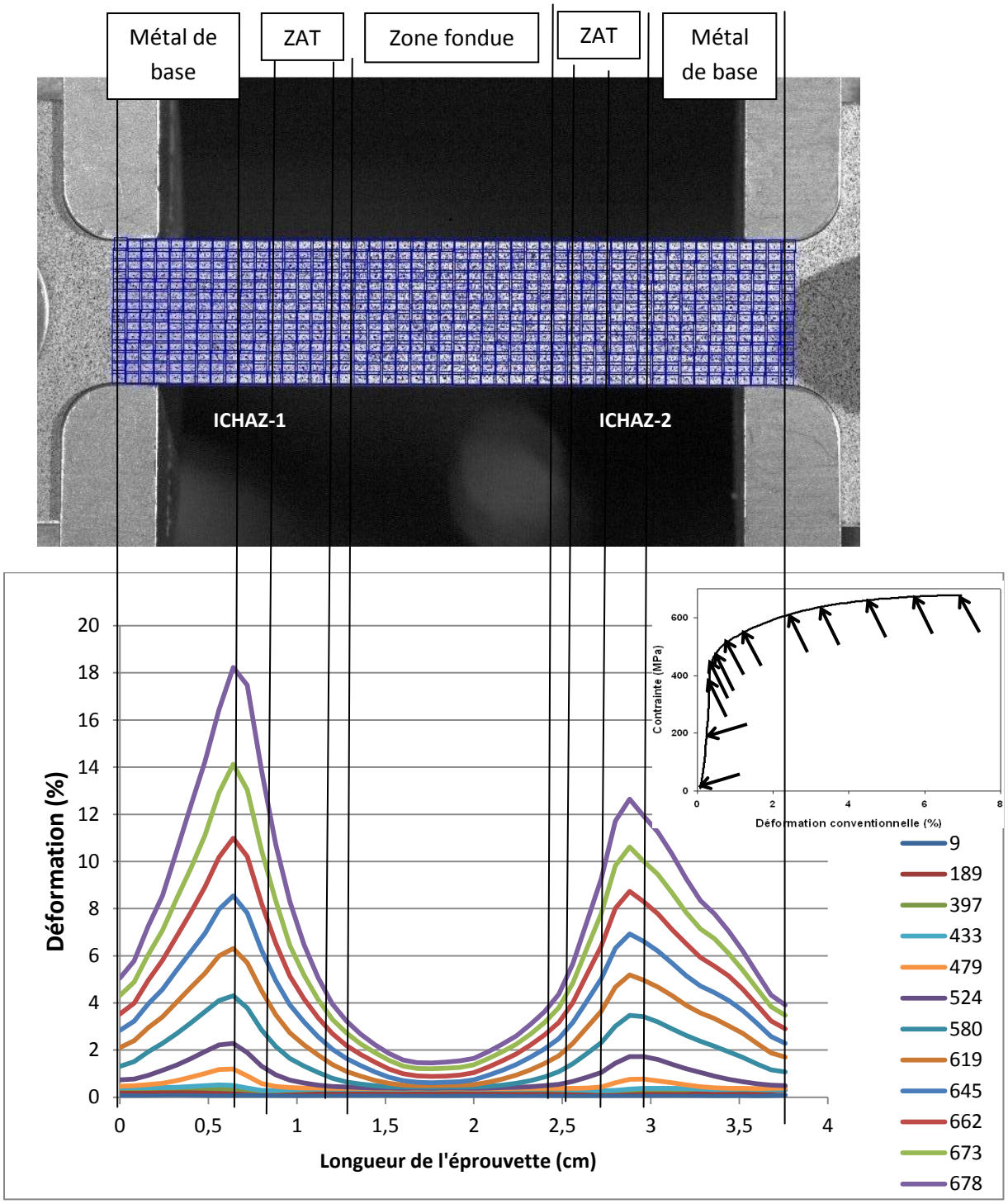


Figure 4-35 : profil des déformations (moyennes dans la largeur) le long de l'éprouvette à différents niveaux de contrainte macroscopique (en MPa dans la légende).

La déformation est très hétérogène dans le joint soudé.

Les déformations se localisent à deux endroits autour de 433 MPa (+/-13MPa) en contrainte macroscopique.

Les zones où se sont localisées les déformations sont les deux zones adoucies. La rupture s'est produite dans l'une de ces deux zones. Au dernier stade de l'essai étudié, l'une des deux zones adoucies s'est déformée de 18%.

La zone fondue se déforme très peu, d'environ 1,5% en fin de mesure.

On observe un fort gradient de déformation dans le métal de base. Les dimensions de la portion de métal de base incluse dans la longueur utile sont relativement faibles. La concentration de contraintes liées à la présence des congés influe probablement sur le comportement des portions de métal de base dans la longueur utile de l'éprouvette. Un calcul par éléments finis sur une éprouvette de même dimension et avec une loi de comportement du métal de base en traction permettrait d'évaluer l'influence de ces congés sur la structure.

Les profils de déformation indiquent que les deux zones où se localise la déformation sont symétriques.

Des gradients de déformation sont observables dans la CGHAZ et dans la FGHAZ. Dans ces zones, seules des moyennes de déformation (sur l'ensemble de chaque zone) seront considérées.

La surface de l'éprouvette observée par corrélation d'images a été attaquée *post-mortem* au réactif de Villela (Figure 5-37). La mise en parallèle de la surface de l'éprouvette attaquée avec la macrographie du joint soudé initiale de la Figure 4-31 avec la Figure 5-37 révèle que la rupture s'est produite dans l'ICHAZ ou dans la FGHAZ. D'après le profil de la Figure 4-36, on constate également que la section s'est réduite dans la seconde zone adoucie. Ce résultat confirme que la déformation s'est également localisée dans cette zone.

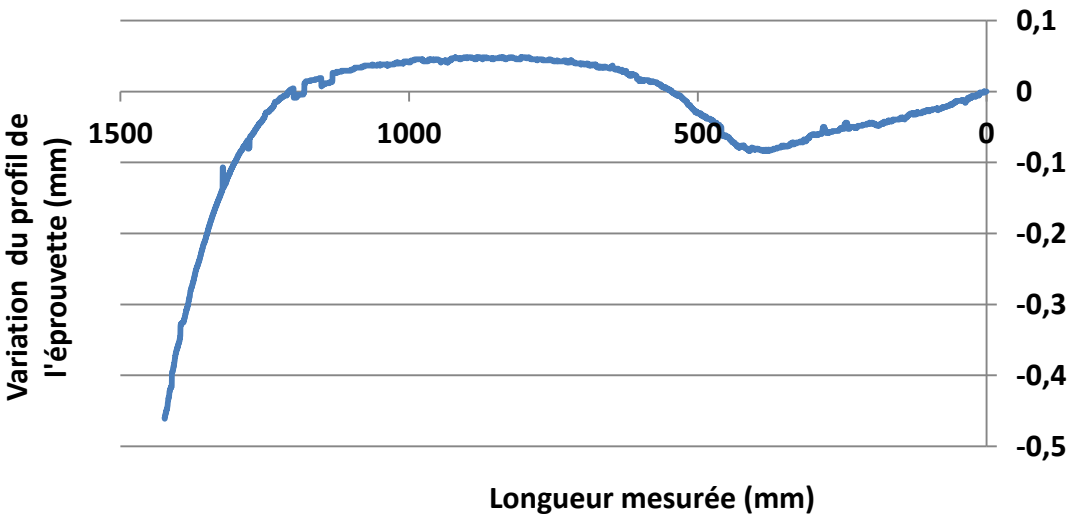


Figure 4-36 : variation d'un des profils de l'éprouvette de traction de l'essai à 20 °C.

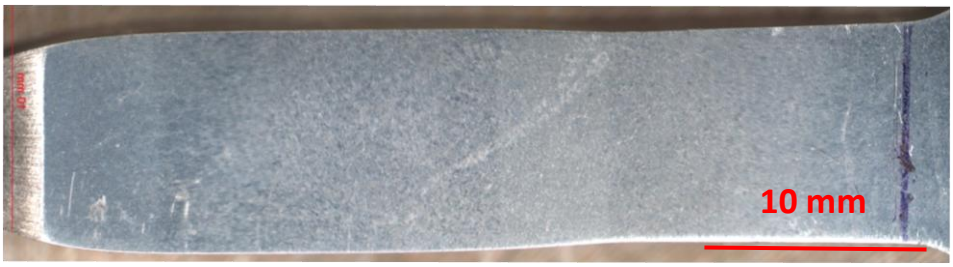


Figure 4-37 : macrographie de la surface de l'éprouvette de traction provenant de l'essai à 20°C.

Des cartographies de déformation selon l'axe de l'éprouvette calculées aux différents stades de l'essai étudiés sur la Figure 4-33, sont observables sur la Figure 4-38. Les cartographies ont été calculées avec le logiciel CorrelManuV. L'échelle est fixe et varie de 0 à 9% de déformation.

Ces cartographies confirment que la déformation se localise à deux endroits symétriquement opposés, qui correspondent aux zones adoucies. La déformation se développe plus rapidement dans l'une des deux zones, qui coïncide avec le lieu de rupture.

Ces cartographies révèlent également que la zone fondue se déforme très peu. La déformation axiale dans cette zone ne dépasse pas 2%.

A ce stade de l'essai, au niveau de la contrainte maximale avant rupture, la zone adoucie se déforme en moyenne quatre fois plus que la zone fondue. Les profils de la Figure 4-35 indiquent même que la zone adoucie se déforme localement jusqu'à onze fois plus que la zone fondue.

Les cartographies aux derniers stades étudiés confirment le fort gradient de déformation dans le métal de base. Le métal de base se déforme de 3 % au niveau des bords jusqu'à 8 % à proximité de la zone adoucie.

Ces cartographies mettent en avant les hétérogénéités de déformation dans la largeur de l'éprouvette. Les déformations se localisent en premier au centre de l'éprouvette.

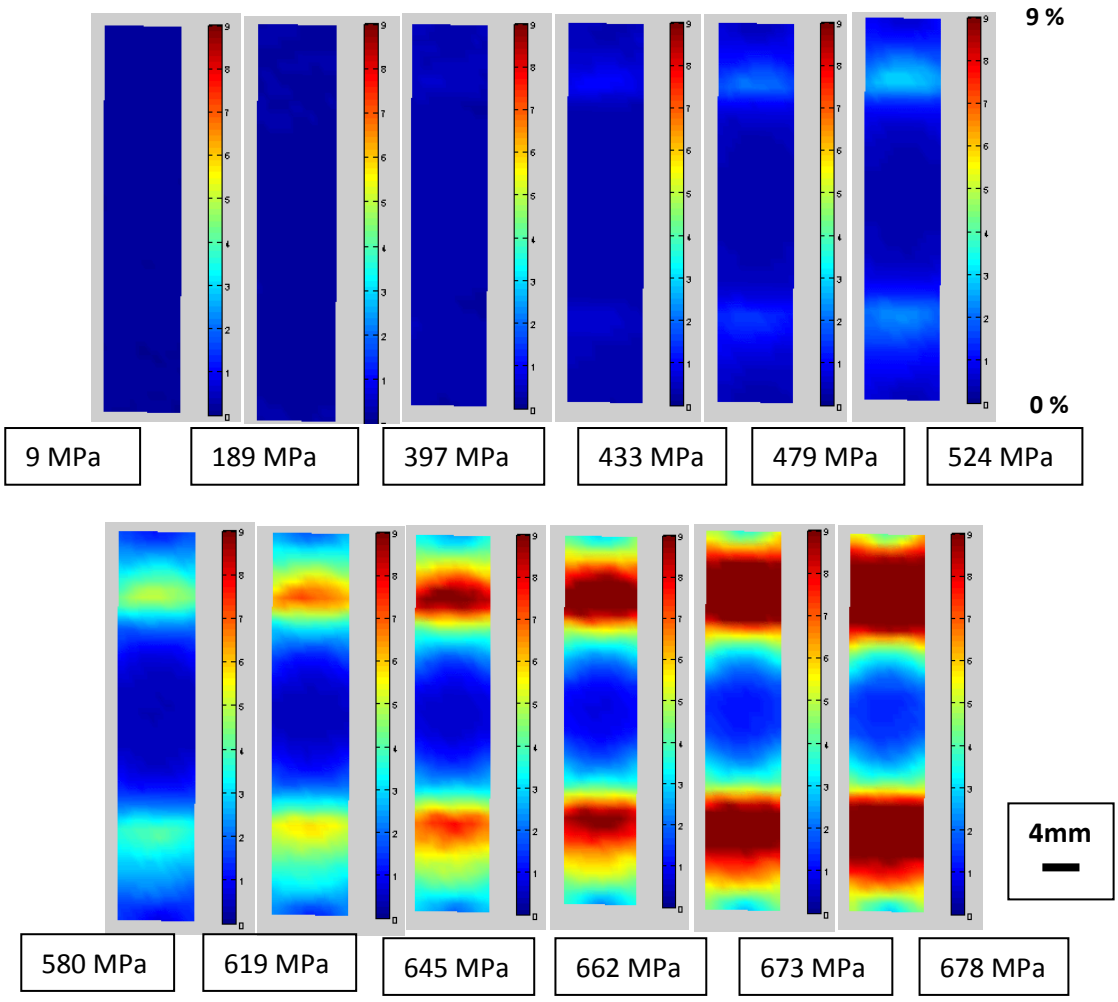


Figure 4-38 : champ de déformations à la surface de l'éprouvette testée à 20 °C.

La corrélation d'images permet de mesurer les déformations locales en chaque point au centre de chaque ZOI. En réalisant des moyennes des déformations par lignes et par zone, les courbes locales de chaque zone sont déterminées à l'aide d'une hypothèse de contrainte uniforme (et uniaxiale). Les

courbes décrivent l'évolution de la contrainte conventionnelle en fonction des déformations conventionnelles, $\Delta L/L_0$.

Les courbes de traction locales dans chaque zone sont présentées sur le graphique de la Figure 4-39. Les zones désignées par les termes ZA1, FGHAZ1, CGHAZ1 et MB1 sont localisées du côté du joint qui a rompu. Les autres sont situées dans la partie opposée du joint.

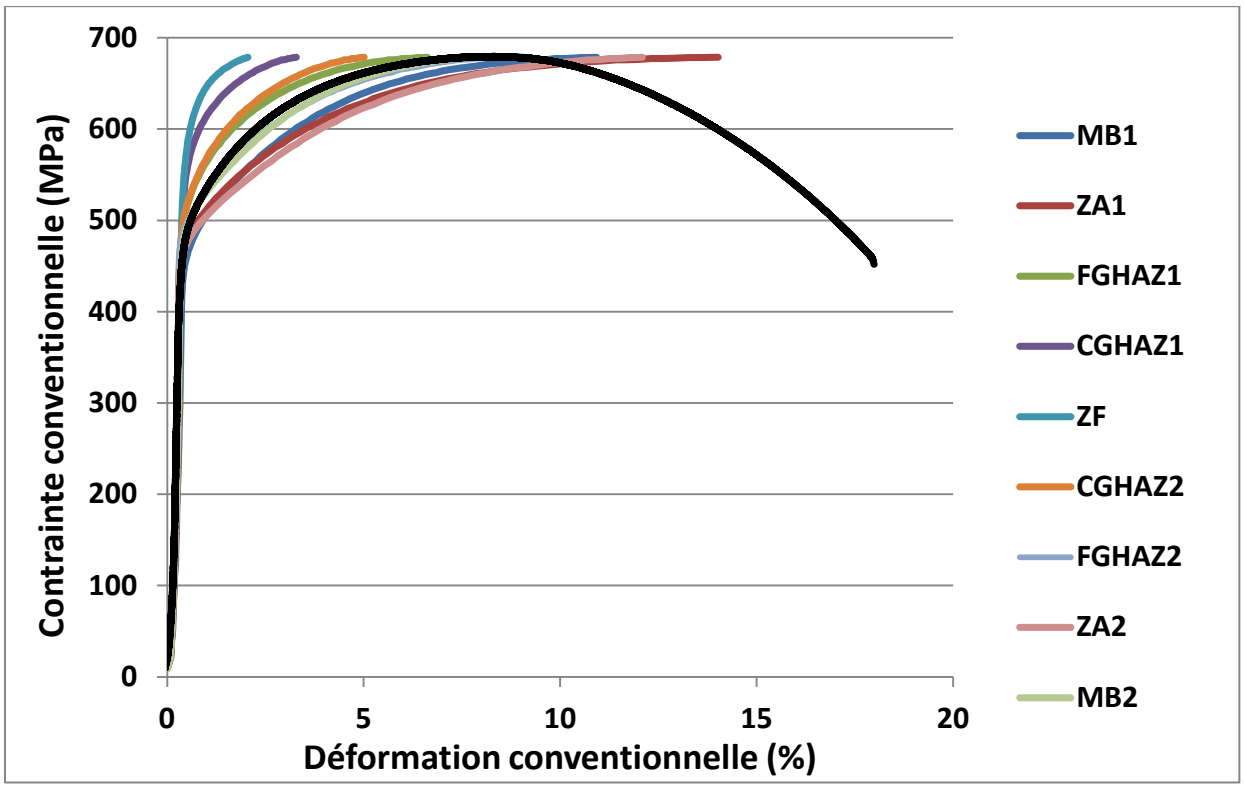


Figure 4-39 : courbes de traction locales (estimées avec une hypothèse de contrainte uniaxiale homogène) comparées à la courbe globale (en noir).

La ZA1 est la zone qui se déforme le plus. Elle se déforme en moyenne d'environ 14 % jusqu'à l'arrêt de la corrélation. La ZA2 se déforme ensuite jusqu'à 12 %.

La zone fondue et les CGHAZ se déforment très peu. La zone fondue se déforme d'environ 2%. La CGHAZ2 se déforme légèrement plus que la CGHAZ1 (respectivement de 4 % et de 2,5 %).

Les vitesses de déformation moyennes dans chaque zone ont été calculées et sont rassemblées dans le Tableau 4-3.

Zones	Vitesse d'allongement relatif moyen (%/s)
MB1	$2{,}5.10^{-2}$
MB2	$1{,}9.10^{-2}$
ZA1	3.10^{-2}
ZA2	$2{,}9.10^{-2}$
FG1	$1{,}5.10^{-2}$
FG2	2.10^{-2}
CG1	$7{,}3.10^{-3}$
CG2	$1{,}2.10^{-2}$
ZF	$4{,}3.10^{-3}$

Tableau 4-3 : vitesses de déformations moyennes dans chaque zone.

On constate que la zone fondue se déforme beaucoup moins vite que les autres zones du joint soudé. Les zones adoucies se déforment 6 à 7 fois plus vite que la zone fondue.

Les valeurs de $Rp_{0,2}$ dans chaque zone sont rassemblées dans le Tableau 4-4. Ces valeurs sont indicatives puisque l'état de contrainte n'est pas uniaxial dans toutes les zones du joint.

Zone	Métal de base *	ICHAZ	FGHAZ	CGHAZ	Zone fondue	Joint soudé
$Rp_{0,2}$ (MPa)	460	470	470	555	575	475

Tableau 4-4 : limites d'élasticité des différentes zones du joint soudé, d'après les essais de traction avec corrélation d'images.

Les limites d'élasticité du métal de base, de l'ICHAZ et de la FGHAZ sont très proches. Celle du métal de base est sans doute artificiellement trop basse, probablement à cause de la proximité des congés. La zone fondue et la CGHAZ présentent des limites d'élasticité beaucoup plus élevées que les autres zones. La zone fondue est très résistante en traction. Elle possède la limite d'élasticité la plus élevée.

Touboul et al. [Touboul et al., 2012] ont utilisé cette technique sur un joint soudé en acier Grade 91 (obtenu par soudage à l'arc submergé), l'énergie fournie est de 28,9 kJ/cm), afin de déterminer les paramètres associés aux lois de comportement de chaque zone. Les résultats de la modélisation du comportement en traction du joint est cohérente avec les résultats expérimentaux. Par ailleurs, la corrélation obtenue entre les champs de déformation des éprouvettes calculés par éléments finis et ceux calculés avec la corrélation d'image, est satisfaisante.

Les résultats de leurs essais à température ambiante indiquent que la déformation se localise en premier lieu dans le métal de base, zone dans laquelle la rupture se produit ensuite. Vivier [Vivier, 2009] (L'énergie de soudage est de 28,9 kJ/cm) et Watanabe et al., ont également constaté une rupture dans le métal de base sur des joints soudé en acier Grade 91. Ces auteurs ont également observé que le métal de base présente le comportement le plus ductile. La différence entre les lieux de rupture des joints ci-dessus et du joint étudié en Grade 92 est probablement liée aux différences de comportements intrinsèques des différentes zones et en particulier de la zone fondue, zone très dure et qui se déforme peu dans le joint de la présente étude. Par ailleurs, la largeur de la zone affectée thermiquement de l'étude de Vivier est de 3 mm. Elle est donc plus fine que la ZAT du joint de l'étude dont la largeur est de 5 mm.

Les essais réalisés à 625 °C par Touboul et al. [Touboul et al., 2012] et Gaffard [Gaffard, 2004] indiquent que la rupture se produit dans l'ICHAZ. Les résultats des essais menés par Touboul et al. sont rassemblés dans le Tableau 4-5.

	Vitesse d'allongement relatif moyen (/s)	Rp0,2 (MPa)	Rm (MPa)
Métal de base	10^{-3}	475	640
ICHAZ	10^{-3}	420	640
FGHAZ	10^{-3}	440	610
CGHAZ	10^{-3}	450	600
Joint soudé	10^{-4}	445	581
Joint soudé	10^{-5}	448	583

Tableau 4-5 : résultats d'essais de traction avec corrélation d'images menés à température ambiante par Touboul et al. [Touboul et al., 2012] sur un joint soudé en acier Grade 91.

Les limites d'élasticité de l'ICHAZ, de la FGHAZ et de la CGHAZ du joint soudé en acier Grade 92 sont supérieures à celles mesurées dans les mêmes zones de l'acier Grade 91.

En particulier, la CGHAZ possède une limité d'élasticité nettement plus grande dans l'acier Grade 92.

La limite d'élasticité du métal de base dans l'acier Grade 92, déterminée par l'essai avec corrélation d'images, est légèrement inférieure par rapport au Grade 91. A nouveau, ce résultat est probablement lié à l'état de contraintes multiaxial dans cette zone.

Le comportement mécanique de ces différentes zones peut être mis en parallèle avec des valeurs de dureté.

L'évolution des contraintes à 1,5% d'allongement relatif dans chaque zone est tracée en fonction de la dureté de la zone sur la Figure 4-40. Le choix de cette valeur d'allongement relatif est arbitraire.

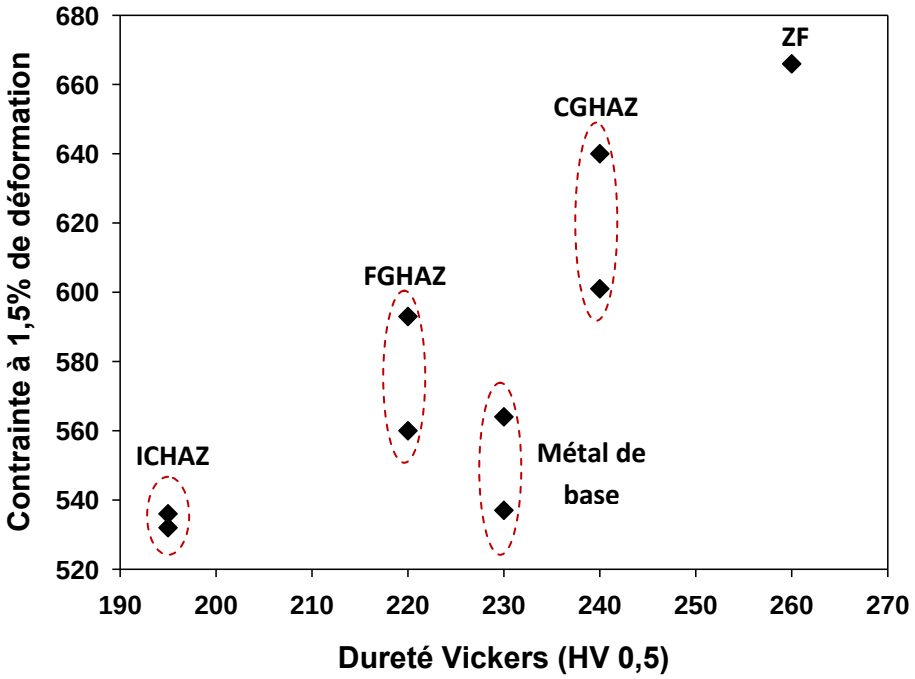


Figure 4-40 : évolution de la contrainte à 1,5 % de déformation en fonction de la dureté.

On constate qu'à part pour le métal de base, il existe une corrélation entre les valeurs de contraintes à 1,5% d'allongement relatif et les valeurs de dureté.

La zone de plus grande résistance mécanique est la zone de plus grande dureté (environ 260 $Hv_{0,5}$). Il s'agit de la zone fondue. Cette zone se déforme très peu.

Les contraintes à 1,5 % d'allongement relatif des deux CGHAZ sont ensuite les plus élevées. Ces zones possèdent des duretés moyennes élevées (environ 240 $Hv_{0,5}$).

De même, les zones de plus faibles résistances mécaniques sont les zones de plus faible dureté. La dureté dans la zone adoucie vaut 200 $Hv_{0,5}$.

Seules les contraintes mesurées dans le métal de base sont décalées par rapport à la tendance. A nouveau, ce résultat est à relativiser puisque les congés modifient l'état de contrainte dans la zone considérée.

Das et al. [Das et al., 2012] ont réalisé des essais de dureté instrumentés à température ambiante dans les différentes zones d'un joint soudé en acier Grade 91. La soudure a été réalisée par procédé TIG (L'énergie de soudage est de 16,07 kJ/cm). Les duretés sont données en Berkovich. Leur étude révèle les hétérogénéités de comportement mécaniques des différentes zones du joint soudé. Ces mesures leur ont permis d'accéder à différentes propriétés du matériau telles que la dureté, le module d'Young, le coefficient d'écrouissage, la sensibilité à la vitesse de déformation, le volume d'activation et les paramètres de fluage. Les résultats de ces essais indiquent une plus grande sensibilité à la vitesse de déformation pour la zone fondue et la CGHAZ par rapport à la FGHAZ et l'ICHAZ. Les volumes d'activation de ces dernières zones sont plus importants que ceux de la zone fondue et de la CGHAZ. Par ailleurs, la profondeur de pénétration dans l'ICHAZ est 16% plus grande que dans la zone fondue, ce qui indique que la déformation de l'ICHAZ est plus élevée. Ces résultats sont cohérents avec ceux de cette étude.

La méthode de la corrélation d'image présente l'avantage par rapport à la technique de la dureté instrumentée de pouvoir évaluer l'évolution de la déformation au cours d'un essai de traction. Les cartographies de déformation permettent de visualiser la localisation de la déformation ainsi que la répartition de la déformation dans l'éprouvette, à différents stades de l'essai.

Ce premier essai couplé à la corrélation d'images apporte beaucoup d'informations sur le comportement des différentes zones du joint soudé. Le comportement en traction dans les différentes zones a pu être estimé. Au cours de l'essai de traction à température ambiante, les déformations se sont localisées dans les zones adoucies et la rupture s'est produite dans l'une d'entre elles. La zone adoucie est localisée entre deux zones plus dures et plus résistantes à la déformation, la CGHAZ et la zone fondue d'une part et le métal de base d'autre part. Ce confinement favorise le développement d'un état de contraintes multiaxiales au niveau duquel la déformation se localise.

La mise en parallèle du comportement de chaque zone avec les mesures de dureté indique que ces grandeurs sont corrélées. Ainsi, grâce à des mesures de dureté, il est possible d'évaluer le comportement mécanique des différentes zones.

4.2.2.2 Essais à 550°C

Deux essais ont été réalisés à 550°C.

Ces essais à haute température ont deux objectifs. D'une part, ces essais permettent d'étudier le comportement en traction à 550°C du joint soudé de l'étude. D'autre part, une corrélation avec les valeurs de dureté va être entreprise. L'étude précédente à température ambiante a révélé que les propriétés en traction des différentes zones sont corrélées aux valeurs de dureté. La viscoplasticité

en régime rapide à haute température (ici à 550 °C) va maintenant être étudiée. Les résultats des essais seront également mis en parallèle avec les valeurs de dureté mesurées à la température ambiante.

Pour le premier essai, la corrélation d'images est réalisée sur toute la zone utile. Pour le second essai, la corrélation n'est faite que sur une partie localisée de la zone utile. Cette zone correspond à l'une des deux zones du joint soudé où se localise la déformation. La partie observée correspond environ à 20% de la longueur utile de l'éprouvette.

Le premier essai sera appelé essai 1 et le second essai 2.

Sur la Figure 4-41, la courbe rouge indique la moyenne des déformations dans toute l'éprouvette (calculées grâce à la corrélation d'images) à différents niveaux de contraintes de l'essai 1. Cette courbe se superpose à la courbe de traction macroscopique de l'essai. De même que pour l'essai à 20°C, cela est dû au fait que la corrélation a été réalisée sur l'ensemble de la zone utile.

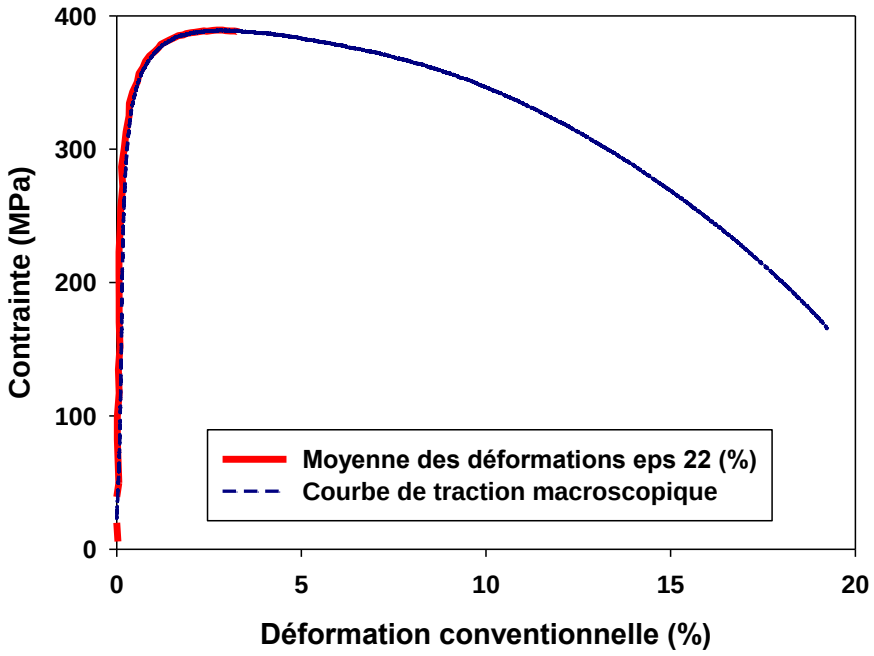


Figure 4-41 : courbe de traction de l'essai à 550°C.

4.2.2.2.1 Conditions de dépouillement de l'essai 1.

Pour cet essai, la grille est constituée de 30 carrés (ZOI) sur l'axe de l'éprouvette et de 6 sur la largeur. Les carrés ont une largeur de 1,5 mm. Les déplacements sont donc mesurés en 180 points. Les carrés sont de dimensions supérieures par rapport à ceux de l'essai à 20°C en raison des tailles de taches plus importantes pour ce deuxième mouchetis. Néanmoins, cette taille de ZOI est suffisamment fine, compte-tenu des dimensions de l'éprouvette et des déplacements attendus, pour que les mesures des déformations obtenues soient précises.

La grille est représentée sur la Figure 4-42.

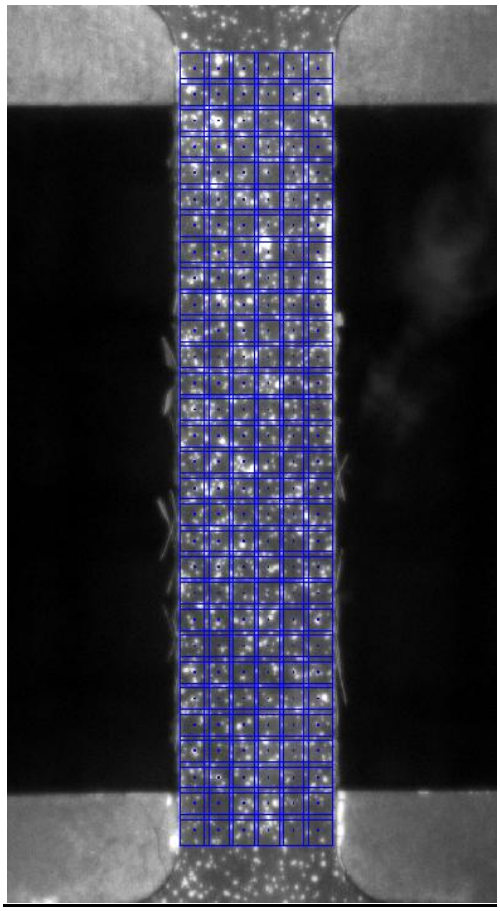


Figure 4-42 : zone de corrélation d'images pour l'essai 1 à 550°C.

De la même manière que pour l'essai à 20°C, la Figure 4-43 trace l'évolution des déformations conventionnelles par ligne, pour les 30 lignes à différents stades de l'essai. A nouveau, la ZAT se subdivise en trois domaines : la zone adoucie, la FGHAZ et la CGHAZ.

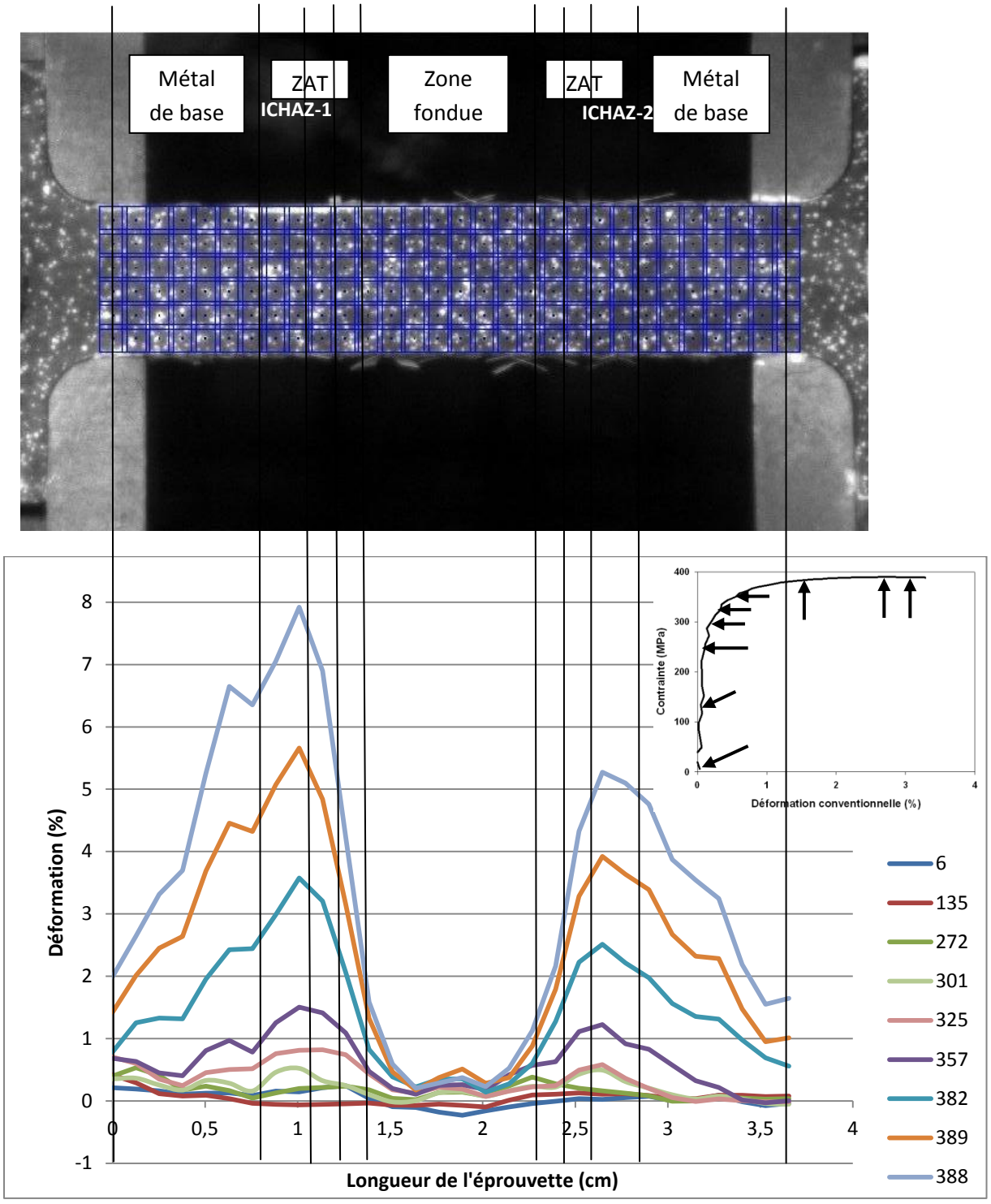


Figure 4-43 : profil des déformations le long de l'éprouvette à différents niveaux de contrainte macroscopique (en MPa dans la légende).

D'après ces profils, on constate qu'à environ 300 MPa, la déformation se localise dans les deux zones affectées thermiquement, en particulier dans les zones adoucies. Rapidement ensuite, la déformation se localise davantage dans l'une des deux zones, là où se produira la rupture. Cette zone se déforme jusqu'à 8 % au dernier stade de l'essai analysé.

On constate que la zone fondue se déforme très peu (moins de 0,5%), environ trois fois moins que le métal de base.

La surface de l'éprouvette a été attaquée au réactif de Villela. La mise en parallèle de la macrographie du joint soudé et du profil de dureté de la Figure 4-31 avec la macrographie de la Figure 5-44, indique que la rupture s'est produite dans l'ICHAZ.

Figure 4-44 : macrographie de la surface de l'éprouvette de traction provenant de l'essai à 20°C.

Des cartographies des déformations selon l'axe de l'éprouvette ont été calculées aux différents stades de l'essai considérés sur la Figure 4-43 (Figure 4-45). L'échelle est fixe et varie de 0 à 8% de déformation. Ces déformations sont calculées en déformations conventionnelles ($\Delta L/L_0$).

D'après ces cartographies, on constate que la déformation se localise dans deux zones symétriquement équivalentes. La déformation se localise rapidement dans la zone adoucie où se produira ensuite la rupture.

De même qu'à 20°C, la zone fondue se déforme très peu à 550°C. La déformation axiale dans cette zone reste partout inférieure à 1% jusqu'au dernier stade de l'essai étudié.

D'après les cartographies, le confinement de la déformation n'est pas tout à fait identique à l'essai à 20 °C. En premier lieu, comme cela a été évoqué précédemment, les ZOI sont plus larges donc la mesure est moins précise. En second lieu, la zone fondue est moins large donc la zone utile comporte une plus large portion de métal de base. L'effet des congés est alors probablement moins important.

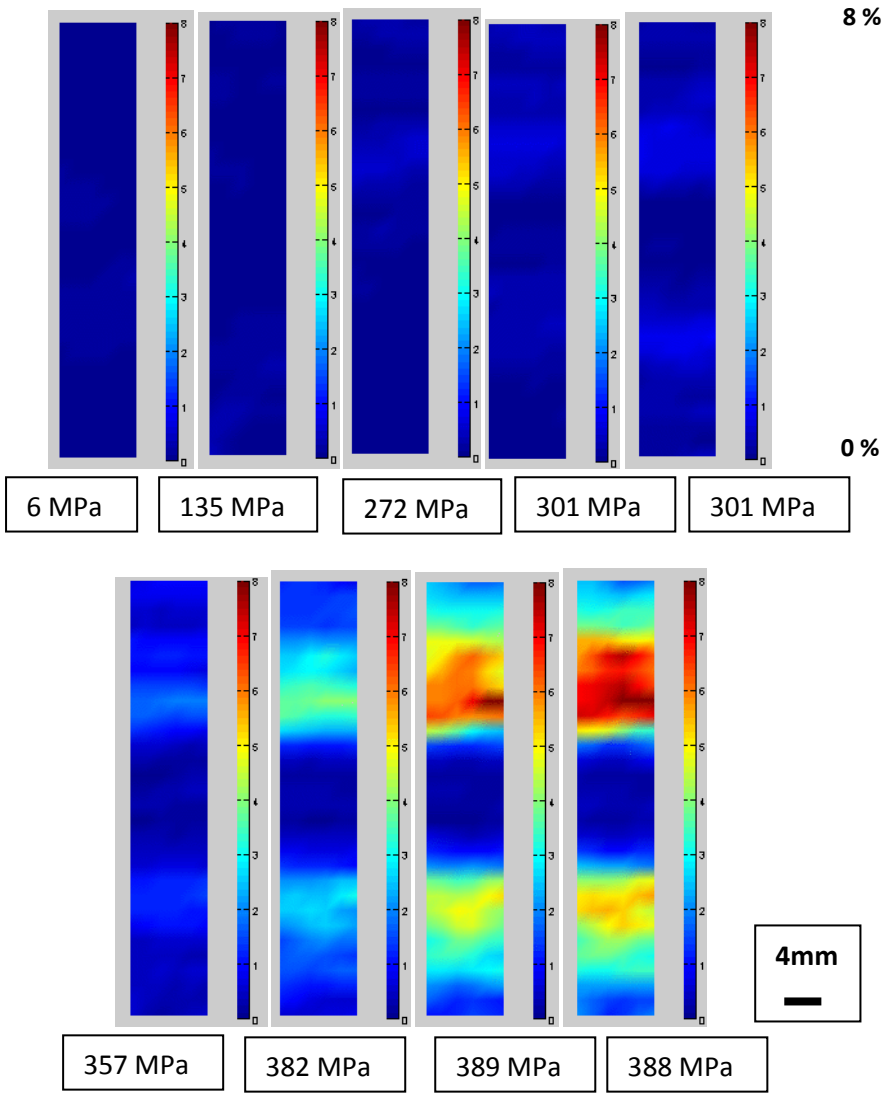


Figure 4-45 : champ de déformations axiales dans l'éprouvette (Sur l'échelle, valeur minimale 0% et valeur maximale 8%).

De même que pour l'essai à 20°C, les courbes locales de chaque zone sont évaluées en réalisant des moyennes de déformations par ligne. Les courbes décrivent l'évolution de la contrainte macroscopique en fonction des déformations conventionnelles, $\Delta L/L_0$.

Les courbes de traction locales dans chaque zone sont présentées sur le graphique de la Figure 4-46. MB1, ZA1, FGHAZ1 et CGHAZ1 désignent le côté qui a rompu. Les autres zones appartiennent à l'autre partie symétriquement opposée du joint soudé.

On constate que ces courbes sont plus bruitées que pour l'essai à 20°C. Cela vient du fait que les tailles de ZOI créées pour la corrélation d'image de cet essai sont plus grandes que celles de l'essai à 20°C. L'écart entre deux mesures de déplacement et donc de déformation, soit l'écart entre deux lignes, est plus grand pour cet essai.

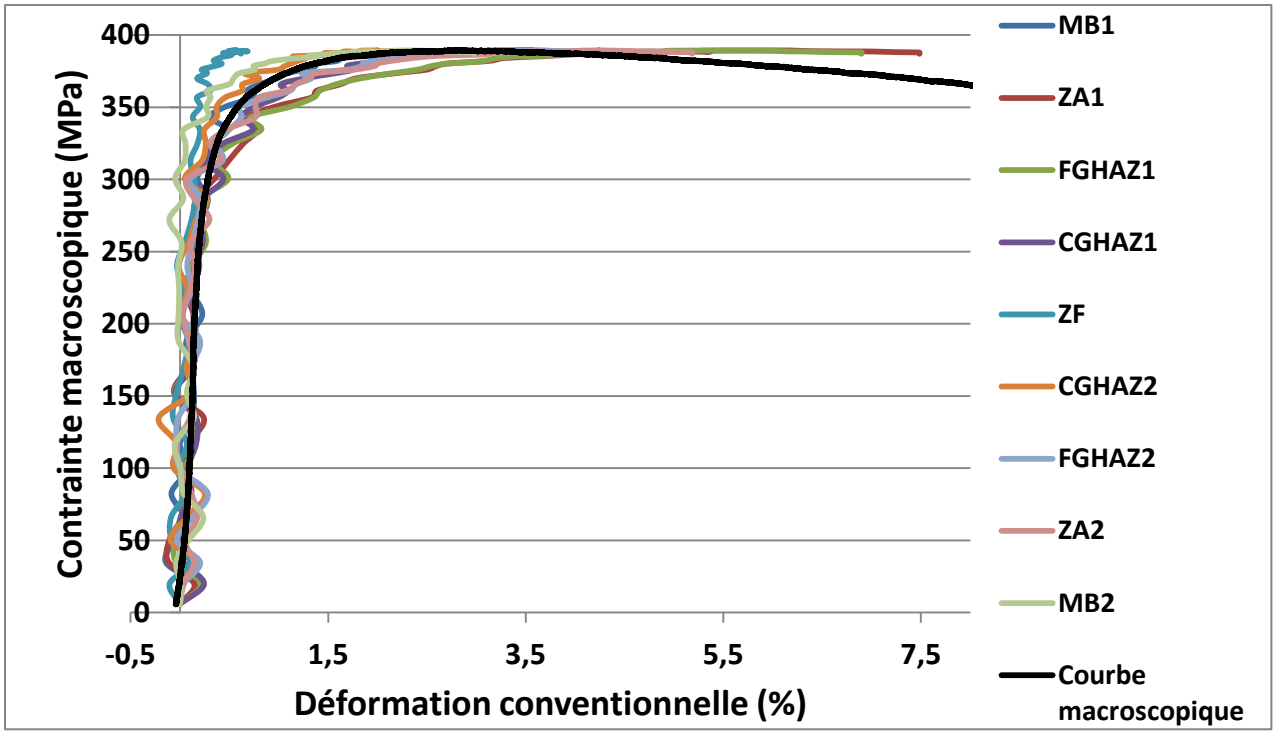


Figure 4-46 : courbes de traction locales à 550 °C.

La zone adoucie ZA1, où s'est produite la rupture, est la zone la plus déformée (7,5 %) au dernier stade de l'essai étudié. La FGHAZ1 s'est également beaucoup déformée (7 %). La seconde zone adoucie s'est déformée de 5,5 % à ce stade de l'essai.

La zone fondue se déforme très peu (environ 1 %). Cette zone est très résistante en traction à 550°C et présente les meilleures propriétés mécaniques.

Les limites élastiques dans les différentes zones du joint soudé ont été estimées et sont données dans le Tableau 4-6. Ces valeurs sont approximatives compte-tenu du bruit sur les courbes.

Zone	Métal de base	ICHAZ	FGHAZ	CGHAZ	Zone fondue	Joint soudé
$Rp_{0,2}$ (MPa)	300	250	250	290	350	300

Tableau 4-6 : limites d'élasticité des différentes zones du joint soudé, d'après les essais de traction avec corrélation d'images à 550 °C.

L'ICHAZ et la FGHAZ ont les limites d'élasticité les plus basses. La limite d'élasticité de la zone fondue est la plus élevée.

Les résultats des essais de traction avec corrélation d'images obtenus par Touboul et al. à 625 °C sont présentés dans le Tableau 4-7.

	Vitesse d'allongement relatif moyen (/s)	Rp0,2 (MPa)	Rm (MPa)
Joint soudé	10^{-3}	236	295
	10^{-4}	230	240
	10^{-5}	190	210

Tableau 4-7 : résultats d'essais de traction avec corrélation d'images menés à 625°C par Touboul et al. [Touboul et al., 2012] sur un joint soudé en acier Grade 91.

Les résultats de Touboul et al. à 625 °C confirment que les propriétés en traction sont dépendantes de la vitesse d'allongement relatif moyen.

Considérons cette fois les différentes courbes de comportement à environ 0,5 % de déformation. La valeur moyenne de la contrainte (supposée uniaxiale) dans chaque zone à ce niveau de déformation est tracée en fonction de la dureté à froid sur la Figure 4-47. Cette figure permet de constater que les niveaux de contraintes à 0,5 % d'allongement relatif dans chaque zone sont corrélés aux valeurs de dureté à froid.

La contrainte la plus élevée est atteinte par la zone fondue. Cette zone est également la zone la plus dure.

De même, les zones les moins résistantes sont les deux zones adoucies.

Les FGHAZ sont plus dures que les zone adoucies, probablement à cause d'un écrouissage différent ou d'un effet de confinement par la zone fondue proche.

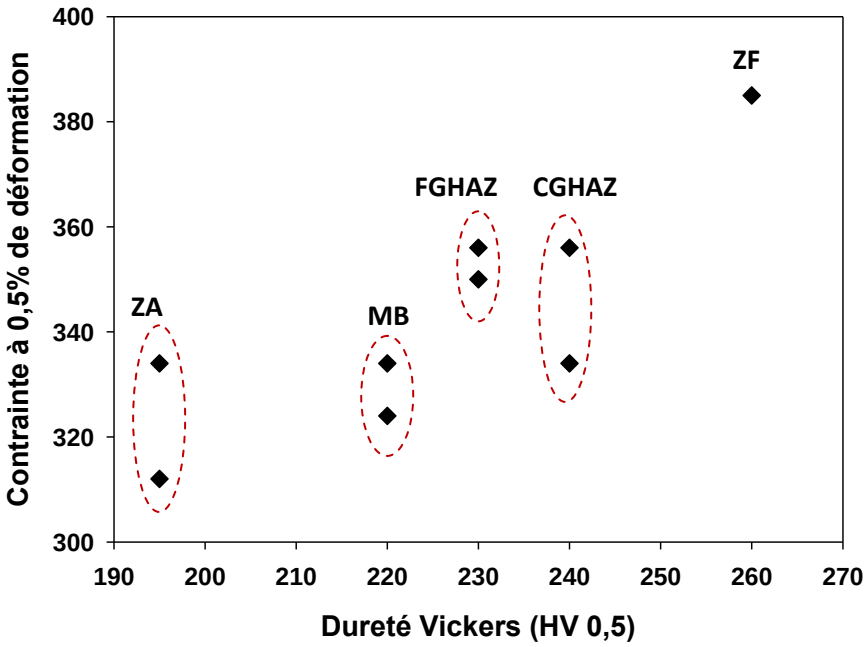


Figure 4-47 : évolution de la contrainte à 0,5% de déformation en fonction de la dureté.

Ce résultat indique que la dureté des différentes zones du joint soudé à 20 °C est corrélée à leurs propriétés mécaniques à 550 °C.

Pour les deux essais et pour chaque zone, l'écart relatif du niveau de contraintes à 1,5 % d'allongement relatif (essai à 20 °C) et à 0,5 % d'allongement relatif (essai 1 à 550 °C) a été estimé

par rapport à cette même contrainte dans la zone fondue. Ces valeurs sont données dans le Tableau 4-8.

	Métal de base/Zone Fondue	ZA/ Zone Fondue	FGHAZ/ Zone Fondue	CGHAZ/ Zone Fondue
Essai à 20 °C	15%	20%	15%	10%
Essai à 550 °C	8%	13%	13%	8%

Tableau 4-8 : écart relatif en résistance, des différentes zones par rapport à la zone fondue, pour une déformation de 1,5% à 20°C et de 0,5% à 550°C.

Ces données révèlent que les écarts relatifs de résistance mécanique sont différents à 20 °C et à 550 °C. L'écart est inférieur pour l'essai à 550 °C.

Les vitesses de déformation dans chaque zone ont été mesurées et sont données dans le Tableau 4-9.

Zones	Vitesse d'allongement relatif moyen (%/s)
MB1	$1{,}84.10^{-2}$
MB2	$1{,}27.10^{-2}$
ZA1	$3{,}26.10^{-2}$
ZA2	$2{,}29.10^{-2}$
FG1	$3{,}02.10^{-2}$
FG2	$1{,}93.10^{-2}$
CG1	$1{,}84.10^{-3}$
CG2	$1{,}04.10^{-2}$
ZF	$3{,}03.10^{-3}$

Tableau 4-9 : vitesses de déformations moyennes dans chaque zone.

Les zones adoucies se déforment 7 à 10 fois plus rapidement que la zone fondue. Les FGHAZ se déforment également beaucoup plus vite que la zone fondue (6 à 10 fois).

4.2.2.2.2 Conditions de l'essai 2

Un second essai de traction à 550 °C a donc été réalisé. Le grandissement de la caméra a été augmenté afin d'obtenir l'évolution des déplacements d'une portion de l'éprouvette. En particulier, la portion de l'éprouvette considérée est centrée sur la ZAT. La portion d'éprouvette comprise dans l'image comprend également une portion de métal de base et une portion de zone fondue. Les mesures de dureté ainsi que les positions des zones de striction et de rupture dans la zone utile de l'éprouvette de l'essai 1 ont permis de localiser précisément cette zone d'étude.

L'objectif est d'obtenir des données complémentaires sur le comportement en traction à 550 °C de la ZAT et en particulier de la zone de rupture, la zone adoucie. Les hétérogénéités de comportement dans la ZAT pourront être étudiées plus précisément.

Pour cet essai, la grille est constituée de 22 carrés (ZOI) sur l'axe de l'éprouvette et de 10 sur la largeur. Les carrés ont une largeur de 0,65 mm. Les déplacements sont donc mesurés en 220 points.

La grille est présentée sur la Figure 4-48.

L’évolution des déformations à différents stades de l’essai et à différentes positions dans la longueur de l’éprouvette observée, est présentée sur la Figure 4-49.

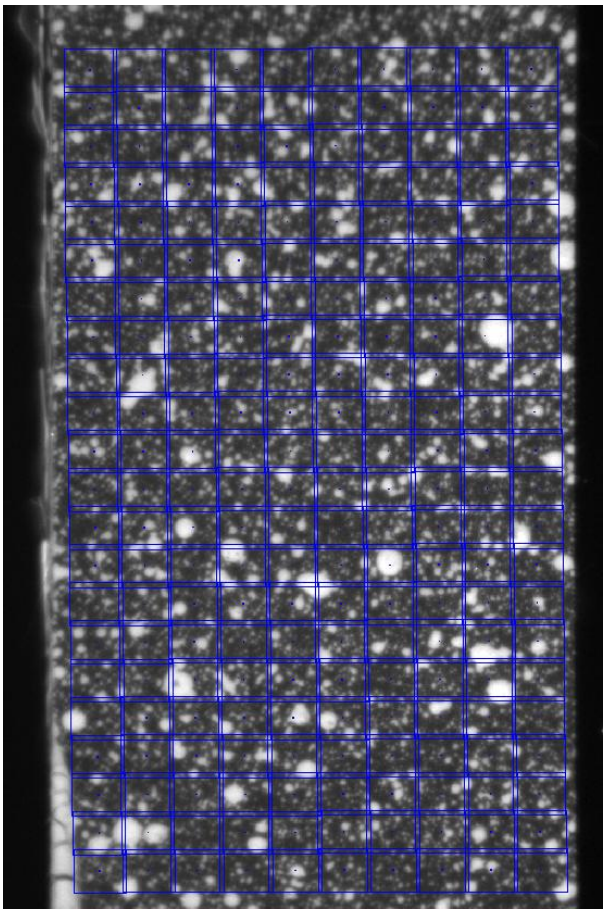


Figure 4-48 : zone de corrélation d’images pour l’essai 2 à 55

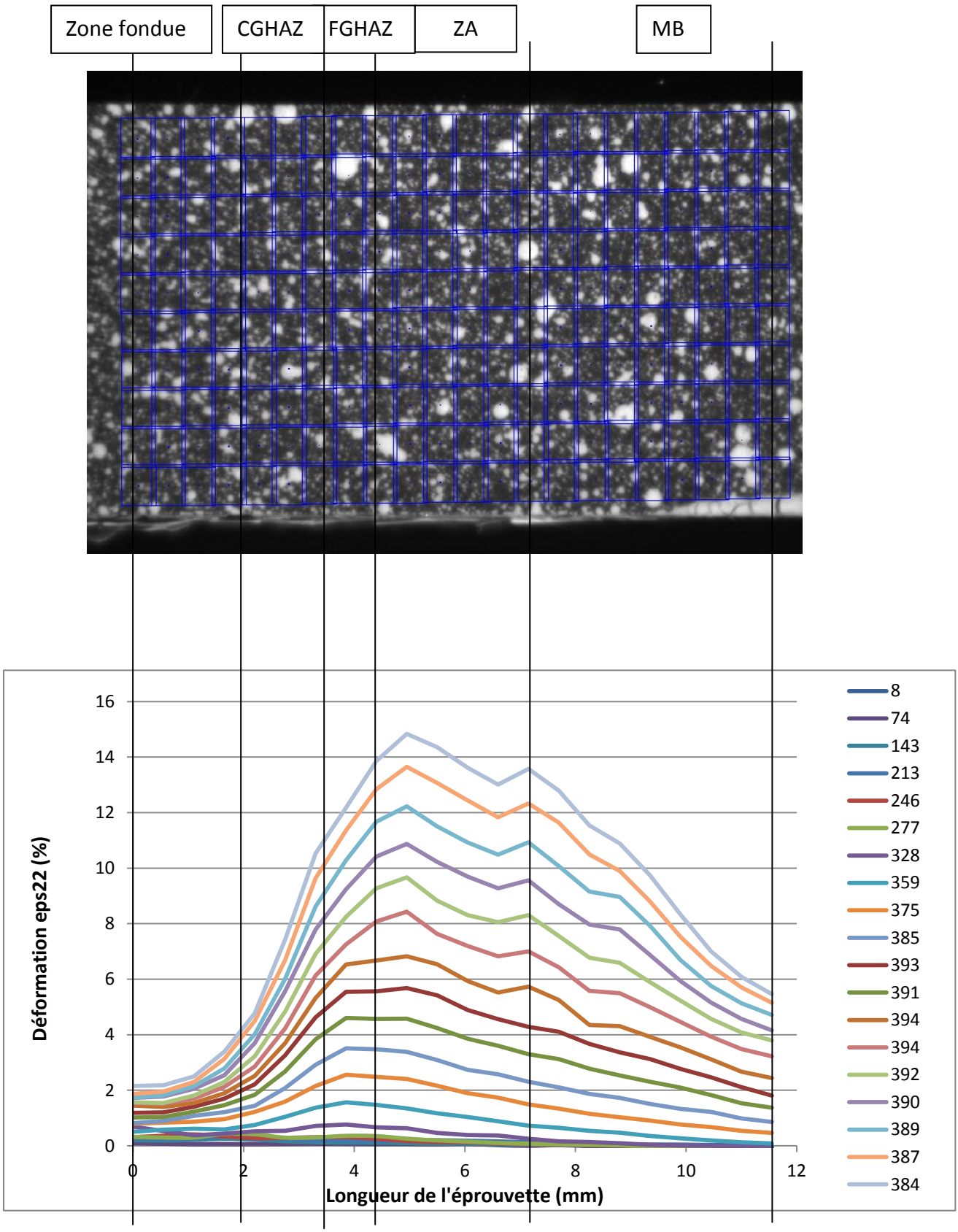


Figure 4-49 : profil des déformations le long de l'éprouvette à différents niveaux de contrainte macroscopique (en MPa dans la légende).

Les résultats de la corrélation sur ce second essai confirment que la déformation se localise dans la zone adoucie. La déformation est de 15% au dernier stade de l'essai étudié.

La zone fondue se déforme très peu par rapport aux autres zones (environ 2%).

Un gradient de déformation est constaté dans la FGHAZ et dans la CGHAZ.

Le métal de base se déforme jusqu'à 5%.

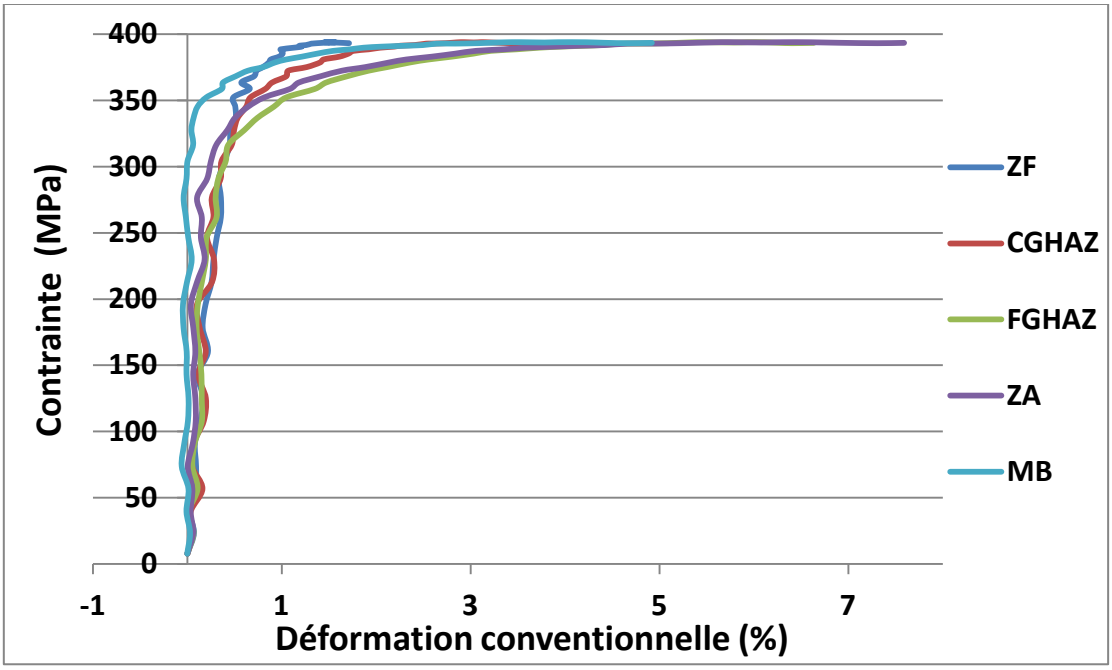
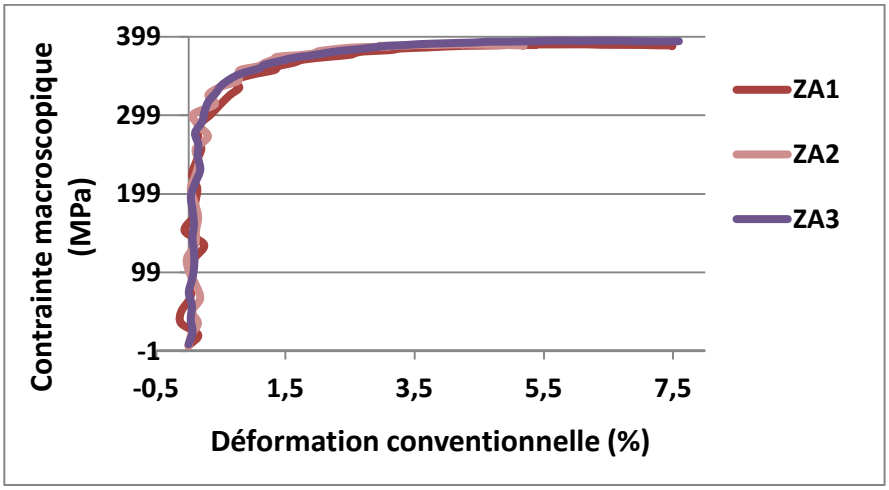


Figure 4-50 : courbes de traction locales des différentes zones pour l'essai 2.

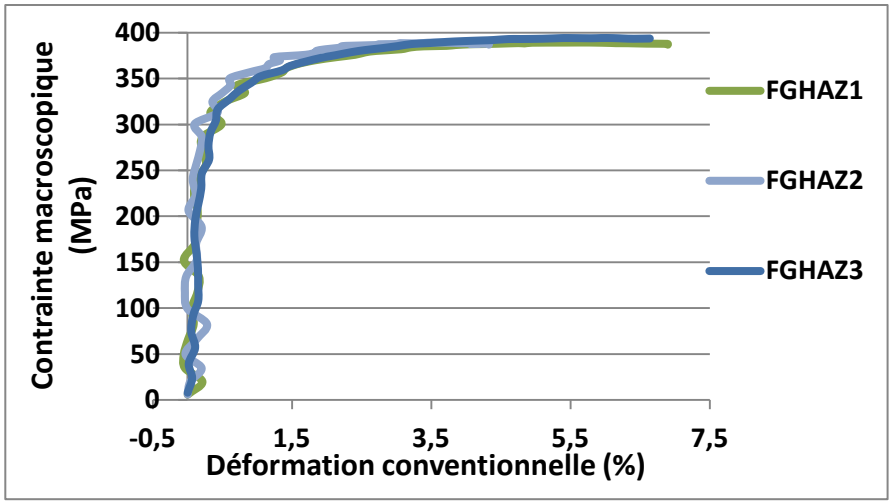
Les courbes de comportement des différentes zones présentées sur la Figure 4-50, sont cohérentes avec celles obtenues grâce à l'essai 1.

Les courbes de traction locales calculées dans les trois zones de la ZAT ont été comparées avec les courbes obtenues à partir de l'essai 1 (Figure 4-51). L'indice numéro 3 indique qu'il s'agit de la courbe de l'essai 2.

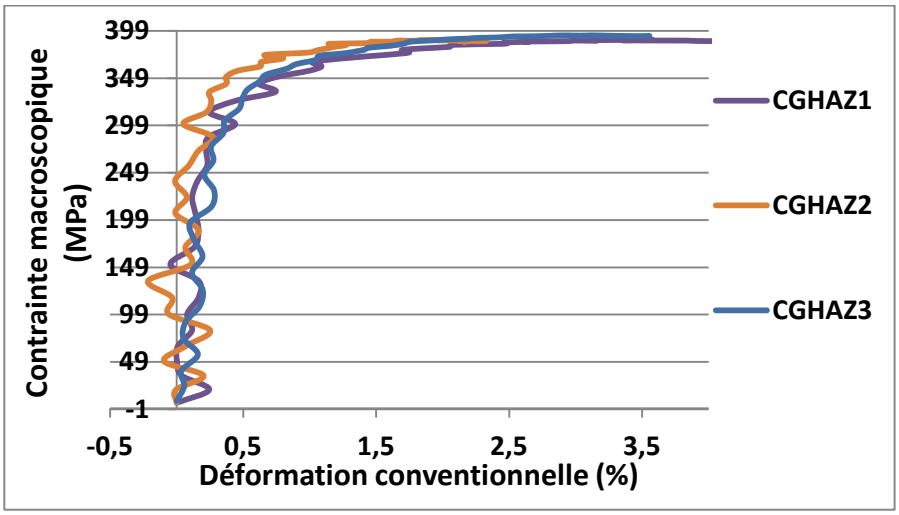
a)



b)



c)



d)

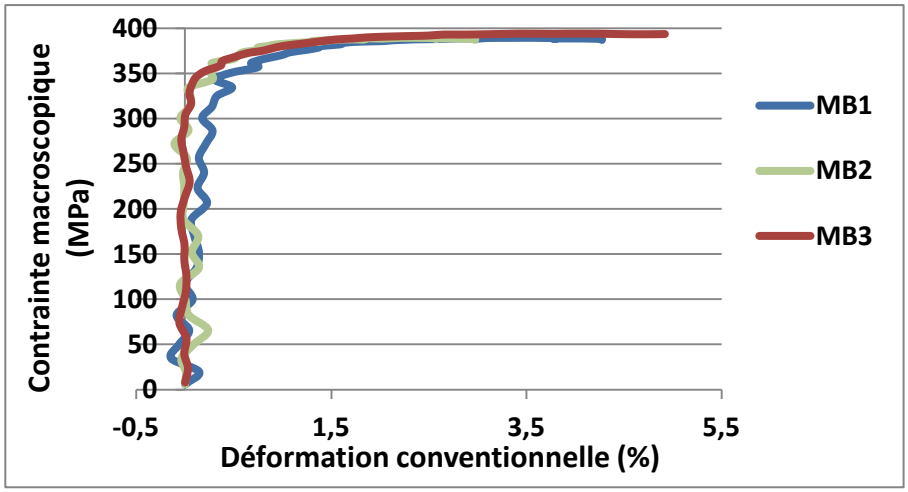


Figure 4-51 : comparaisons des courbes de traction locales pour les deux essais à 550 °C a) de la zone adoucie, b) de la FGHAZ, c) de la CGHAZ et d) du métal de base.

On constate que les résultats de la corrélation d'images sur les deux essais sont cohérents. D'une part, les allongements relatifs moyens sont proches. D'autre part, les courbes sont très similaires. Les valeurs de limite d'élasticité et de contraintes maximales sont comparables. En outre, on remarque que les courbes locales obtenues avec l'essai 2 sont nettement moins irrégulières que les courbes

obtenues avec l'essai 1. Ce second essai est donc complémentaire à l'essai 1. L'exploitation des résultats est donc plus simple et les résultats obtenus sont plus précis.

4.2.2.3 Conclusion

La technique de la corrélation d'images semble être particulièrement adaptée à l'étude du comportement mécanique des différentes zones d'un joint soudé.

Les résultats de ces essais ont présenté l'intérêt des mesures de dureté pour l'estimation des propriétés en traction à température ambiante et à 550 °C d'un joint soudé, ainsi que pour l'évaluation des différences de propriétés mécaniques. En effet, une corrélation entre les propriétés mécaniques des différentes zones à 20 °C et à 550 °C et les valeurs de dureté a été constatée.

Ces essais ont montré que les différences de propriétés mécaniques observées à 20 °C sont cohérentes avec les différences des valeurs de dureté faites à température ambiante. L'écart de propriétés mécaniques observé à 550 °C est moins important par rapport à l'écart observé à 20 °C.

Ces essais de traction avec corrélation d'images peuvent également être utilisés pour modéliser le comportement en traction du joint soudé à température ambiante et à haute température.

Dans la présente étude, le régime quasi-plastique n'a pas été pris en compte dans la modélisation du comportement en fluage du joint soudé. Néanmoins, l'ensemble des données obtenues ici permettrait de déterminer les paramètres de ce régime. Les données auraient également pu être utilisées pour déterminer les paramètres associés à l'écrouissage, dans chacune des zones du joint soudé, à l'exception du métal de base, dont l'état de contraintes n'est pas uniaxial à cause de la présence des congés.

4.2.3 Comportement mécanique en fluage

Une campagne d'essais a été menée au sein du laboratoire de fluage du CEA afin d'étudier le comportement en fluage à 550 °C du joint soudé et de ses différentes zones.

Différentes géométries d'éprouvettes ont été utilisées.

Le comportement du métal de base a été préalablement déterminé à travers des essais sur éprouvettes lisses (Partie 2.3.2.1).

Le comportement de la soudure a ensuite été étudié à travers des essais sur éprouvettes lisses prélevées dans le sens travers du joint.

Des éprouvettes entaillées ont également été utilisées afin de déterminer le comportement en fluage de la zone adoucie et de la zone fondue. Ces éprouvettes ainsi que les entailles, ont été préalablement dimensionnées. Cette étape est présentée dans la partie 4.1.1.

Les courbes de fluage des essais sur éprouvettes lisses travers joint, sont présentées sur la Figure 4-52 et la Figure 4-53. Les courbes en traits pointillés correspondent aux essais sur joint soudé avec produit d'apport Thermanit et les courbes en traits continus aux essais sur joint soudé avec produit d'apport P92IG. Les courbes marquées d'une flèche sont les essais interrompus.

Les paramètres des essais de fluage ainsi que le lieu de rupture sont rassemblés dans le Tableau 4-10.

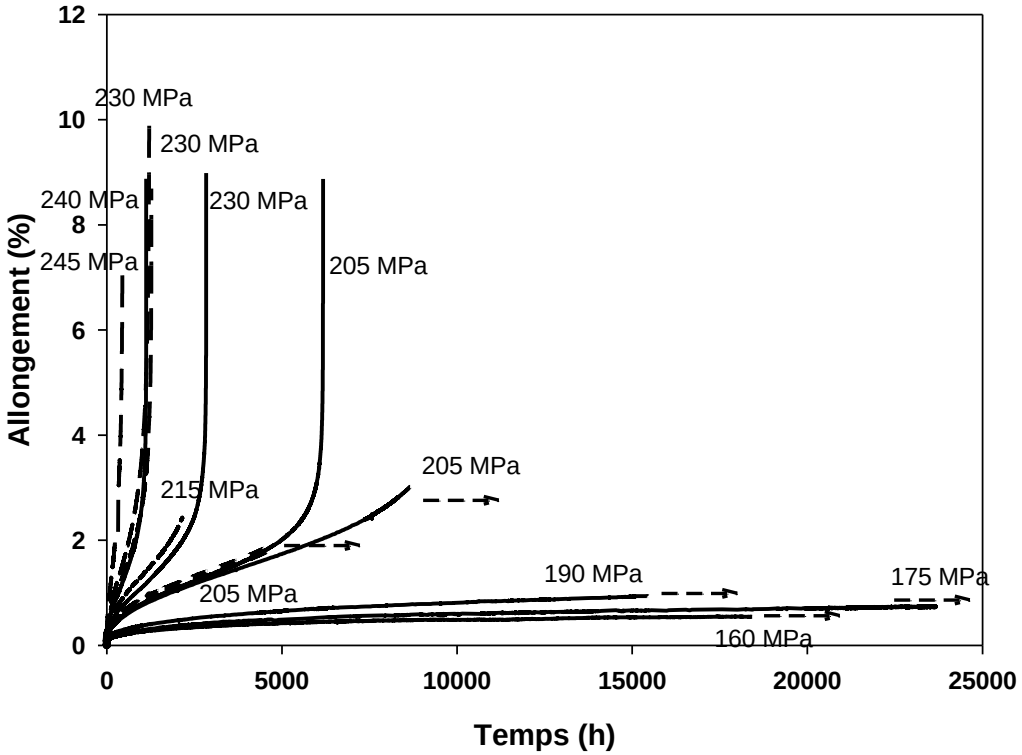


Figure 4-52 : ensemble des courbes de fluage sur éprouvettes travers joint à 550 °C (Traits pleins : produit d'apport P92IG, Traits pointillés : produit d'apport Thermanit MTS 616).

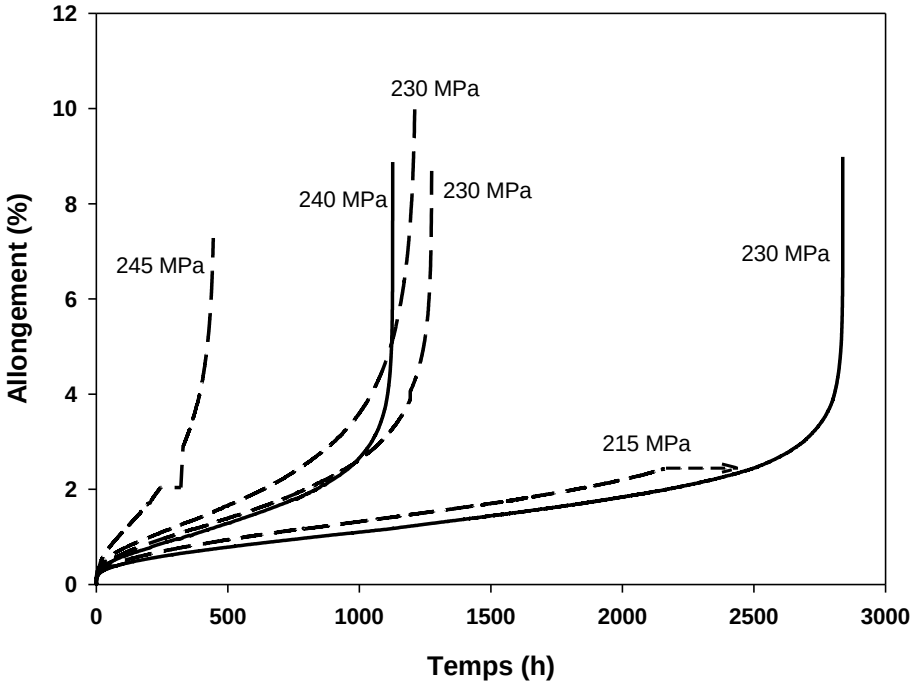


Figure 4-53 : courbes de fluage des essais court-terme sur éprouvettes travers joint à 550 °C (Traits pleins : produit d'apport P92IG, Traits pointillés : produit d'apport Thermanit MTS 616).

L'allongement correspond à :

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} * 100$$

L_0 est la longueur initiale de la zone utile et vaut 40 mm et ΔL correspond à l'allongement de la zone utile.

Les essais à plus basses contraintes n'ont pas pu être menés jusqu'à rupture dans le temps imparti.

Le stade tertiaire est relativement long et assez bien marqué.

Produit d'apport	Contraintes (MPa)	Temps à rupture (h)	Lieu de rupture	Réduction d'aire à rupture (%)
Böhler P92IG	160	>18426	-	-
Böhler P92IG	175	>25630	-	-
Böhler P92IG	190	> 15447	-	-
Böhler P92IG	205	6187	Zone adoucie	68
Böhler P92IG	205	>8700	-	-
Böhler P92IG	230	2837	Zone adoucie	-
Böhler P92IG	240	1127	Zone adoucie	77
Thermanit MTS 616	205	>4676	-	-
Thermanit MTS 616	215	2160	Zone adoucie	72
Thermanit MTS 616	230	1214	Zone adoucie	71
Thermanit MTS 616	230	1276	Zone adoucie	70
Thermanit MTS 616	245	449	Zone adoucie	70

Tableau 4-10 : récapitulatif des essais de fluage sur éprouvettes lisses prélevées travers joint, pour les deux joints utilisés.

Les réductions d'aire à rupture sont élevées, ce qui indique qu'une déformation viscoplastique importante s'est produite avant rupture.

D'après ces courbes, à plus fortes contraintes, les joints soudés avec produit d'apport P92IG semblent plus résistants en fluage que les joints soudés avec produit d'apport Thermanit.

A plus faibles contraintes et donc à plus long-terme, ce résultat n'est plus vérifié. En effet, les courbes à 205 MPa se superposent, même si deux des trois essais ont dû être interrompus. Leurs comportements en fluage des deux joints soudés deviennent donc semblables pour des niveaux de contraintes plus faibles (autour de 205 MPa). Cette différence est très probablement liée aux conditions de soudage et sera discutée ultérieurement.

Le graphique de la Figure 4-54 rassemble les valeurs de temps à rupture à 550°C du métal de base et des joints soudés Grade 92 issus de la présente étude et des données de l'ECCC [2005]. La courbe en pointillées indique les valeurs estimées en divisant par 10 les durées de vie du métal de base estimées par la courbe ECCC (facteur couramment utilisé en dimensionnement pour le Grade 91).

Les durées de vie en fluage des joints soudés sont réduites par rapports aux durées de vie du métal de base (d'un facteur 3). Du fait que le métal de base est légèrement moins résistant que l'estimation par la courbe ECCC, la courbe « ECCC modifiée » décrit bien le comportement du joint avec produit d'apport Thermanit MTS616, bien que l'abattement de durée de vie mesuré soit inférieur à celui estimé.

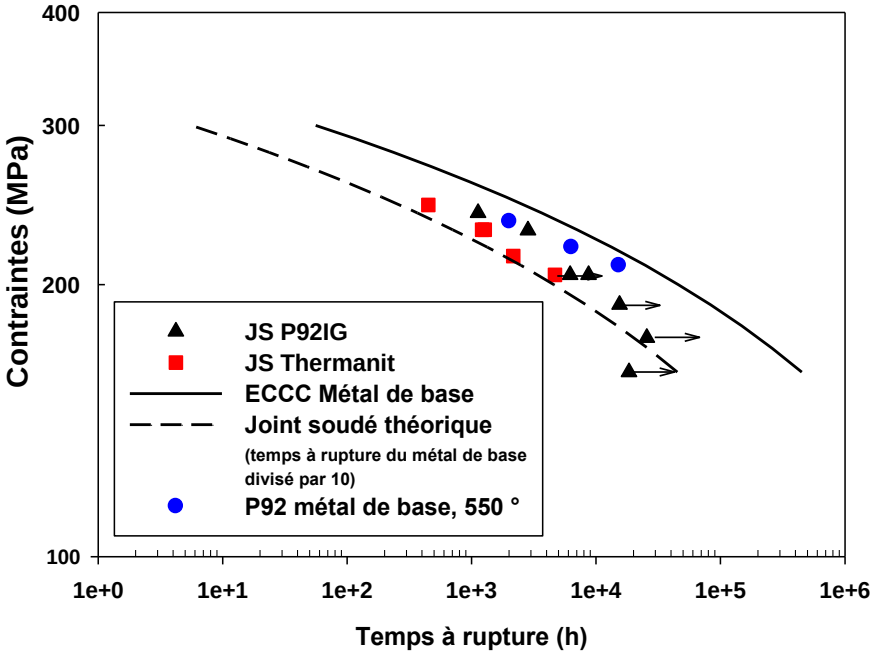


Figure 4-54 : contrainte appliquée en fonction du temps à rupture à 550 °C.

Les courbes de Monkman-Grant reliant la vitesse de fluage minimale au temps à rupture sont comparées pour le métal de base et différents joints soudés Grade 92 à différentes températures (Figure 4-55). La relation de Monkman-Grant est donnée par :

$$t_r \dot{\varepsilon}^n = \mathrm{C_{MG}}$$

Où n est une constante du matériau proche de 1 et B une constante valable sur une gamme étendue de températures comme le montre les graphiques de la Figure 4-55 et de la Figure 4-56.

La vitesse de fluage minimale de ces courbes est une vitesse d'allongement relatif moyen. L'allongement relatif dépend de la largeur de chaque zone du joint, en particulier leur proportion relative dans la longueur utile de l'éprouvette. Il est important d'en tenir compte dans l'analyse des résultats d'essais de fluage. La Tableau 4-11 regroupe, pour un ensemble de données de fluage provenant de la littérature et présentées dans ce chapitre, les dimensions du joint soudé et des éprouvettes utilisées pour les essais de fluage.

Auteurs	Matériaux	Procédé de soudage	PWHT	Dimensions de l'éprouvette	Taille de la zone fondue et des ZAT
Watanabe et al., 2006	Grade 91	Soudage à l'arc TIG (GTAW)	740°C pendant 8,5h	Lu = 100 mm Epaisseur = 17,5 mm Largeur = 5 mm	25% de ZF 5% de ZAT 70 % de MB
Vivier, 2010	Grade 91	Soudage à l'arc submergé (SAW)	750°C pendant 20h	Lu = 80 mm ϕ = 5 mm	31% de ZF 20% de ZAT 48 % de MB
Gaffard, 2005	Grade 91	Soudage à l'arc (MIG et TIG)	760°C pendant 2h	Lu = 36 mm ϕ = 5 mm	56 % de ZF 22 % de ZAT 22 % de MB
Jandova et al., 2009	Grade 91	Soudage à l'arc TIG (GTAW) et SMAW	740-760 °C pendant 2.5h	-	-
Pétry et Gariboldi, 2009	Grade 92	Soudage à l'arc SMAW	760°C pendant 2h	Lu = 80 mm ϕ = 8 mm	25 % de ZF 20 % de ZAT 55 % de MB
Kasl et al., 2009	Grade 92	Soudage à l'arc TIG (GTAW) et SMAW	760°C pendant 2h	Lu = 92 mm ϕ = 8 mm	22 % de ZF 17 % de ZAT 61 % de MB
Falat et al., 2009	Grade 92	Soudage TIG (GTAW)	760°C pendant 4h	Lu = 40 mm ϕ = 5,5 mm	50 % de ZF 15 % de ZAT 35 % de MB
Kim et al., 2008	Grade 92	Soudage TIG (GTAW)	760°C pendant 2h	-	-
Tabuchi et al.,	Grade 92	Soudage à l'arc TIG (GTAW)	740°C pendant 260 min	Lu = 30 mm ϕ = 6 mm	-

Kalck	Grade 92, Produit d'apport P92IG	Soudage à l'arc TIG (GTAW)	760°C pendant 4h	Lu = 40 mm ϕ = 5 mm	25 % de ZF 25 % de ZAT 50 % de MB
Kalck	Grade 92, Thermanit MTS616	Soudage à l'arc TIG (GTAW)	760°C pendant 6h	Lu = 40 mm ϕ = 5 mm	25 % de ZF 25 % de ZAT 50 % de MB

Tableau 4-11 : caractéristiques des joints soudés de la littérature citées dans cette partie Lu : longueur de la zone utile).

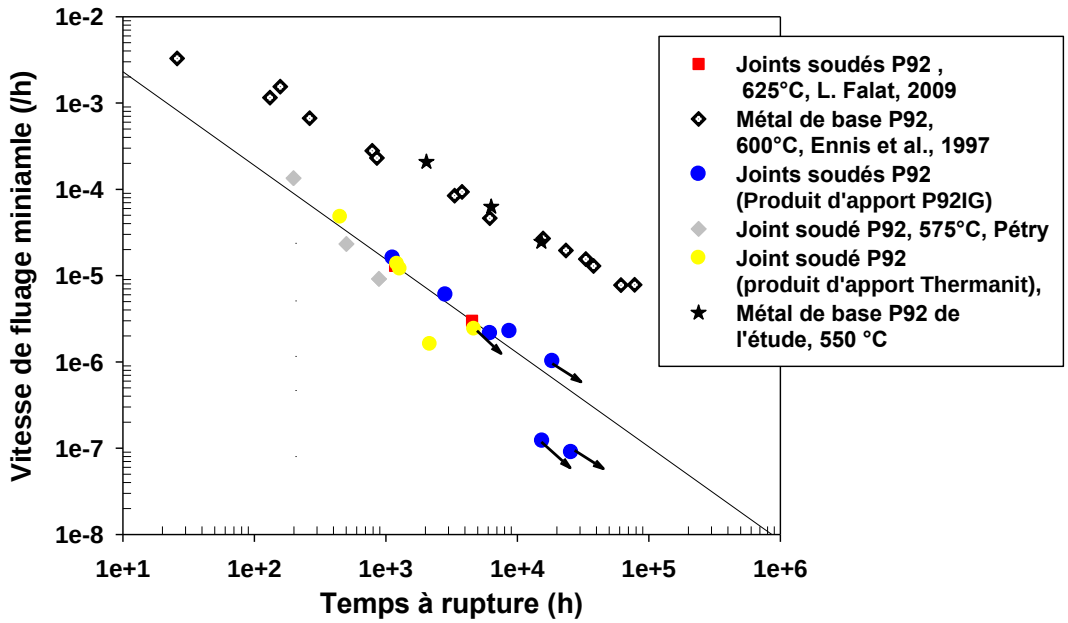


Figure 4-55 : vitesse de fluage minimale en fonction du temps à rupture entre 550°C et 625°C.

Les données d'essais de fluage sur le métal de base Grade 92 à 600 °C et à 550 °C [Ennis et al, 1997, Giroux, 2011] sont alignées.

Des résultats d'essais de fluage sur des joints soudés Grade 92 à différentes températures (550 °C, 575 °C et 625 °C) sont également présentés à titre de comparaison [Falat, 2009, Pétry et al.,]. Les données s'alignent également le long d'une même droite.

Les paramètres de Monkman-Grant sont donc valables pour toute une gamme de températures. Ce constat suggère que les mécanismes d'endommagement sont identiques entre 550°C et 600°C. Cependant, ce résultat est étonnant puisque des phases de Laves apparaissent lors des sollicitations à 600°C et sont connues pour être des sites préférentiels d'endommagement par fluage.

La Figure 4-56 compare l'ensemble des données précédentes sur l'acier Grade 92 à celle de joints soudés en acier Grade 91.

Le Tableau 4-12 compare les paramètres de Monkman-Grant pour l'ensemble des essais considérés.

	m	C_{MG}
MB Grade 92, Kalck,	0,83	0,04 $h^{-0,17}$
JS Grade 92, Kalck,	0,98	0,01 $h^{-0,02}$
JS Grade 91, Gaffard, 2005	0,8	0,038 $h^{-0,2}$
JS Grade 92, Falat et al., 2009	0,92	0,04 $h^{-0,08}$
MB Grade 92, Ennis et al., 1997	1,26	0,03 $h^{0,26}$
JS Grade 91, Vivier, 2007	0,77	0,22 $h^{-0,23}$
JS Grade 92, Pétry et Gariboldi, 2009	0,55	1,41 $h^{-0,45}$

Tableau 4-12 : paramètres de Monkman-Grant du métal de base et des joints soudés de l'étude et provenant d'autres études (MB : métal de base seul ; JS : essais travers joint).

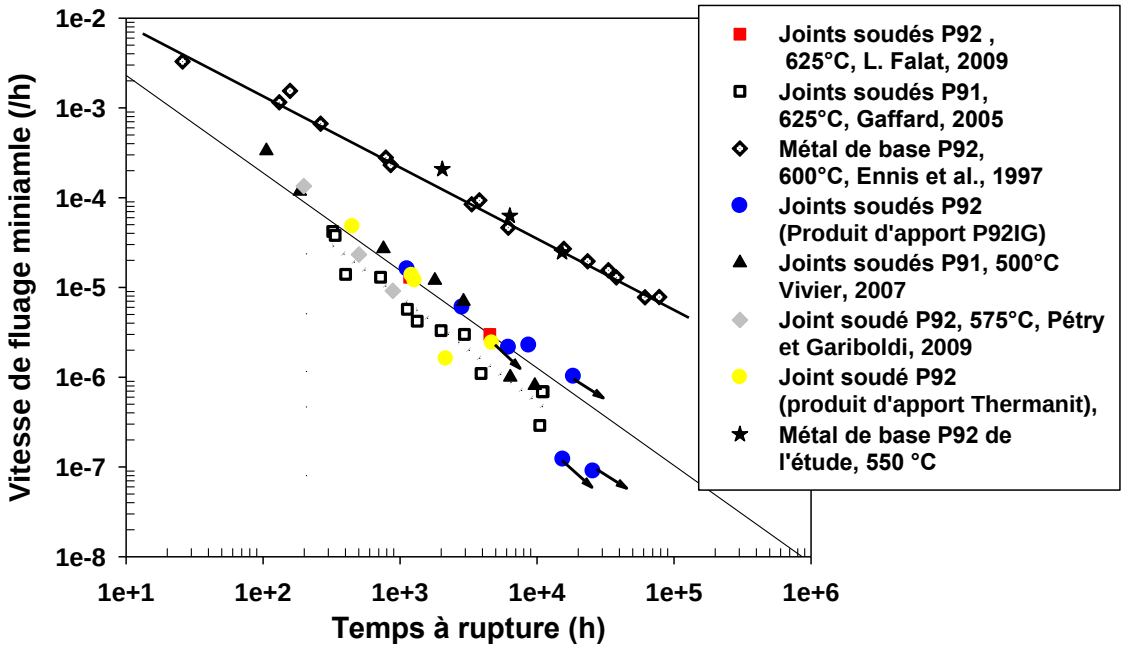


Figure 4-56 : vitesse de fluage minimale en fonction du temps à rupture. Métal de base et joints soudés des Grades 91 et 92.

Pour des vitesses de fluage similaires, on constate un écart significatif entre les durées de vie des joints soudés en acier Grade 91 et ceux en acier Grade 92. Cet écart est estimé à un facteur 10 pour des durées de vie longues (10000h).

Les données sur les joints soudés Grade 92 s'alignent le long d'une même droite. Les différents points sont dispersés autour de cette droite. Cela vient du fait que les géométries des joints et des éprouvettes, ainsi que les températures, sont différentes d'une étude à l'autre (Tableau 4-11). La zone de plus faible dureté est confinée entre des zones plus résistantes et qui se déforment moins. Le confinement de la zone adoucie varie en fonction du rapport de son épaisseur sur son diamètre. Le comportement en fluage du joint soudé complet dépend donc de l'effet du confinement.

D'après le graphique de la Figure 4-56, on constate également que l'écart des données de fluage entre le métal de base Grade 92 et le joint soudé Grade 92 tend à augmenter pour des durées de vie plus longues.

La Figure 4-57 rassemble des données sur la vitesse minimale de fluage des joints soudés Grade 91 et Grade 92 à des températures entre 500 °C et 625 °C (les températures ne varient pas pendant un essai).

L'évolution des vitesses de déformation en fluage en fonction de la contrainte appliquée peut être modélisée par une loi de type Norton :

$$\dot{\varepsilon} = A\sigma^n$$

Où $\dot{\varepsilon}$ est la vitesse d'allongement relatif minimale, σ la contrainte appliquée et *A* et n sont des paramètres dépendant du matériau, de la température et de la géométrie de l'éprouvette. A et n sont des valeurs « apparentes » puisque le joint soudé est constitué de différents matériaux. L'alignement des points des joints soudés avec ceux du métal de base est donc fortuit.

Le paramètre n vaut 11 pour les joints soudés avec produit d'apport P92IG et 18 pour les joints soudés avec produit d'apport Thermanit MTS 616. Les paramètres n obtenus par Gaffard et Vivier [Gaffard, 2005, Vivier, 2009] sont respectivement 6 et 17,8. Dans le domaine de contraintes exploré, la déformation est donc contrôlée par le mouvement des dislocations sous ce régime de contraintes élevés. Ce mécanisme semble être le même aux différentes températures considérées (550, 600 et 625 °C).

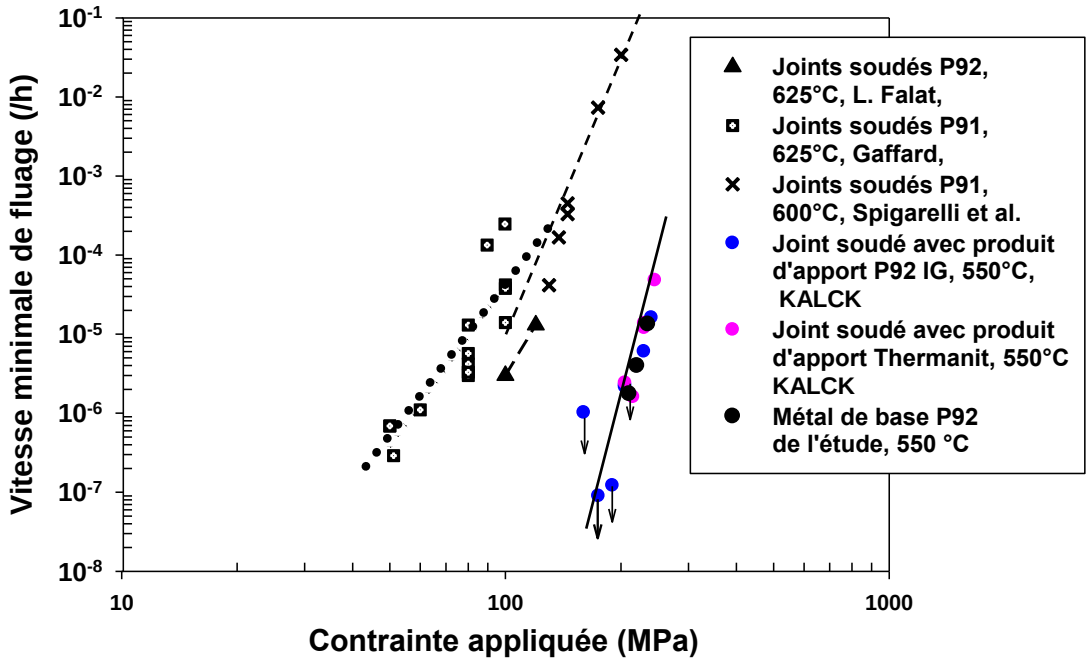


Figure 4-57 : vitesse de fluage en fonction de la contrainte appliquée.

Le graphique de la Figure 4-58 compare pour le Grade 91 et le Grade 92 la frontière à partir de laquelle le lieu de rupture change, pour différentes conditions de fluage. Pour construire ce graphique, des données de la littérature, dont les caractéristiques des joints sont données dans le Tableau 4-11, ont été rassemblées et classées en fonction du lieu de rupture et des conditions d'essai (contrainte, température). La frontière a été positionnée à partir de ces données. Lorsque le changement de lieu de rupture n'est pas clairement précisé, des flèches indiquent que les bornes de

ces frontières ne sont pas fixées et dans quel sens cette frontière pourrait évoluer si l'on dispose de nouvelles données expérimentales.

On observe que les conditions de fluage (température et contraintes) à partir desquelles le mécanisme de rupture change, sont différentes pour les deux matériaux Grade 91 et Grade 92.

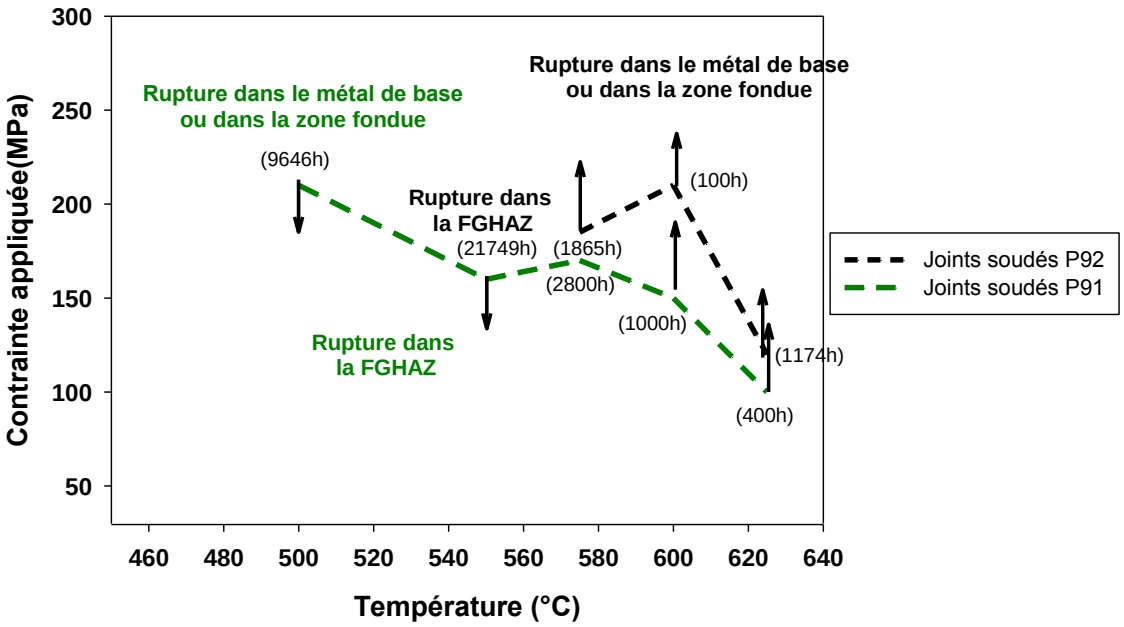


Figure 4-58 : comparaison du lieu de rupture entre le P91 et le P92 pour différents niveaux de contrainte et de température.

Cependant, si l'on considère la contrainte normalisée (Figure 4-59), qui tient compte des propriétés mécaniques du matériau, on constate que le changement de lieu de rupture se fait pour des conditions de températures et de contraintes proches.

Le Grade 91 et le Grade 92 n'ont pas les mêmes propriétés mécaniques et la même résistance au fluage. Les lieux de rupture sont donc comparés à l'aide de la contrainte normalisée de chaque essai tel que :

$$\sigma_{normalisée} = \frac{\sigma_{Aplliquée}(T)}{\sigma_{100000h}}$$

Où T désigne la température de l'essai et $\sigma_{100000h}$ la contrainte à 100 000h selon la norme ASTM.

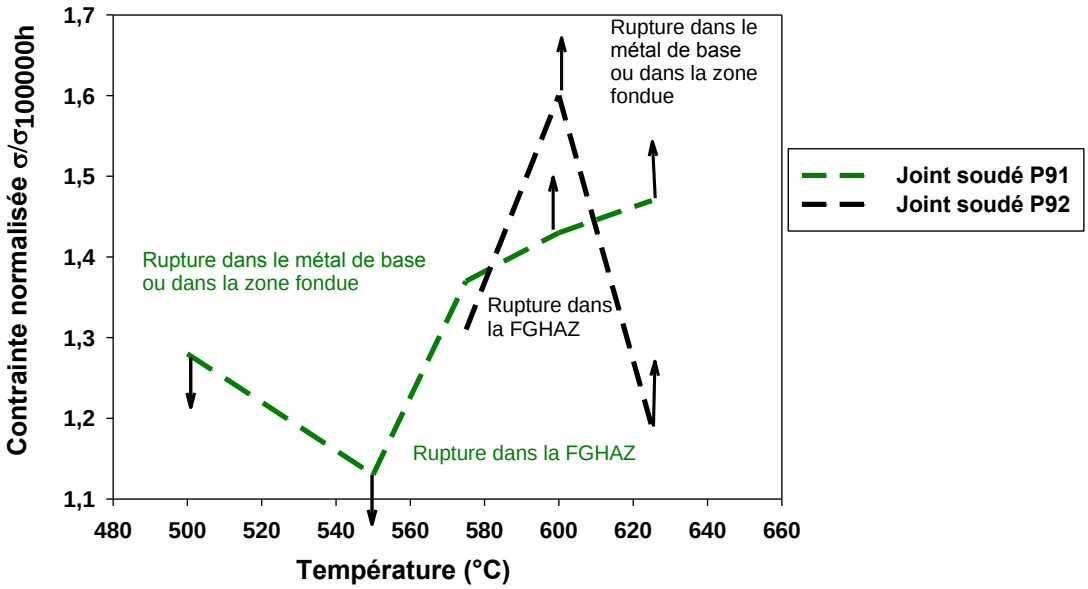


Figure 4-59 : comparaison du lieu de rupture entre le P91 et le P92 pour différents niveaux de contrainte et de température.

Les mécanismes responsables du changement de mode de rupture sont identiques pour les deux matériaux, aux gammes de températures considérées et de temps à rupture (ou de niveaux de contraintes) considérés.

4.2.3.1 Expertise des éprouvettes rompues

La Figure 4-60 présente l'évolution du diamètre (mesuré après essai) le long de trois éprouvettes de fluage non rompues. Le diamètre initial de ces éprouvettes est de 5 mm. Le Tableau 4-13 indique les différents stades d'arrêt des essais. L'objectif de ces mesures est de connaître le stade de l'essai à partir duquel apparaît la localisation de déformation, à deux niveaux de contraintes différents.

Eprouvette	Durée d'essai (h)	Stade de l'essai
160 MPa (produit d'apport P92 IG)	18 426	Primaire
205 MPa (produit d'apport P92 IG)	8 700	Tertiaire
205 MPa (produit Thermanit)	4 770	Secondaire

Tableau 4-13 : stades d'arrêts des éprouvettes étudiées en profilométrie.

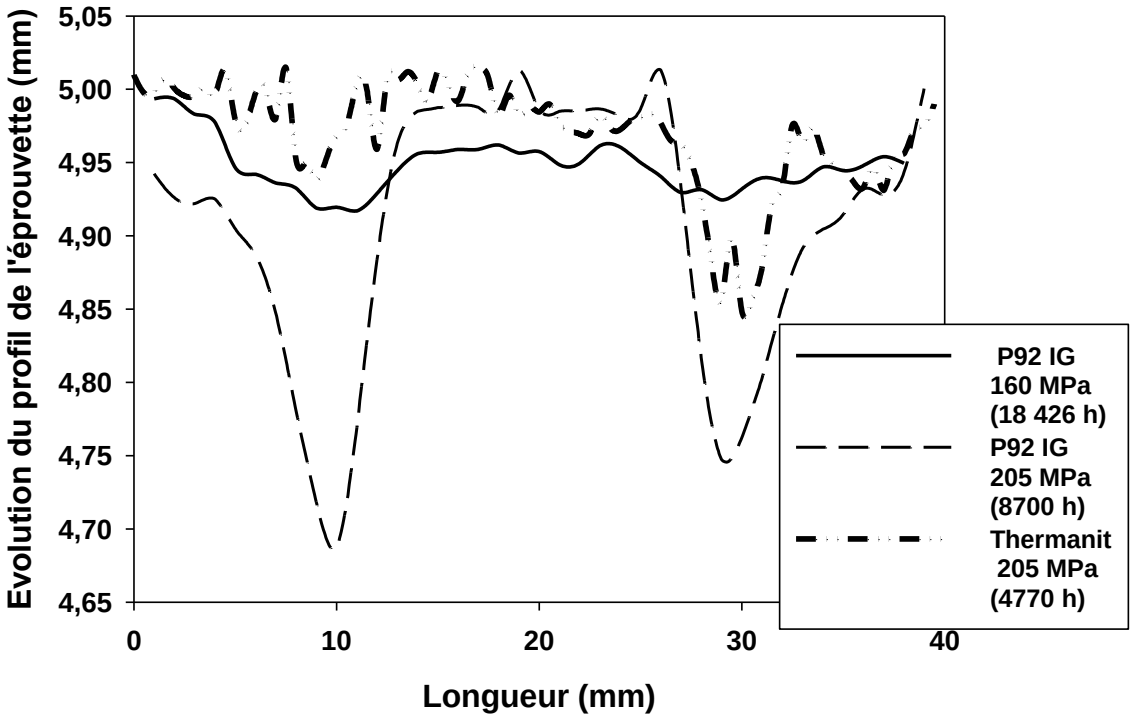


Figure 4-60 : évolution de la section le long de trois éprouvettes de fluage (travers joint) non rompues (550 °C).

La localisation de la déformation apparaît au niveau des ZAT. Pour l'éprouvette de joint Thermanit sollicitée sous 205 MPa, on constate en outre que cette localisation apparait d'un côté dès le stade secondaire. Par ailleurs, on constate que la zone fondue s'est très peu déformée.

Pour l'éprouvette sollicitée à 160 MPa, la déformation semble être homogène dans toute la zone utile de l'éprouvette. Néanmoins, il est impossible de prévoir les mécanismes responsables de la rupture de l'éprouvette à ce niveau de contraintes dès ce stade de l'essai.

Les éprouvettes sollicitées aux plus fortes contraintes (230 MPa et 240 MPa) ont été étudiées afin de déterminer le lieu de rupture. Les éprouvettes ont été découpées longitudinalement. La coupe longitudinale a été polie jusqu'à 3 µm puis a été attaquée au réactif Villela.

La Figure 5-61 présente une macrographie de la coupe longitudinale de l'éprouvette sollicitée à 230 MPa, à laquelle est superposée une filiation de dureté. Cette figure indique que la rupture s'est produite près de la zone de dureté minimale. La dureté augmente fortement dans la zone de striction en raison de l'importante déformation viscoplastique qui s'est produite en fin d'essai.

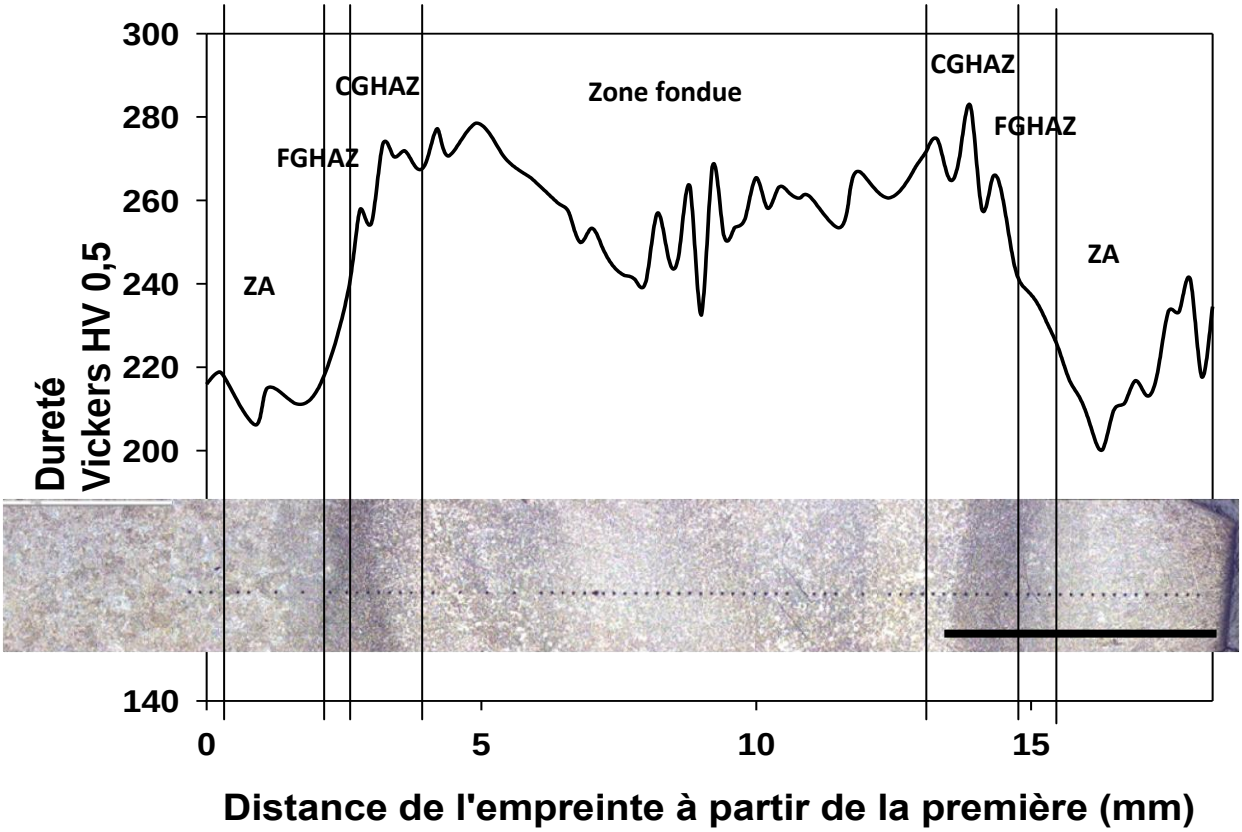


Figure 4-61 : filiation de dureté réalisée sur une coupe longitudinale d'une éprouvette de fluage lisse travers joint (230 MPa, 550 °C), comparée à la macrographie de la coupe. La zone de rupture est tout à droite de la macrographie.

Quelques cavités sont observables près du faciès et dans la zone de striction (Figure 4-62). Très peu de cavités sont présentes loin de la zone de striction. Ce résultat suggère que la rupture de l'éprouvette s'est produite par instabilité viscoplastique.

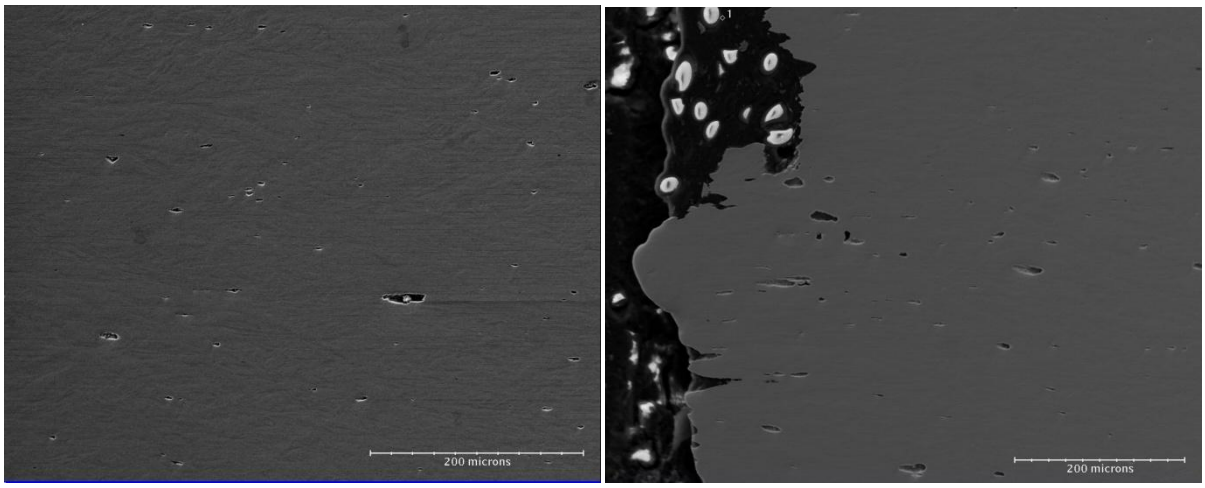


Figure 4-62 : micrographies au MEB de la zone de striction l'éprouvette rompue à 2837 h (230 MPa, 550°C), a) dans la zone de striction, b) près du faciès.

Aucun endommagement n'a été constaté en zone fondue. Il est important de vérifier la présence de cavités dans cette zone, compte-tenu de la présence de zones de ferrite delta (Chapitre 3.5), sites potentiels de germination de cavités.

Les faciès de rupture présentent des cupules, révélateurs d'un mécanisme de rupture ductile (Figure 4-63).

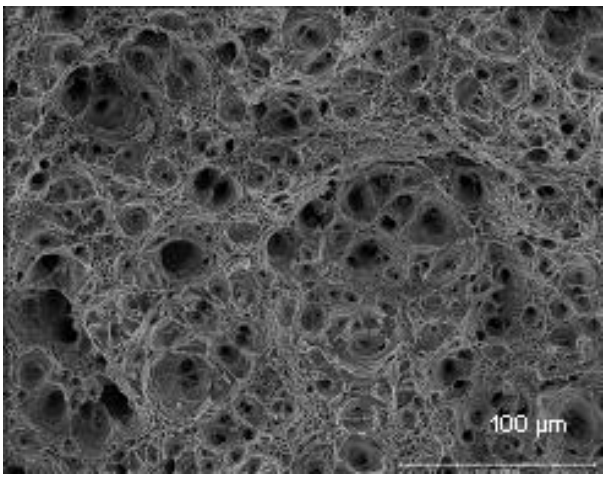


Figure 4-63 : Faciès de rupture de l'éprouvette rompue à 2837 h (230 MPa, 550°C).

4.2.4 Evolutions microstructurales attendues

La microstructure du joint soudé peut être profondément modifiée au cours du fluage à températures élevées (de 500 à 650 °C).

De nombreuses études menées sur le métal de base et les joints soudés P91 [Jandova et al., 2009] et P92 [Kasl et al., 2009] montrent une évolution de la microstructure des différentes zones, caractérisée par un grossissement des carbures $M_{23}C_6$ [Das et al., 2008] et une restauration de la sous-structure de dislocations.

Les changements microstructuraux sont différents dans les différentes zones du joint soudé et sont liés aux microstructures initiales. Ils dépendent également de la température et de la durée des essais.

4.2.5 Evolution de la sous-structure

La sous-structure de la zone adoucie après sollicitation en fluage a été étudiée par microscopie électronique en transmission sur lames minces. L'éprouvette travers joint avec produit d'apport Thermanit MTS 616, sollicitée à la plus basse contrainte pour ce produit d'apport (205 MPa), a été expertisée. Cet essai a été interrompu en fin de stade secondaire. Les lames ont été prélevées dans la zone la plus strictionnée.

Les micrographies en champ clair de la Figure 4-64 présentent les microstructures de la zone adoucie à l'état initial et après sollicitation en fluage à 205 MPa, pendant plus de 4500h (L'essai a été interrompu avant rupture). On constate que les sous-grains dans la zone adoucie après fluage semblent majoritairement de forme polygonale, alors qu'à l'état initial, la zone adoucie présente une microstructure en lattes, subdivisées en sous-grains.

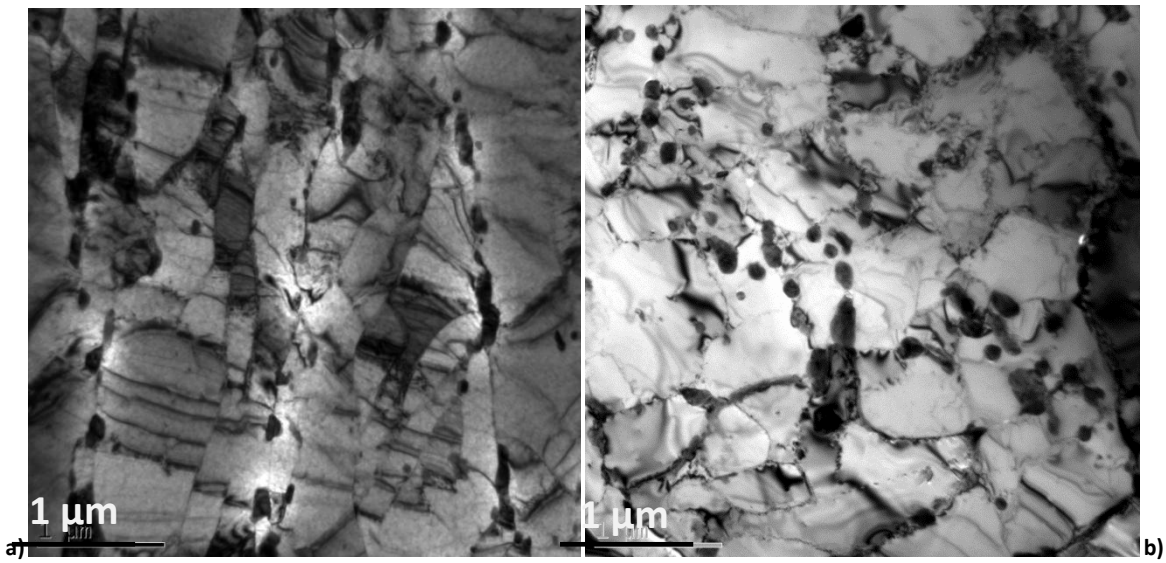


Figure 4-64 : micrographies en champ clair de la zone adoucie a) à l'état initial et b) après sollicitation en fluage pendant 4675 h (205 MPa, 550 °C).

La Figure 4-65 compare les distributions de tailles de sous-grains mesurées dans la zone adoucie, à l'état initial et après sollicitation en fluage, de l'éprouvette expertisée, sollicitée à 205 MPa. Les tailles de sous-grains ont été mesurées sur des clichés réalisés au MET. La méthode de mesure est la même que celle utilisée pour obtenir les distributions de taille de sous-grains dans le métal de base et dans la zone adoucie, décrite dans le chapitre 3.3.2.

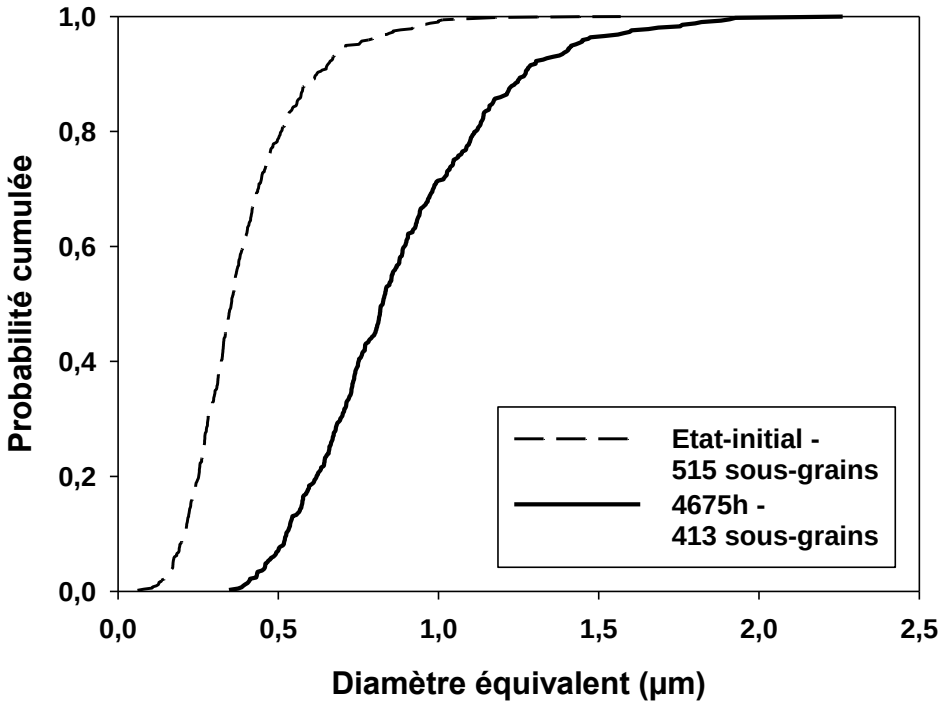


Figure 4-65 : distributions de tailles de sous-grains dans la zone adoucie à l'état initial et la zone adoucie sollicitée en fluage pendant 4675 h (205 MPa, 550 °C).

On constate que les tailles de sous-grains mesurées dans la zone adoucie après sollicitation en fluage sont nettement plus grandes qu'à l'état initial. La valeur moyenne est de 0,39 µm avant fluage

(l'écart-type est de 0,18 µm) et de 0,88 µm après fluage (l'écart type est de 0,3 µm). L'écart entre la valeur maximale et la valeur minimale est également légèrement plus important après fluage, ce qui traduit l'hétérogénéité de la croissance des sous-grains lors du fluage.

Watanabe et al. [Watanabe et al., 2006] ont observé que le grossissement des carbures et la restauration de la structure de dislocations au cours du fluage sur joint soudé Grade 91 est plus marquée dans l'ICHAZ que dans les autres zones du joint soudé [Watanabe et al., 2006] (Figure 4-66).

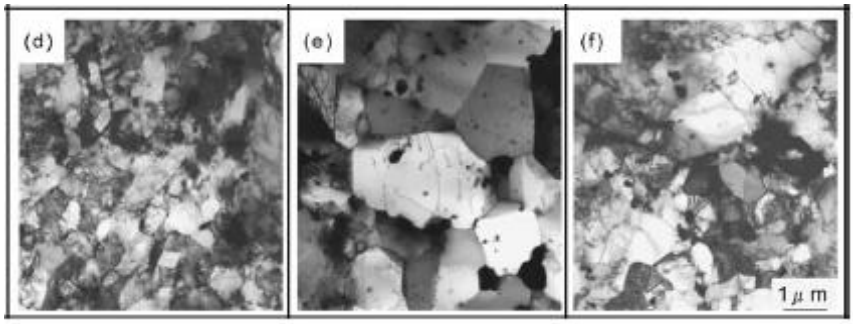


Figure 4-66 : micrographies MET en champ clair de l'évolution de la microstructure d'un joint soudé Grade 91 après un essai de fluage à 600 °C, 80MPa: d) métal de base, e) ICHAZ, et f) métal fondu [Watanabe et al., 2006].

4.2.5.1 Evolution de l'état de précipitation

Jandova et al. [Jandova et al., 2009] ont réalisé des essais sur joint soudé P91. Le matériau de base a subi une austénitisation à 1050 °C pendant 1h30, une trempe à l'huile et un revenu à 750 °C pendant 3h30. A 575°C, pour des durées de fluage de l'ordre de 10000h (140 MPa) sur une éprouvette rompue dans la FGHAZ, Jandova et al.[Jandova et al., 2009] n'observent pas d'évolution en termes de tailles et de densité des grosses particules pour le métal de base, la CGHAZ et la zone fondue, par rapport aux conditions initiales.

Les tailles de précipités dans le joint soudé de cette étude après sollicitations en fluage n'ont pas été mesurées.

Néanmoins, les micrographies réalisées ainsi que certains résultats de la littérature obtenus sur des aciers Grade 91 à 600 °C, [Watanabe et al., 2006] indiquent que l'état de précipitation dans l'ICHAZ et dans la FGHAZ semble avoir évolué au cours du fluage.

A 550°C, suite à des durées de fluage longues (30000h, 160 MPa) sur une éprouvette rompue dans la ZAT, Jandova et al. [Jandova et al., 2009] ont identifié des grosses particules de phases de Laves riches en fer et en molybdène dans le métal fondu. Ces phases, constituées d'atomes présentant un numéro atomique élevé, sont généralement faciles à observer au MEB avec un détecteur d'électrons rétrodiffusés. Les micrographies réalisées sur les éprouvettes rompues n'ont pas révélé la présence de telles phases de Laves au cours de la présente étude.

Aucune différence notable n'est observée concernant les densités des fins précipités MX intragranulaires avant et après fluage.

4.2.5.2 Discussion

La tenue en fluage des joints soudés en acier Grade 92 est réduite d'un facteur 3 par rapport aux durées de vie du métal de base. La rupture se produit dans la zone adoucie, y compris pour les essais courts.

D’après les résultats de la présente étude et les données de la littérature, la perte de résistance au fluage semble liée à l’accélération de la dégradation de la microstructure de la zone adoucie. Les tailles de sous-grains ont augmenté de manière significative.

D’autres phénomènes peuvent cependant intervenir dans la perte de résistance mécanique des joints soudés par rapport au métal de base.

L'effet de confinement exercé sur l'ICHAZ ou la FGHAZ par le métal de base et le métal fondu, zones dures se déformant peu, favorise la dégradation de la microstructure et est à l'origine de la rupture de type IV dans certains joints soudés [Masatsugu et al., 2010, Bauer et al., 2010, Gaffard, 2005]. L'ICHAZ et la FGHAZ sont en effet soumises à des contraintes multiaxiales [Watanabe et al., 2006], ce qui n’est pas le cas du métal de base sur éprouvettes lisses.

Un autre phénomène, encore très peu étudié actuellement, pourrait expliquer la faible résistance en fluage de la zone adoucie : les déformations résiduelles liées au procédé de soudage.

Paddea et al. [Paddea et al., 2012] ont évalué les contraintes résiduelles dans une soudure en acier Grade 91, avant et après le traitement de détensionnement, et ont obtenu des cartographies de répartition des contraintes dans la soudure. Leur étude est réalisée sur deux joints soudés identiques, provenant de l’assemblage de deux tubes par procédé de soudage à l’arc (SAW), avec une énergie de soudage de 18 kJ/cm. La passe de racine est réalisée par procédé de soudage TIG, avec une énergie de 12 kJ/cm. Le premier joint n’a pas subi de traitement de détensionnement. Le second a subi un PWHT de 4h à 750°C. Les contraintes résiduelles ont été mesurées selon trois directions (radiale, orthoradiale et axiale) à l’aide de la diffraction des neutrons.

Les auteurs ont montré que les contraintes résiduelles de traction sont maximales à la frontière de la ZAT avec le métal de base. Les contraintes hydrostatiques sont également élevées et maximales dans cette zone. Le traitement de détensionnement consécutif réduit significativement les niveaux de contraintes résiduelles. Néanmoins, ces contraintes restent présentes et maximales près de la ZAT après PWHT. La Figure 4-67 présente les cartographies des contraintes résiduelles dans les directions circonférentielles, axiales et normales au tube.

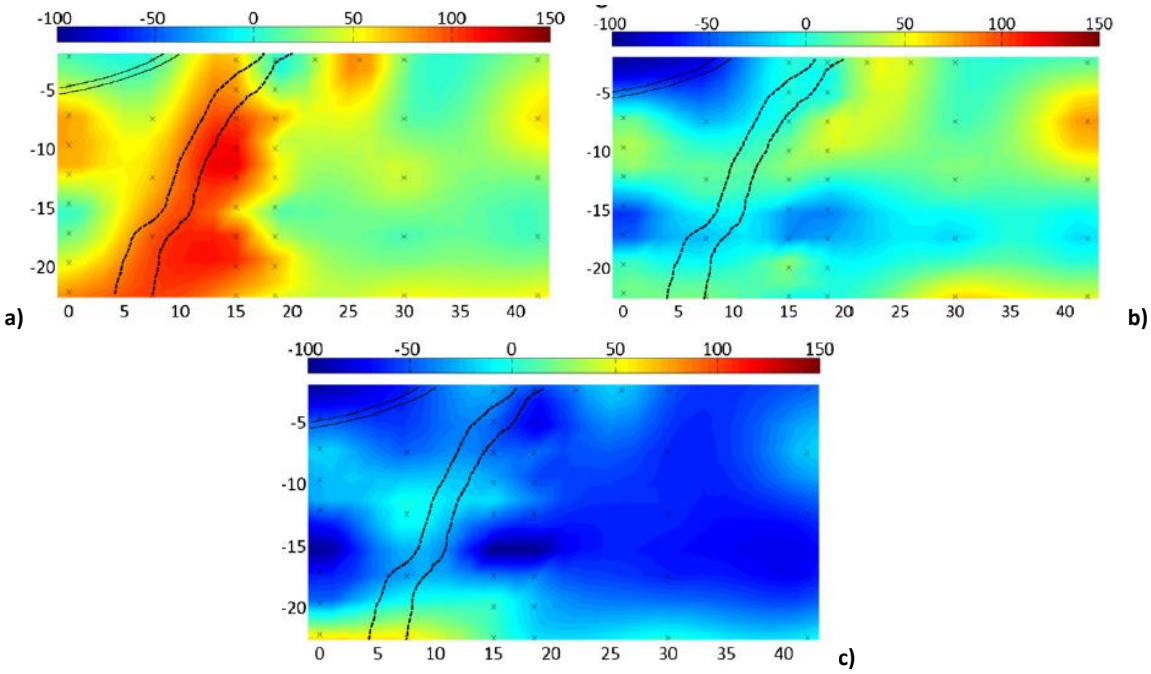


Figure 4-67 : cartographie des contraintes résiduelles mesurées dans le sens a) circonférentiel, b) axial et c) normale du tube, après traitement post-soudage [Paddea et al., 2012]. Les lignes noires transversales délimitent la ZAT et les lignes du haut délimitent la dernière passe de soudage.

Des constats similaires ont été faits par Kim et al. [Kim et al., 2009] sur un joint soudé en acier Grade 91 (Procédé TIG avec une énergie de soudage 857 J/mm) à l'aide de mesures par diffraction aux neutrons. Les auteurs ont constaté que les contraintes résiduelles axiales sont en traction et plus élevées dans la ZAT et dans la zone fondue.

Au sein de la zone adoucie, les contraintes résiduelles sont donc relativement significatives et supérieures aux niveaux de contraintes dans les autres zones du joint soudé. L'impact de ces contraintes résiduelles sur les performances en fluage de la soudure et en particulier de la zone adoucie, n'a encore jamais été évalué ni même considéré en tant que tel.

Par ailleurs, les contraintes résiduelles sont localisées à la frontière entre la ZAT et le métal de base. La portion de métal de base désignée par TMAZ et mise en évidence dans la partie I semble donc présenter un niveau de contraintes résiduelles supérieur aux autres zones, ce qui renforce la présomption d'existence d'une telle TMAZ. D'une manière plus générale, on peut imaginer que les niveaux de contraintes résiduelles (et la déformation viscoplastique nécessaire à leur relaxation lors du PWHT, donc la sous-structure résultante) pourrait dépendre des conditions de bridage, donc à la fois de la géométrie, du procédé et des paramètres de soudage.

4.2.5.3 Conclusions

Les résultats de la campagne d'essais de fluage à 550 °C indiquent que la rupture des joints soudés étudiés est de type IV, même pour des durées d'essais courtes (ce qui est peu commun dans la littérature). L'examen des éprouvettes indique que la rupture s'est produite par instabilité viscoplastique.

L'essai de fluage sur une éprouvette travers joint avec produit d'apport Thermanit MTS 616 a été interrompu en fin de stade secondaire à plus de 4500 h d'essai et l'éprouvette a été expertisée. La taille moyenne de sous-grains dans la zone adoucie a pratiquement doublé après fluage. L'état de

précipitation n’a pas été examiné mais n’a probablement pas notablement évolué d’après les données fournies par la littérature.

Les durées de vie des joints soudés sont réduites par rapport aux durées de vie du métal de base. La déformation des éprouvettes se localisent au sein de la ZAT, en particulier dans la zone adoucie. Cette zone est confinée entre deux zones plus résistantes au fluage et qui se déforment moins vite. L’effet de structure lié à ce confinement est évalué par la suite à l’aide de simulations par éléments finis.

4.3 Etude du comportement mécanique de la zone fondue

4.3.1 Etude du comportement en traction de la zone fondue

Aucun essai de traction sur des éprouvettes prélevées en zone fondue, n'a été réalisé dans le cadre de cette étude. Cependant, des données ont été fournies par le laboratoire des Techniques d'Assemblage (LTA) et ont été reproduites ici avec son autorisation.

Des essais de traction ont été réalisés à 20 °C et 550 °C sur des éprouvettes prélevées dans le sens longitudinal des deux soudures, dans la zone fondue. Le diamètre des éprouvettes est de 4 mm et la longueur utile vaut 50 mm. L'épaisseur et la largeur d'une passe sont respectivement estimées à près de 2,5 mm et 5 mm dans la zone fondue du joint soudé avec produit d'apport P92IG et de 2 mm et de 5 mm dans le joint soudé avec produit d'apport Thermanit MTS 616. Au vu des dimensions des deux joints soudés et des dimensions des éprouvettes de traction, on considère que le volume testé est représentatif du comportement moyen de la zone fondue.

Les essais ont été menés pour une vitesse d'allongement relatif imposée de 1,667. 10^{-3} s^{-1}.

L'évolution à 20 °C et à 550 °C de l'allongement de ces éprouvettes prélevées dans les deux produits d'apport, en fonction de la contrainte nominale, est tracée sur la Figure 4-68 et la Figure 4-69.

Le Tableau 4-14 rassemble les paramètres tirés de ces essais de traction.

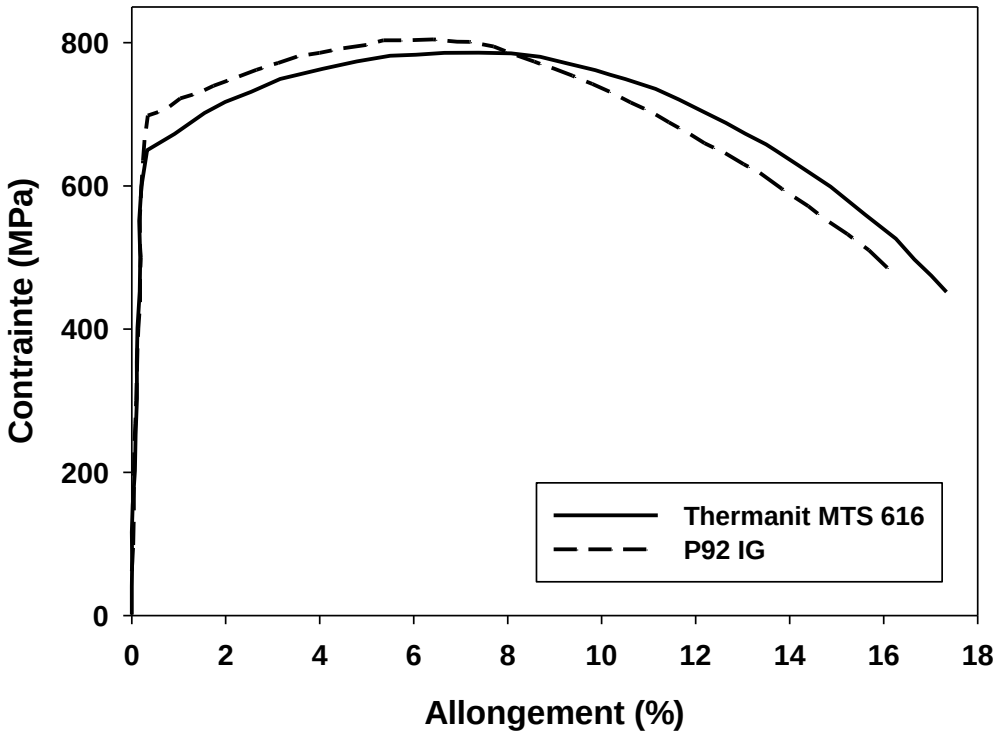


Figure 4-68 : évolution de l'allongement en fonction de la contrainte nominale d'éprouvettes prélevées en zone fondue des deux joints soudés. Les essais ont été réalisés à 20 °C et la vitesse d'allongement est de 1,667. 10^{-3} s^{-1}.

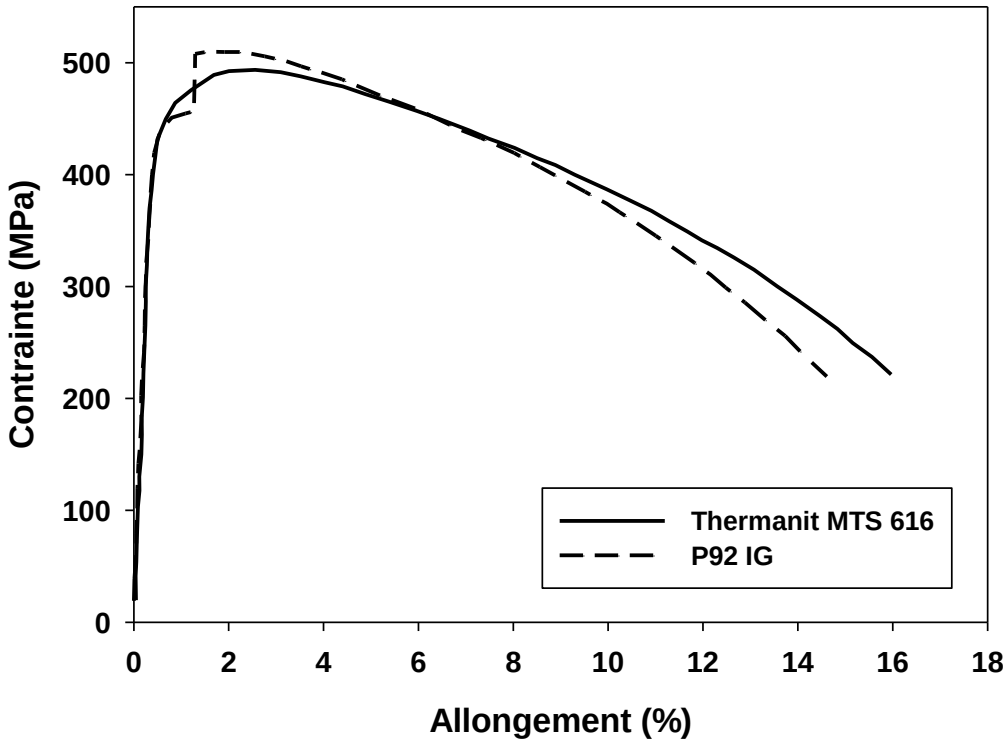


Figure 4-69 : évolution de l'allongement en fonction de la contrainte nominale d'éprouvettes prélevées en zone fondue des deux joints soudés. Les essais ont été réalisés à 550 °C et la vitesse d'allongement est de 1,667. 10^{-3} s^{-1}.

L'allure anormale de la courbe de traction à 550 °C de la zone fondue provenant du produit d'apport P92IG, est probablement liée à un problème d'extensométrie.

	Produit d'apport	$Rp_{0,2}$ (MPa)	Rm (MPa)	Allongement maximal réparti (%)	Allongement à rupture (%)
20 °C	Thermanit MTS 616	656	789	7,3	17
550 °C	Thermanit MTS 616	441	495	2,5	16
20 °C	P92 IG	702	806	6,4	16
550 °C	P92 IG	439	510	1,74	15

Tableau 4-14 : propriétés en traction de la zone fondue obtenue avec les deux produits d'apport.

Les deux produits d'apport ont des comportements en traction similaires à 20 °C et à 550 °C. A 20 °C, le produit d'apport P92 IG présente une limite d'élasticité légèrement plus élevée.

En outre, on constate que l'allongement à rupture des deux zones fondues est proche.

Par ailleurs, la zone fondue présente un meilleur comportement en traction que le métal de base, aux deux températures considérées. A 20 °C, si l'on compare aux spécifications de l'acier Grade 92 (V&M, 2010), on constate que la contrainte maximale est de 30% supérieure à celle du métal de base et que la limite élastique est de 45% plus élevée. A 550 °C, les données sont comparées, pour une vitesse d'allongement de $2{,}5.10^{-3}$ s^{-1}, aux résultats obtenus sur le métal de base non détensionné, présentés dans la partie I. La contrainte maximale est de 17 % plus grande en zone fondue et la limite

élastique est de 13 % plus élevée. On note également que l'écart des propriétés en traction entre les deux matériaux est inférieur à 550 °C comme on l'avait déjà constaté avec les essais de traction et corrélation d'images. La dureté en zone fondue varie entre 260 et 280 $HV_{0,5}$ en fonction de la position dans la zone fondue. L'écart relatif de dureté entre le métal de base et la zone fondue est donc compris entre 13 et 21 %.

4.3.2 Comportement en fluage de la zone fondue

Les géométries des éprouvettes ont été dimensionnées et sont présentées dans le paragraphe 4.1.

Plusieurs essais ont été lancés à différents niveaux de contraintes. Les deux premiers essais ont été lancés à une contrainte appliquée de 250 MPa et de 215 MPa, afin d'obtenir des contraintes de von Mises respectivement de 240 MPa et de 205 MPa comme pour les autres zones testées. Cette étape est présentée dans le chapitre 4.1.6. Les contraintes réelles atteintes au niveau de l'entaille ont ensuite été recalculées lors de la procédure d'identification des paramètres de comportement viscoplastique de la zone fondue.

L'évolution de l'ouverture de l'entaille en fonction du temps est présentée pour chaque essai sur la Figure 4-70 et la Figure 4-71.

Les courbes de fluage ont révélé que la zone fondue était largement plus résistante en fluage par rapport au comportement attendu. Compte-tenu de l'avancement des essais, les éprouvettes n'auraient pas rompu suffisamment tôt pour que les résultats de ces essais puissent être exploités. L'obtention de données expérimentales étant nécessaire pour l'ajustement d'un modèle de comportement mécanique de la zone fondue, la campagne d'essais de fluage a été réorientée. Deux nouveaux essais ont été lancés. Ces essais ont été dimensionnés à l'aide de la loi de fluage de Panait [Panait, 2010] pour durer respectivement 100 h et 50 h.

Les résultats de ces essais sont donnés dans le Tableau 4-15. Les contraintes de von Mises réellement atteintes ont été recalculées à partir du modèle de comportement de la zone fondue, présenté ultérieurement. Les contraintes visées sont légèrement surestimées par rapport aux contraintes réellement atteintes. L'évolution des contraintes axiales et de von Mises le long de la section minimale de l'entaille a été recalculée et est comparée avec celle évaluée à l'aide de la loi de Panait [Panait, 2010]. Ces résultats sont présentés en annexe 7.4.1.1.

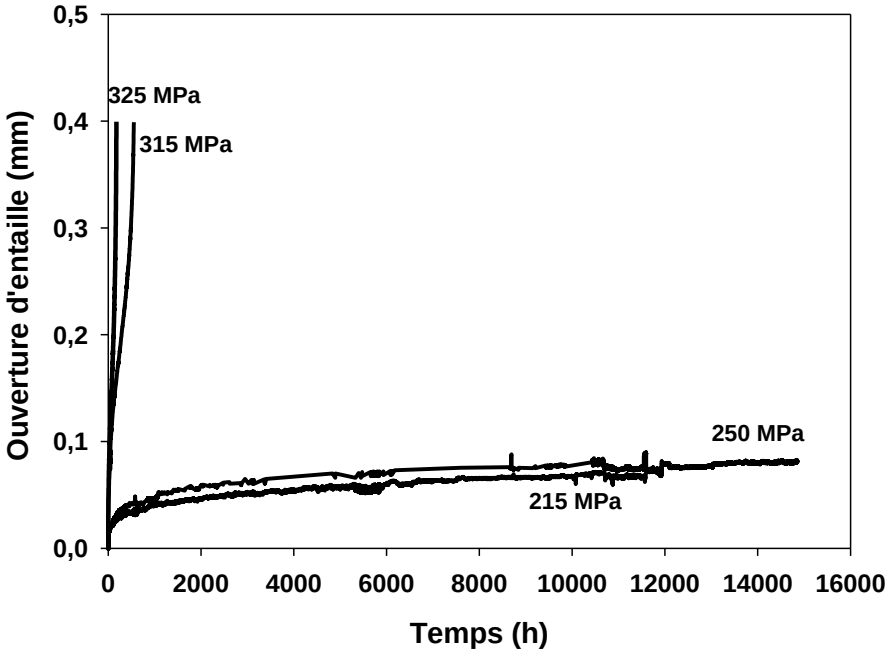


Figure 4-70 : courbes de fluage à 550 °C des essais sur éprouvettes entaillées en zone fondue. Les contraintes indiquées sont des contraintes nettes.

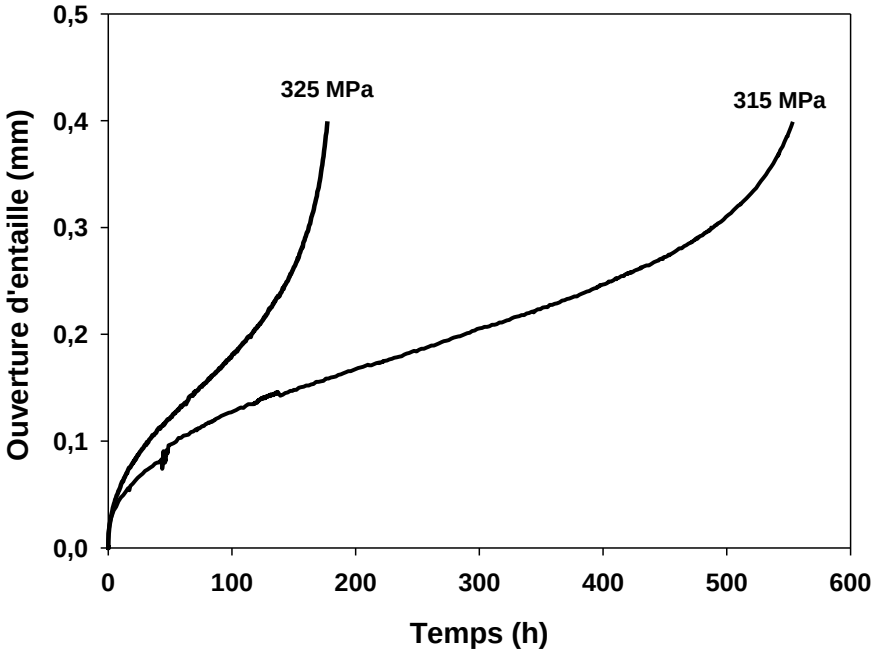


Figure 4-71 : courbes de fluage à 550 °C des essais court-terme sur éprouvettes entaillées en zone fondue. Les contraintes indiquées sont des contraintes nettes.

Contrainte nette (MPa)	Contrainte de von Mises visée (MPa)	Contraintes de von Mises recalculées (MPa)	Temps à rupture (h)
215	205	198	> 11567
250	240	232	> 14855
315	302	295	624
325	312	307	233

Tableau 4-15 : bilan des essais de fluage à 550 °C sur éprouvettes entaillées en zone fondue.

Les résultats des essais de fluage sur éprouvettes entaillées en zone fondue sont comparés aux résultats des essais de l'étude sur éprouvettes prélevées dans le métal de base et sur éprouvettes lisses prélevées travers joint. Les données sont comparées en termes de contrainte nette et en termes de contrainte de von Mises (recalculée), respectivement sur la Figure 4-72 et sur la Figure 4-73.

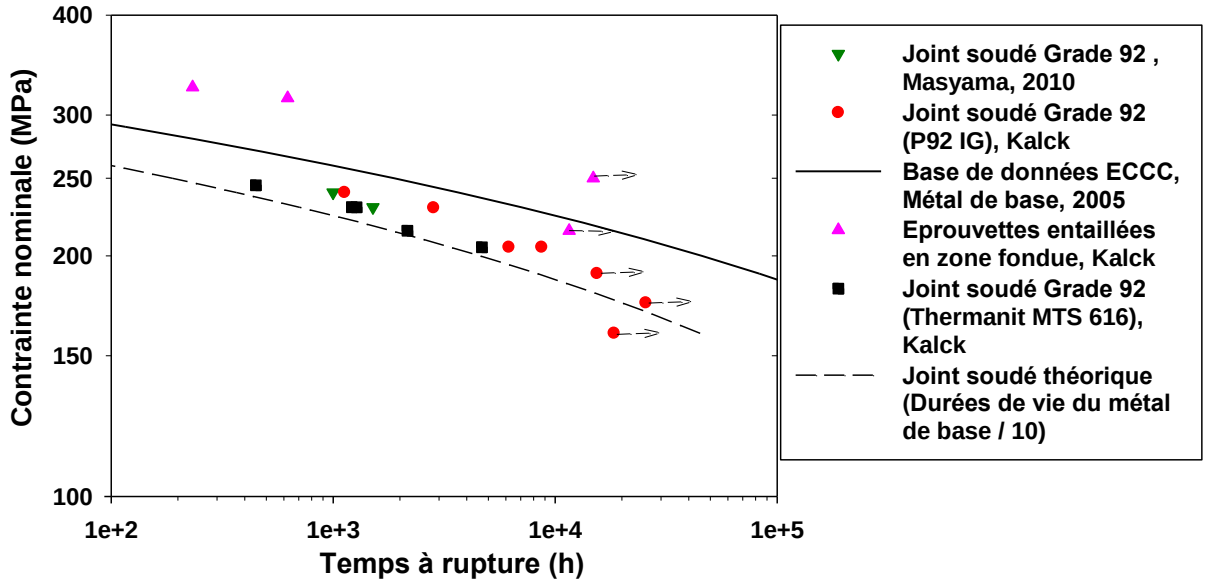


Figure 4-72 : courbes contrainte nette / temps à rupture : comparaison entre la zone fondue, le joint complet et le métal de base.

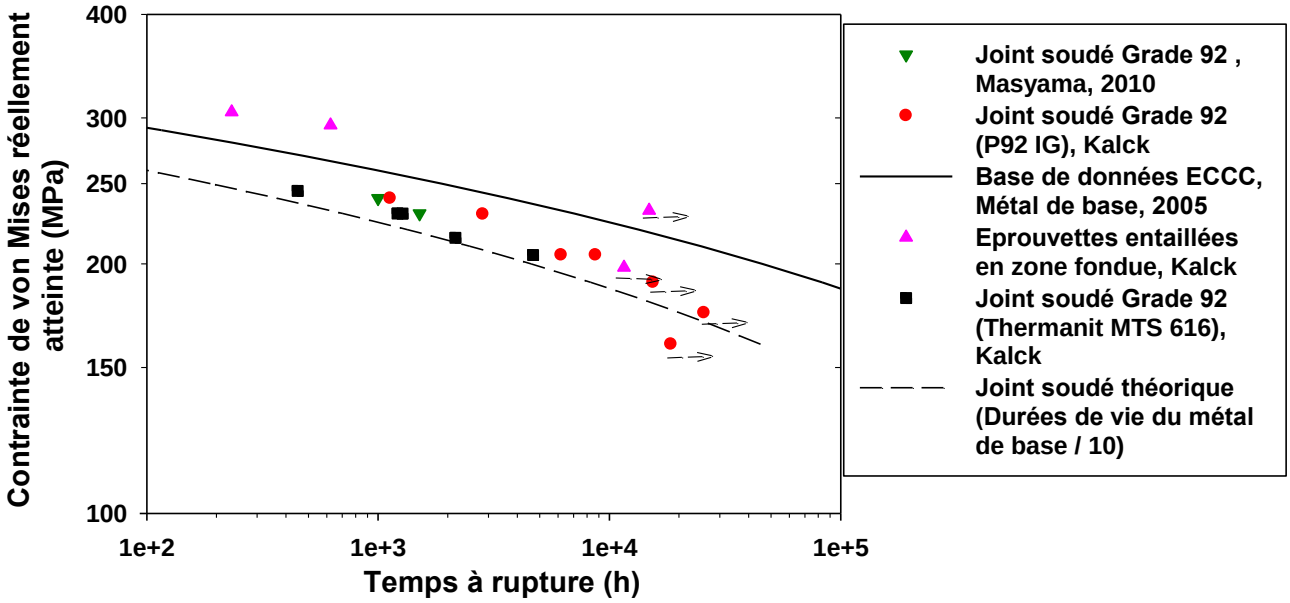


Figure 4-73 : courbes contrainte de von Mises (recalculées pour les éprouvettes entaillées) / temps à rupture : comparaison entre la zone fondue, le joint complet et le métal de base.

Les données de la Figure 4-72 indiquent que la zone fondue est très résistante au fluage à 550 °C. Les deux éprouvettes rompues (contraintes nettes de 315 MPa et 325 MPa) ont des durées de vie environ 11 fois supérieures aux données extrapolées à partir des essais sur métal de base pour des contraintes de von Mises similaires. L'éprouvette non rompue sollicitée à 250 MPa présente une durée de vie environ deux fois supérieure à celle du métal de base. L'essai a été interrompu en cours de fluage secondaire.

4.3.3 Conclusions

Les essais de fluage réalisés à 550 °C à des forts niveaux de contraintes sur les éprouvettes entaillées en zone fondue indiquent que la zone fondue présente des durées de vie 11 fois supérieures aux durées de vie du métal de base. Cette zone est donc nettement plus résistante en fluage à 550 °C par rapport au métal de base. Ce résultat est cohérent avec la dureté élevée et la résistance élevée à la traction (à 20 et 550°C) de la zone fondue mis en évidence dans les chapitres 3.2.1 et 4.2.1.

Les études menées sur des joints soudées en acier Grade 91 n'ont pas mis en avant une telle différence. A 625 °C, Gaffard [Gaffard, 2005] a constaté que la résistance au fluage de la zone fondue est proche de celle du métal de base. Le joint soudé de l'étude de Vivier [Vivier, 2007] rompt en fluage à 550 °C dans la zone fondue.

Ainsi, pour évaluer la tenue en fluage des assemblages soudés, il est essentiel de tenir compte de l'ensemble (matériau, procédé de soudage, température d'essai, géométrie…).

4.3.4 Comportement de la zone fondue

Pour modéliser le comportement en fluage du joint soudé, un modèle isotrope de von Mises a été choisi pour chaque zone modélisée. Il est donc important d'évaluer la pertinence du modèle pour la zone fondue, du fait de l'hétérogénéité microstructurale de celle-ci.

Pour rappel, la microstructure de la zone fondue est constituée à la fois d'anciens grains austénitiques de forme colonnaire, dont la croissance est liée au gradient thermique imposé par les conditions de soudage, et également d'anciens grains austénitiques équiaxes, issus de la recristallisation lors de l'application des passes consécutives.

Hyde et al. [Hyde et al., 2003] ont réalisé des essais de traction et de fluage uniaxial sur des éprouvettes prélevées dans le sens longitudinal et dans le sens transverse de la zone fondue d'un acier Grade 91. Les résultats de ces essais révèlent une anisotropie de comportement de la zone fondue.

Naumenko et Altenbach [Naumenko et Altenbach, 2005] ont établi un modèle phénoménologique de comportement anisotrope de la zone fondue. Les auteurs expliquent que le comportement macroscopique inélastique de la zone fondue est lié à la répartition spatiale de ces grains respectivement fins et plus gros. Ces microstructures présentent des comportements en fluage différents. Les auteurs ont, dans un premier temps, étudié la redistribution des contraintes et l'évolution de l'endommagement dans la zone fondue en utilisant un modèle de comportement uniaxial sur une structure de la zone fondue constituée de deux zones, l'une faite de grains fins, l'autre de gros grains, et de comportements en fluage différents. Leurs résultats indiquent que la redistribution des contraintes entre ces deux zones joue un rôle important sur le comportement résultant. Dans un deuxième temps, afin de prendre en compte les effets de structure, ils ont utilisé un modèle de comportement tenant compte de l'état de contraintes multiaxial de la zone fondue, lié à cette répartition spatiale.

Au cours de cette présente étude, l'anisotropie de comportement en traction et en fluage a été évaluée.

Les strictions et les faciès de rupture des éprouvettes entaillées rompues en fluage en régime de hautes contraintes ont été observés afin de détecter une anisotropie de déformation. Les faciès sont de forme circulaire. Ce constat suggère une isotropie de comportement pour des conditions des contraintes élevées et de grandes déformations.

D'autres indicateurs ont été utilisés pour évaluer l'anisotropie de comportement de la zone fondue pendant la déformation plastique.

Un coefficient d'anisotropie a été estimé dans chaque zone de joint soudé de l'éprouvette sollicitée en traction à 20°C. Ce coefficient correspond ici à la valeur absolue du rapport de la déformation dans la largeur de l'éprouvette ε_{11} par la déformation axiale ε_{22}.

La valeur de ce coefficient pour chaque zone et à une contrainte de 660 MPa, un peu avant la contrainte maximale, est présentée sur le graphique de la Figure 4-74. Pour chaque zone sont également indiquées les valeurs maximales et minimales afin d'évaluer les incertitudes apportées par la mesure.

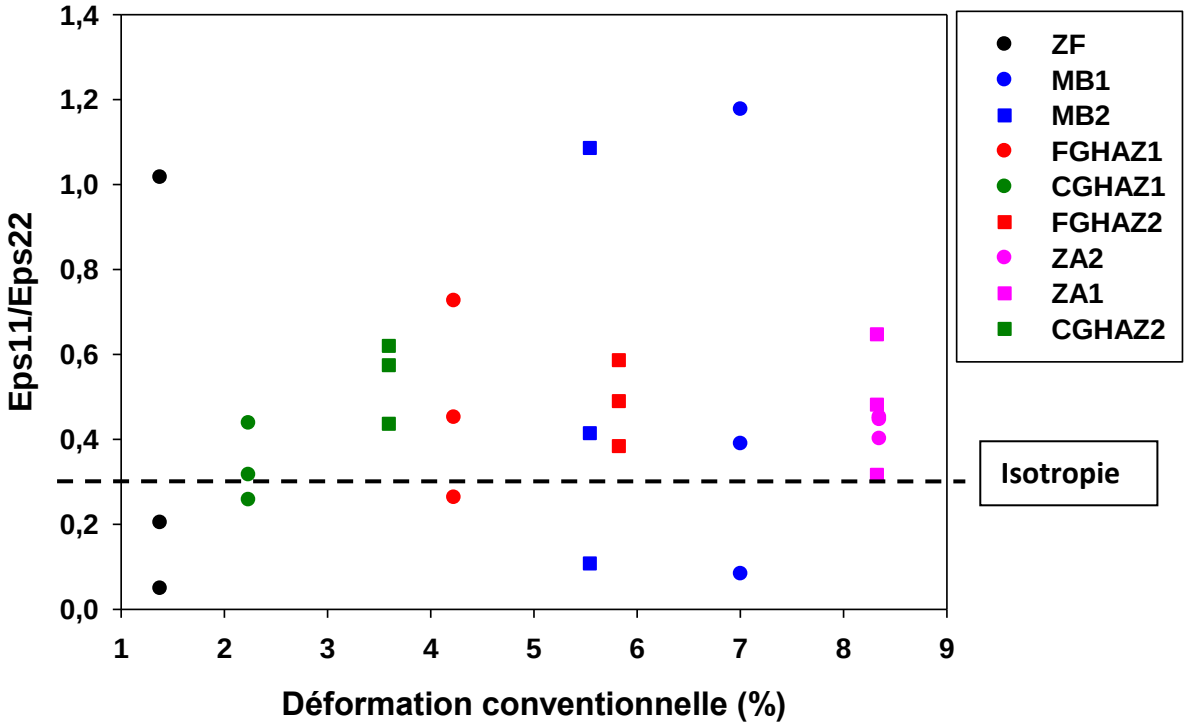


Figure 4-74 : évolution du coefficient d'anisotropie en fonction de la déformation conventionnelle, pour chaque zone du joint soudé de l'éprouvette sollicitée en traction à 20°C.

A ce niveau de contrainte, les coefficients d'anisotropie ont une valeur moyenne proche de 0,5, ce qui correspond à la valeur attendue pour un matériau isotrope et au cours d'une déformation plastique.

La valeur moyenne du coefficient en zone fondue est plus élevée, d'environ -0,2. Néanmoins, cette valeur est à relativiser compte-tenu des incertitudes liées à la mesure.

L'anisotrope du comportement en traction de la zone fondue n'est pas décelée dans cette étude. Les analyses ont été faites sur des éprouvettes sollicitées à des vitesses de déformation élevées. Au cours de tels essais, la déformation de la zone fondue est faible. Des examens de la zone fondue sollicitée à des vitesses de déformation plus faibles ou à des niveaux de chargement en fluage plus bas, doivent être réalisés afin d'évaluer l'anisotropie dans ces conditions particulières.

4.3.5 Modélisation du comportement en fluage de la zone fondue

L'objectif de cette partie est de déterminer le comportement en fluage à 550 °C de la zone fondue du joint soudé en acier Grade 92. Ce modèle sera ensuite utilisé pour réaliser des simulations par éléments finis du comportement en fluage du joint soudé complet.

4.3.5.1 Modèle de comportement en fluage

Le modèle utilisé est identique au modèle de comportement déterminé pour le métal de base et présenté précédemment dans le paragraphe 2.4.1. Les paramètres du modèle de comportement de la zone fondue sont optimisés à l'aide des courbes de fluage expérimentales provenant des essais sur éprouvettes entaillées en zone fondue. Seuls les deux essais terminés ont été exploités pour réaliser l'optimisation. Les deux autres essais ont néanmoins été simulés car ils sont plus représentatifs (en termes de contraintes) des essais réalisés sur joint complet.

4.3.5.2 Procédure de calculs par éléments finis

Le modèle a été implémenté dans le logiciel de calculs par éléments finis ZeBuLon (Besson and Foerch, 1997).

Les caractéristiques du maillage sont identiques à celles du maillage utilisé pour le dimensionnement des éprouvettes entaillées et décrites dans le chapitre 4.1.1. La taille de maille est considérée comme suffisamment fine pour décrire précisément les champs de contrainte et de déformation, sans sensibilité au maillage.

Les éprouvettes sont axisymétriques et le matériau est considéré comme homogène et isotrope. Comme cela a été évoqué précédemment, les faciès des éprouvettes de fluage entaillées ont été observés. Ceux-ci sont de forme circulaire, ce qui justifie cette hypothèse d'isotropie du comportement du matériau. La simulation et l'optimisation ont été réalisées sur un modèle en 2 dimensions incluant les conditions de symétrie.

Le modèle par éléments finis de l'éprouvette entaillée en zone fondue est rappelé sur la Figure 4-75.

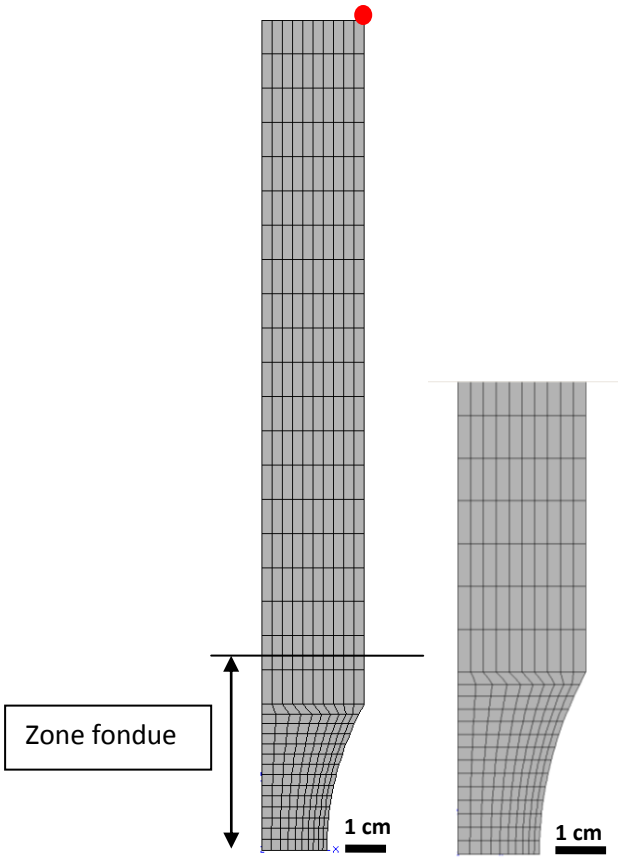


Figure 4-75 : modèle éléments finis de l'éprouvette entaillée en zone fondue. A droite, vue rapprochée de la zone proche de l'entaille.

La force a été appliquée au nœud situé sur la face supérieure de l'éprouvette et à l'extrémité (point rouge). Le modèle impose à tous les nœuds de la face supérieure un déplacement identique à celui auquel la force est appliquée.

4.3.5.3 Identification des paramètres des équations constitutives

Les paramètres du modèle ont été identifiés par comparaison avec les courbes de fluage expérimentales des essais sur éprouvettes entaillées en zone fondue. Pour la procédure d'optimisation, la pré-charge en fluage des courbes simulées a été retirée.

Ne disposant que de deux essais menés à rupture, pour un grand nombre de paramètres à optimiser, nous considérons que le mécanisme de déformation en fluage à 550 °C est identique à celui intervenant pour le métal de base. Ainsi, la valeur de n est conservée et est imposée à 13,75.

Les paramètres à optimiser sont donc Q_{Hs} , K_{Hs} et b.

Les paramètres du modèle finalement obtenus sont présentés dans le Tableau 4-16.

Propriétés élastiques	E (GPa)	130
	ν	0,3
Ecrouissage viscoplastique	R_{0Hs}(MPa)	0,001
	Q_{Hs}(MPa)	176
	b	288
Ecoulement viscoplastique	$K_{Hs}(h^{-1})$	6,19. 10^{-3}
	n_{Hs}	13,75
	σ_{Hs} (MPa)	150

Tableau 4-16 : paramètres du modèle de comportement en fluage à 550 °C de la zone fondue du joint soudé en acier Grade 92.

4.3.5.4 Résultats des simulations

Les résultats des simulations sont comparés aux courbes de fluage expérimentales sur éprouvette entaillée en zone fondue (Figure 4-76 à Figure 4-79).

Pour le premier essai long-terme, à 250 MPa (Figure 4-76), le stade primaire est bien décrit. Pour le second essai long-terme (Figure 4-77), on constate que le stade primaire sature un peu plus tard. Néanmoins, il est difficile de conclure quant à la qualité du modèle, à partir de ces essais non terminés.

Les courbes des deux essais de fluage très court terme, dont les éprouvettes ont été sollicitées à des niveaux de contrainte nette relativement élevés (315 MPa et 325 MPa) (Figure 4-78 et Figure 4-79), sont correctement décrites par les simulations. Les stades primaires et secondaires des deux essais sont bien représentés. Les vitesses de fluage secondaire sont comparables. Les temps à rupture sont néanmoins sous-estimés. Ce constat est lié à un compromis fait au préalable concernant les paramètres du modèle et son aptitude à représenter l'écoulement ou le temps à rupture. Il a été choisi de représenter correctement l'écoulement en fluage au détriment du temps à rupture, puisque les éprouvettes en joint soudé n'ont pas présenté d'instabilité viscoplastique au niveau de la zone fondue.

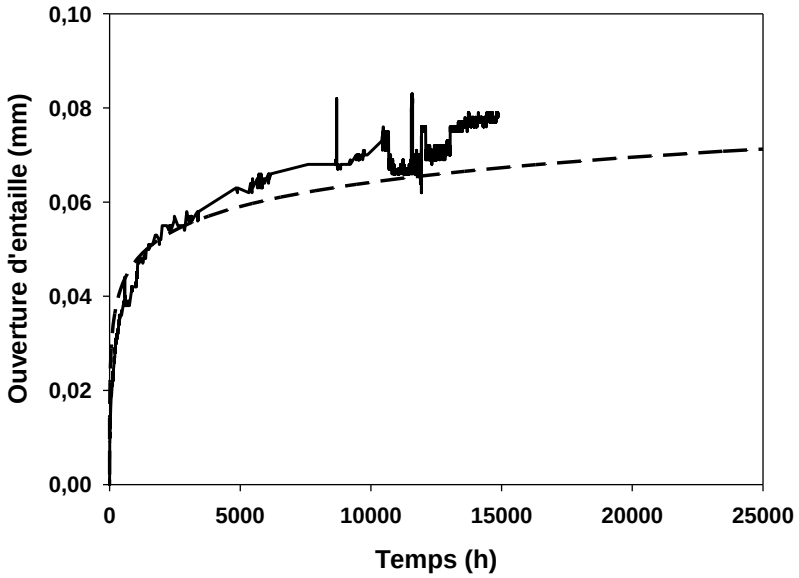


Figure 4-76 : courbe de fluage expérimentale (en trait plein) et courbe simulée (en pointillée) de l'essai à 250 MPa.

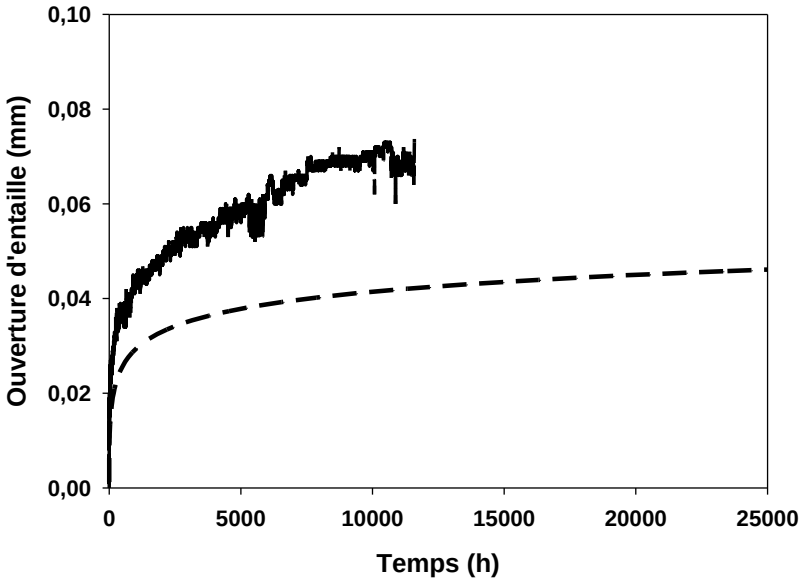


Figure 4-77 : courbe de fluage expérimentale (en trait plein) et courbe simulée (en pointillée) de l'essai à 215 MPa.

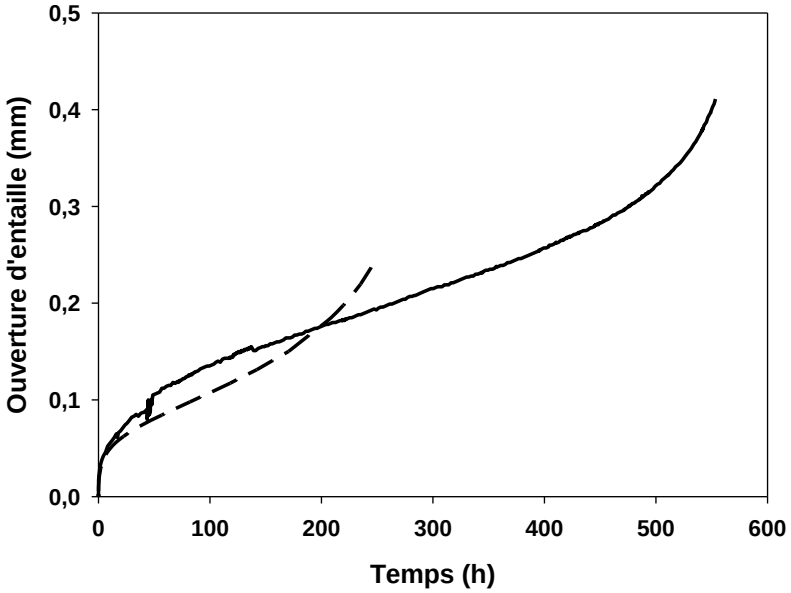


Figure 4-78 : courbe de fluage expérimentale (en trait plein) et courbe simulée (en pointillée) de l'essai à 315 MPa.

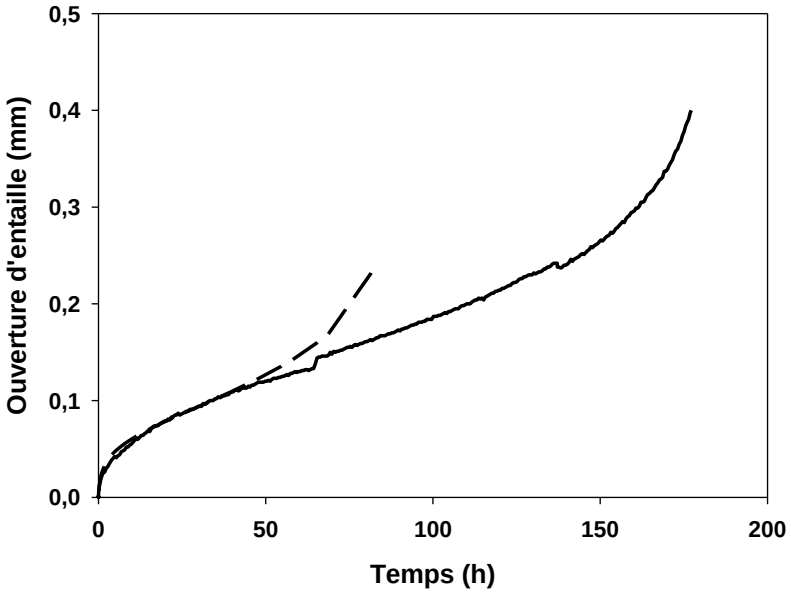


Figure 4-79 : courbe de fluage expérimentale (en trait plein) et courbe simulée (en pointillée) de l'essai à 325 MPa.

La Figure 4-80 compare les durées de vie des éprouvettes réelles avec la prédiction du modèle. Aux niveaux de contraintes élevés, les temps à rupture sont sous-estimés d'un facteur 3. A plus long terme, il est impossible de conclure sur les durées de vie prédites par le modèle.

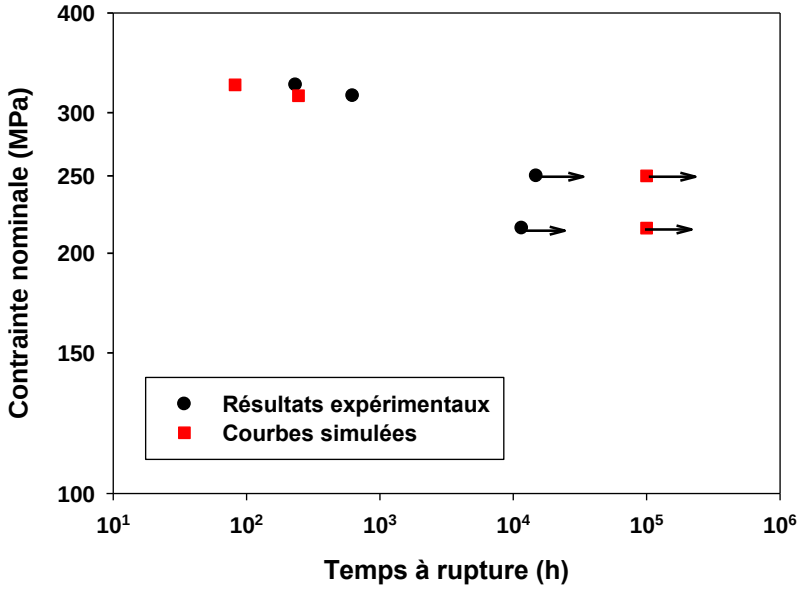


Figure 4-80 : données de fluage sur éprouvettes entaillées en zone fondue, comparées aux valeurs simulées.

La répartition des déformations viscoplastiques cumulées, ainsi que les champs de contraintes axiales et de von Mises dans l'éprouvette entaillée sollicitée avec la contrainte la plus élevée (325 MPa), sont présentées respectivement sur la Figure 4-81, la Figure 4-82 et la Figure 4-83. Les cartographies sont obtenues en milieu du stade secondaire de l'essai, à 57h.

D'après la Figure 4-81, on constate que les déformations viscoplastiques sont localisées au sein de la zone entaillée. En particulier, elles se concentrent au centre de l'éprouvette, au niveau de la section minimale.

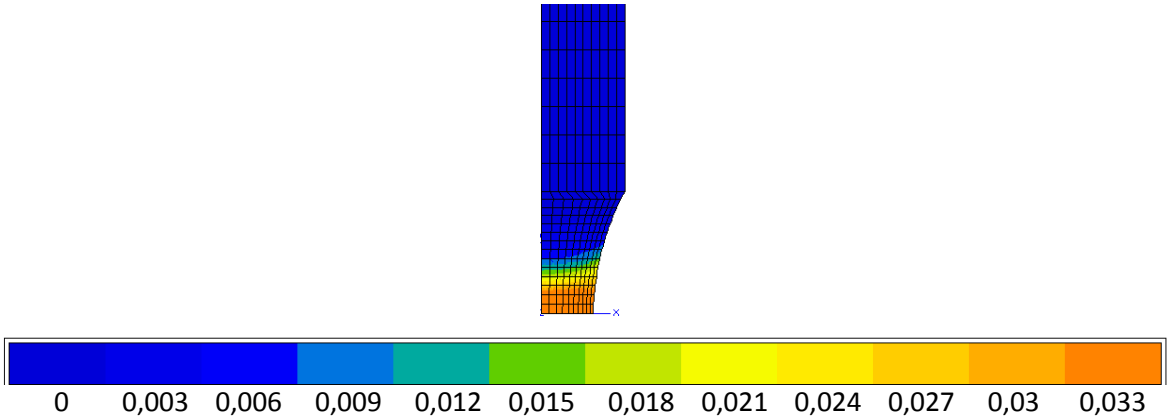


Figure 4-81 : répartition des déformations viscoplastiques cumulées dans l'éprouvette entaillée sollicitée à 325 MPa, à 47 h d'essai.

Les contraintes axiales se répartissent au niveau de la section entaillée et sont maximales au niveau de l'axe de l'éprouvette. Elles atteignent des valeurs proches de 400 MPa.

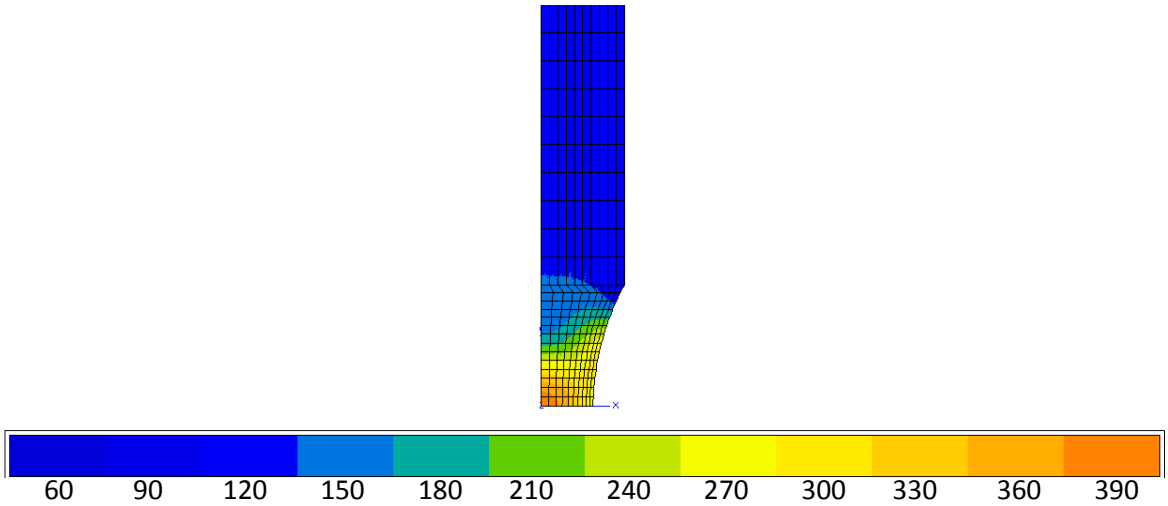


Figure 4-82 : champs de contraintes axiales dans l'éprouvette entaillée sollicitée à 325 MPa, à 40h d'essai.

Les contraintes de von Mises sont constantes près de la section minimale de l'entaille. Les valeurs atteintes sont de l'ordre de 285 MPa.

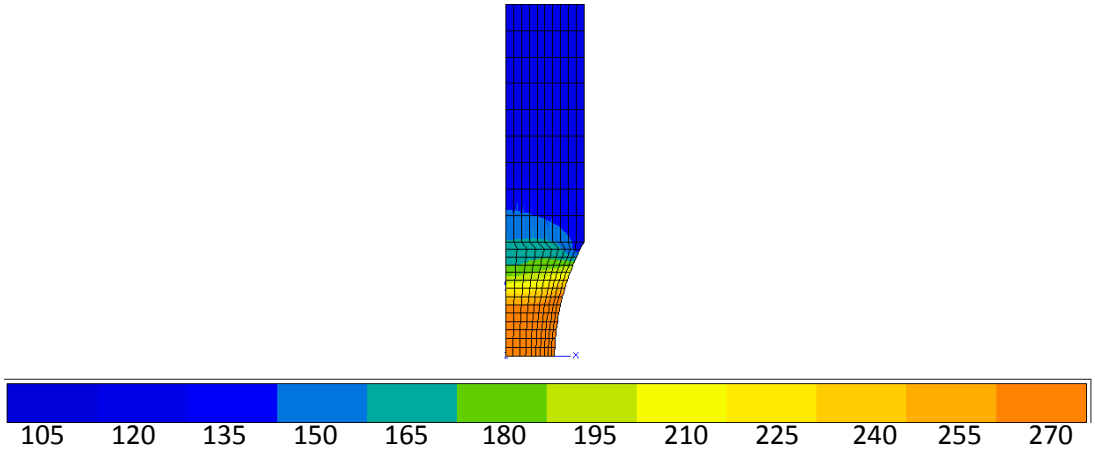


Figure 4-83 : champs de contraintes de von Mises dans l'éprouvette entaillée sollicitée à 325 MPa, à 40h d'essai.

La Figure 4-84 présente une cartographie de répartition du taux de triaxialité des contraintes dans l'éprouvette entaillée en zone fondue sollicitée à 325 MPa, en fin de stade secondaire. La Figure 4-85 présente l'évolution du taux de triaxialité des contraintes le long du demi-axe de l'ensemble des éprouvettes entaillées en zone fondue.

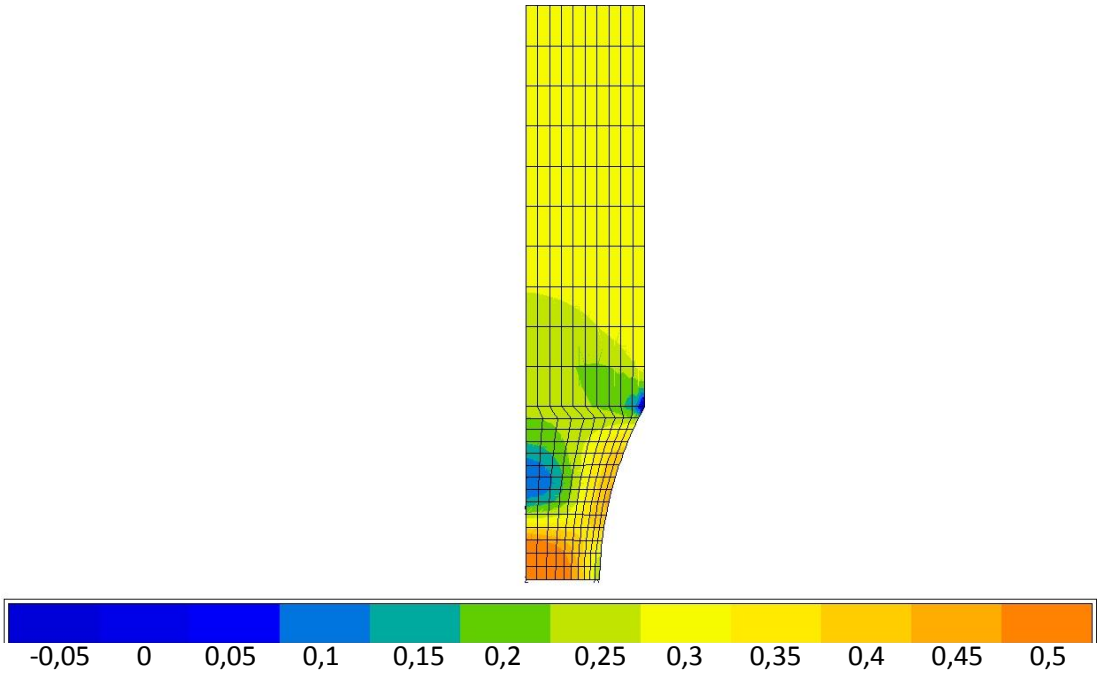


Figure 4-84 : répartition du taux de triaxialité des contraintes en fin de stade secondaire, dans l'éprouvette entaillée en zone fondue sollicitée à 325 MPa.

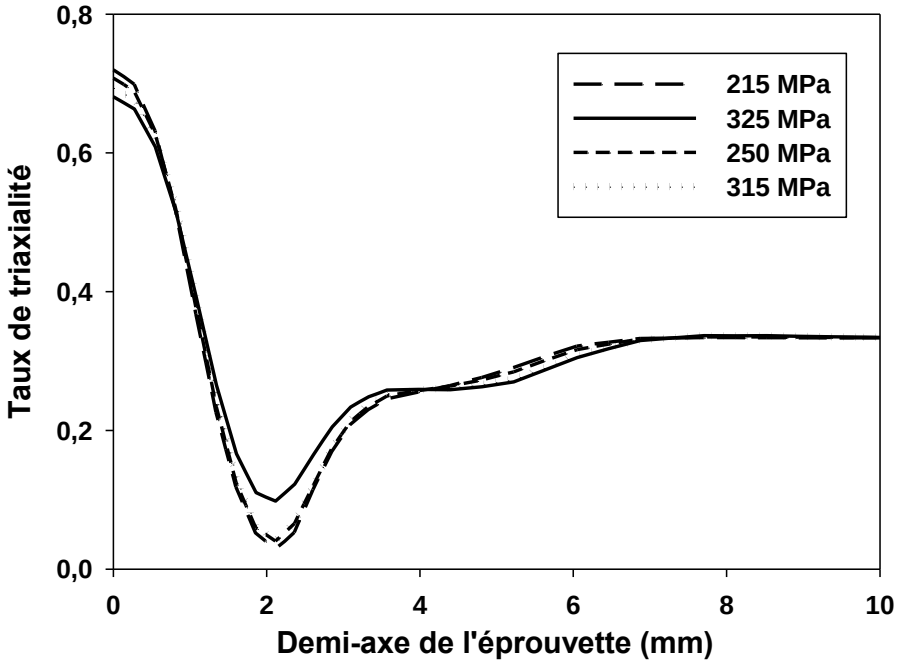


Figure 4-85 : évolution du taux de triaxialité le long de l'axe de l'ensemble des éprouvettes entaillées en zone fondue, en fin de secondaire.

En fin de stade secondaire, pour chaque essai, le taux de triaxialité est maximal au niveau de l'axe dans la section minimale de l'entaille. La valeur atteinte est proche de 0,7.

4.3.5.5 Conclusion

Le modèle de comportement en fluage introduit dans la partie I est utilisé et ses paramètres ont été optimisés pour décrire le comportement en fluage de la zone fondue. Les résultats d'essais sur éprouvettes entaillées en zone fondue ont été utilisés pour réaliser l'optimisation.

Les simulations décrivent le comportement en fluage de la zone fondue de manière satisfaisante même si les durées de vie prédites par la simulation sont sous-estimées aux niveaux de contraintes étudiés.

4.4 Etude du comportement en fluage de la zone adoucie

Les géométries d'éprouvettes sont les mêmes pour les deux matériaux testés (zone adoucie réelle et microstructure de synthèse). Le dimensionnement des essais ainsi que les géométries des éprouvettes sont présentés dans le paragraphe 4.1. Les calculs préliminaires ont également permis de s'assurer que la zone déformée viscoplastiquement restait confinée entre les lèvres de l'entaille.

4.4.1 Résultats des essais de fluage sur éprouvette entaillée en zone adoucie réelle

Plusieurs essais de fluage ont été effectués, à des niveaux de contrainte nette variant de 335 à 390 MPa, ce qui correspond à des niveaux de contraintes de von Mises dans la section de l'entaille variant de 205 à 240 MPa, calculés avec le modèle de comportement de Panait, [Panait, 2010] (Partie 4.1.6). Les contraintes réellement atteintes ont été recalculées avec le modèle établi. Le Tableau 4-17 récapitule l'ensemble des essais de fluage menés sur éprouvettes entaillées en zone adoucie. Les contraintes réelles atteintes au niveau de l'entaille ont ensuite été recalculées.

L'évolution de l'ouverture de l'entaille en fonction du temps est présentée pour chaque essai sur la Figure 4-86.

Contrainte macroscopique (MPa)	Contrainte de von Mises visée (MPa) (loi de fluage de Panait [Panait, 2010])	Temps à rupture (h)
335	205	6186
350	215	2357
390	240	510
390	240	760

Tableau 4-17 : bilan des essais de fluage à 550 °C sur éprouvettes entaillées en zone adoucie réelle.

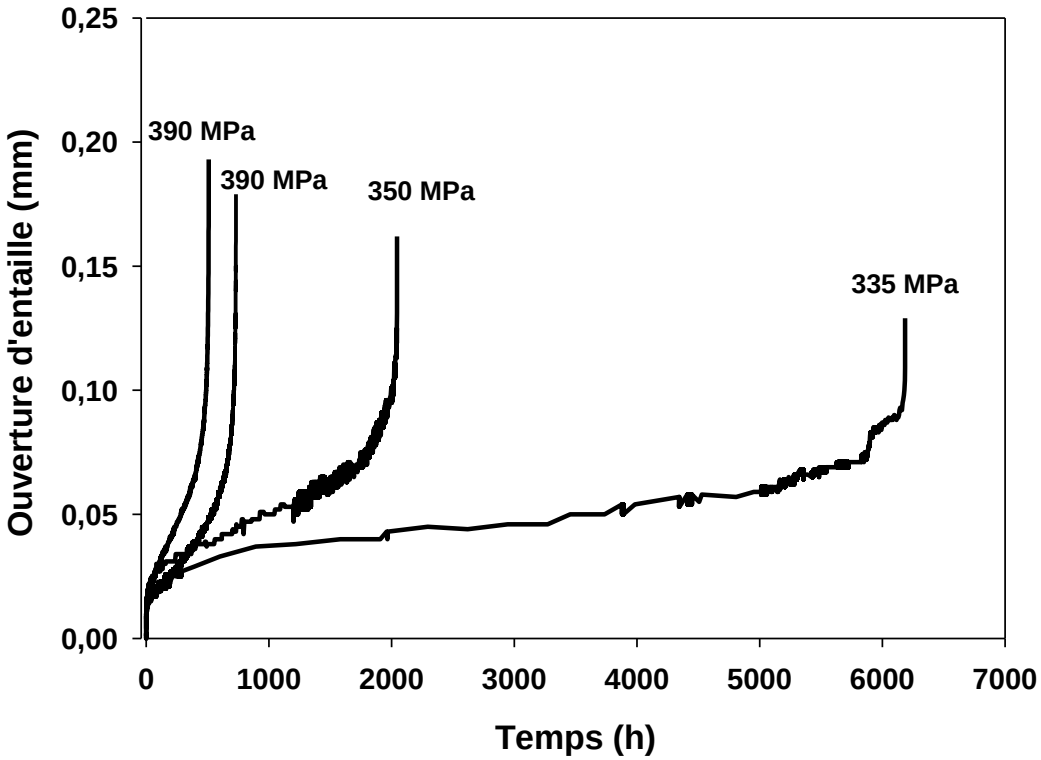


Figure 4-86 : courbes de fluage à 550 °C sur éprouvettes entaillées en zone adoucie réelle.

D'après ces courbes de fluage, le stade secondaire représente une fraction importante de la durée de l'essai. Ce constat est illustré sur la Figure 4-87, où sont tracées les évolutions des vitesses d'ouverture d'entaille en fonction du temps, pour chaque essai. La courbe de l'essai à 335 MPa présente un défaut d'acquisition.

Le stade tertiaire est relativement court, en particulier pour l'essai le plus long. Aucune fissuration intergranulaire n'a été détectée sur ce dernier.

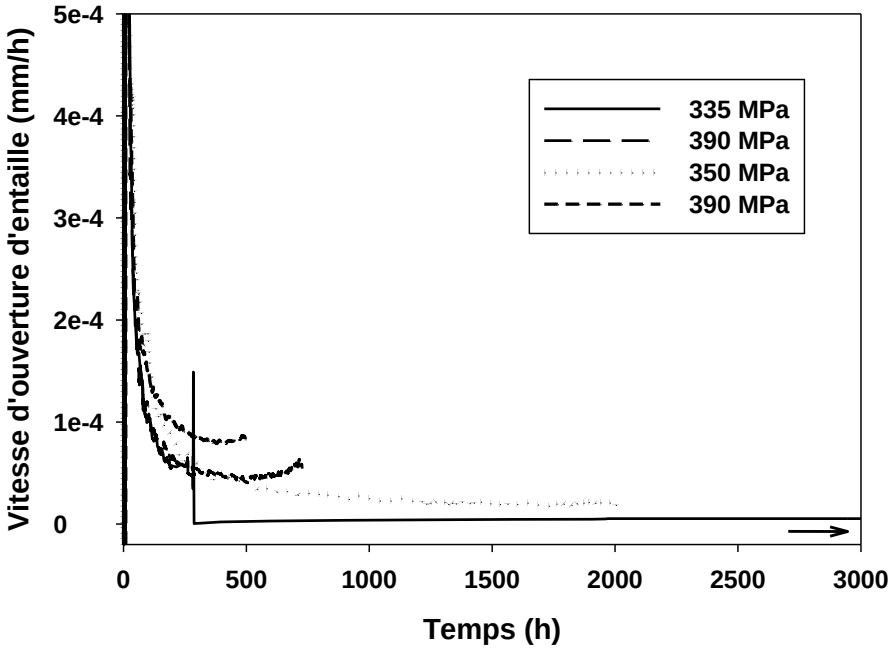
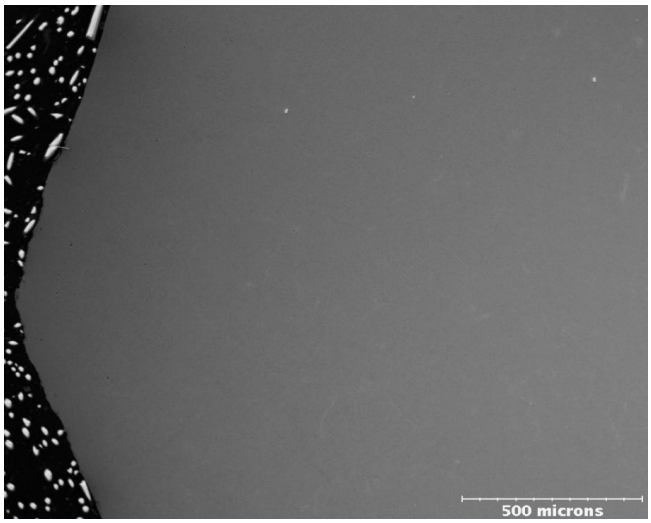


Figure 4-87 : évolution de la vitesse d'ouverture d'entaille en fonction du temps pour l'ensemble des éprouvettes entaillées en zone adoucies.

4.4.1.1 Expertise des éprouvettes

La Figure 4-88 présente une coupe longitudinale observée au MEB de l'éprouvette sollicitée au plus bas niveau de contrainte nette, 335 MPa, pendant plus de 6000h.

a)



b)

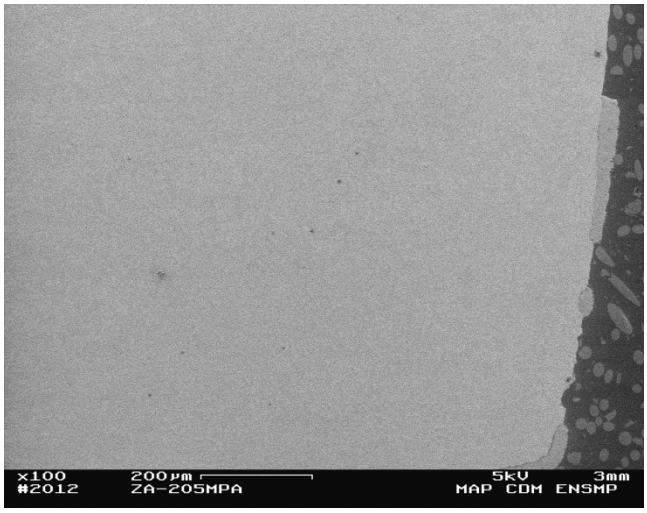


Figure 4-88 : micrographies réalisées au MEB d'une coupe longitudinale de l'éprouvette de fluage entaillée en zone adoucie, sollicitée sous une contrainte nette de 335 MPa (6186 h).

Les observations, faites jusqu'à un grandissement de 500, ne révèlent pas la présence d'endommagement. Seules quelques cavités sont observables au sein de la zone entaillée, près du faciès de rupture (Figure 4-88 b)). La présence de l'entaille n'a donc pas accéléré suffisamment l'endommagement pour faire apparaître les mécanismes attendus lors de la rupture à long-terme (cavités aux joints), du moins à fortes contraintes. Le fait que le stade tertiaire soit aussi court sur cette éprouvette pourrait provenir d'une forte instabilité viscoplastique ou d'une fissuration interne non détectée en coupe. Ce point reste cependant à vérifier. L'épaisseur de la couche d'oxyde au niveau du faciès a rendu difficile cet examen.

4.4.1.2 Résultats des essais de fluage sur éprouvettes en microstructure de la zone adoucie simulée

Les essais de fluage ont été réalisés sous des contraintes nettes choisies entre 335 MPa et 390 MPa, ce qui correspond à des contraintes de von Mises visées, dans la section entaillée, de 205 à 240 MPa, calculées avec la loi de Panait [Panait, 2010].

Contrainte macroscopique (MPa)	Contrainte de von Mises visée (MPa)	Temps à rupture (h)
335	205	6885 (interrompu)
350	215	6206 (interrompu)
350	215	5014 (interrompu)
375	230	910
390	240	760

Tableau 4-18 : bilan des essais de fluage à 550 °C sur éprouvettes entaillées en microstructure de synthèse.

Les trois essais à plus basses contraintes ont été interrompus. Ces essais étaient au stade secondaire de fluage et n'auraient pas donné lieu à rupture dans le temps imparti. Ils sont exploités en termes d'écoulement viscoplastique.

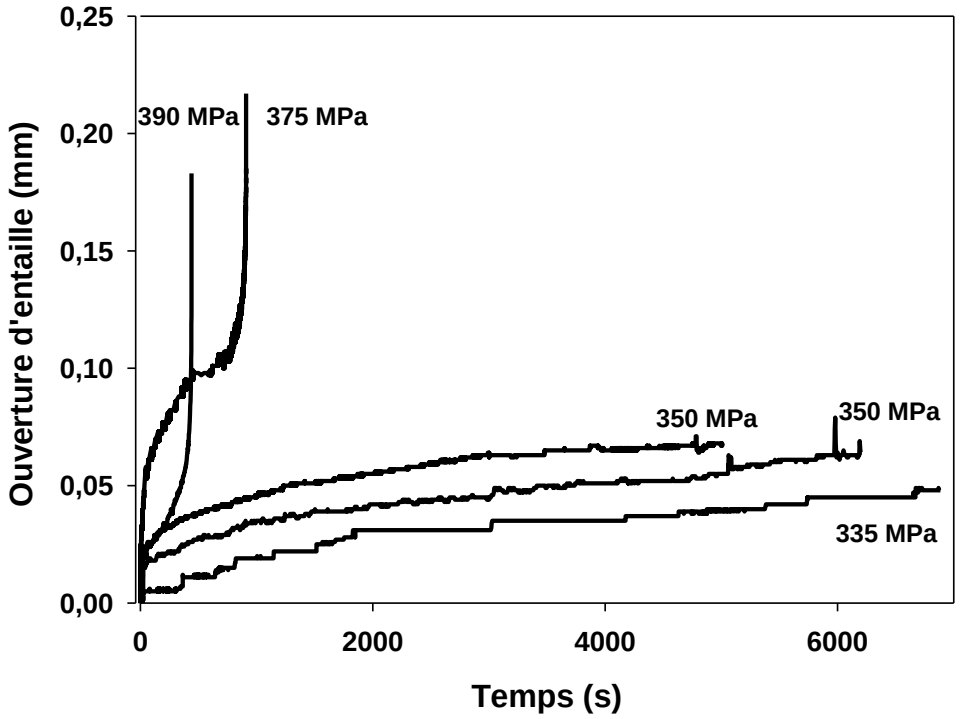


Figure 4-89 : courbes des essais de fluage à 550 °C sur des éprouvettes entaillées en microstructure de synthèse.

Le début de la courbe de l'essai à 390 MPa n'a pas pu être relevé en raison d'un problème d'extensométrie. La courbe est donc artificiellement au-dessous de celle à 375 MPa.

4.4.2 Comparaison des résultats en fluage sur la zone adoucie réelle, sur la zone adoucie simulée et sur le joint complet

Les données de fluage à 550 °C sur les éprouvettes entaillées en zone adoucie réelle et simulée, sont comparées aux données des essais sur joints soudés, en contraintes nominales et en contraintes de von Mises, respectivement sur la Figure 4-90 et la Figure 4-91. Les contraintes de von Mises correspondent aux valeurs recalculées à partir du modèle présenté dans la partie suivante.

L'évolution des contraintes de von Mises et axiales le long de la section minimale de l'entaille calculées avec le modèle obtenu, est présentée en annexe 7.4.1.1. Ces profils sont comparés à ceux obtenus à l'aide de la loi de Panait [Panait, 2010] (Paragraphe 7.3).

Le Tableau 4-19 compare les valeurs des contraintes initiales visées et les valeurs recalculées.

Contraintes nominales (MPa)	Contraintes visées (MPa)	Contraintes recalculées (MPa)
335	205	204
350	215	213
390	240	235

Tableau 4-19 : contraintes de von Mises visées et contraintes recalculées.

Les contraintes de von Mises estimées à l'aide de la loi de fluage de Panait [Panait, 2010] sont proches des valeurs recalculées. Le dimensionnement est donc satisfaisant. Les valeurs de contraintes restent comparables à celles imposées au métal de base.

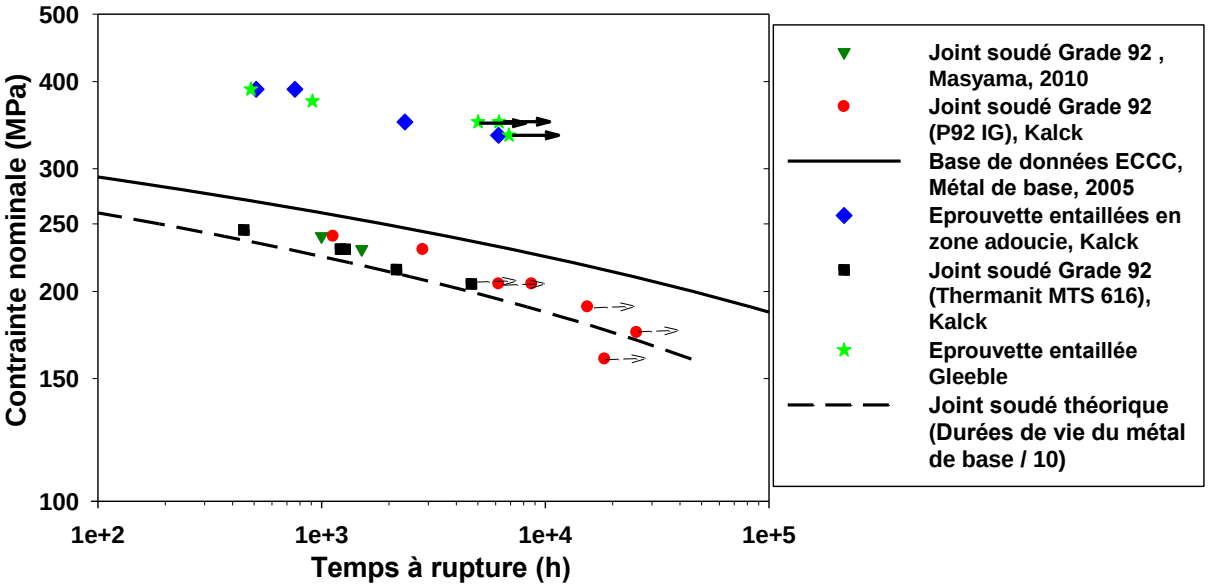


Figure 4-90 : courbes contrainte nette / temps à rupture pour la zone adoucie réelle, la zone adoucie de synthèse (« Gleeble »), le joint complet et le métal de base.

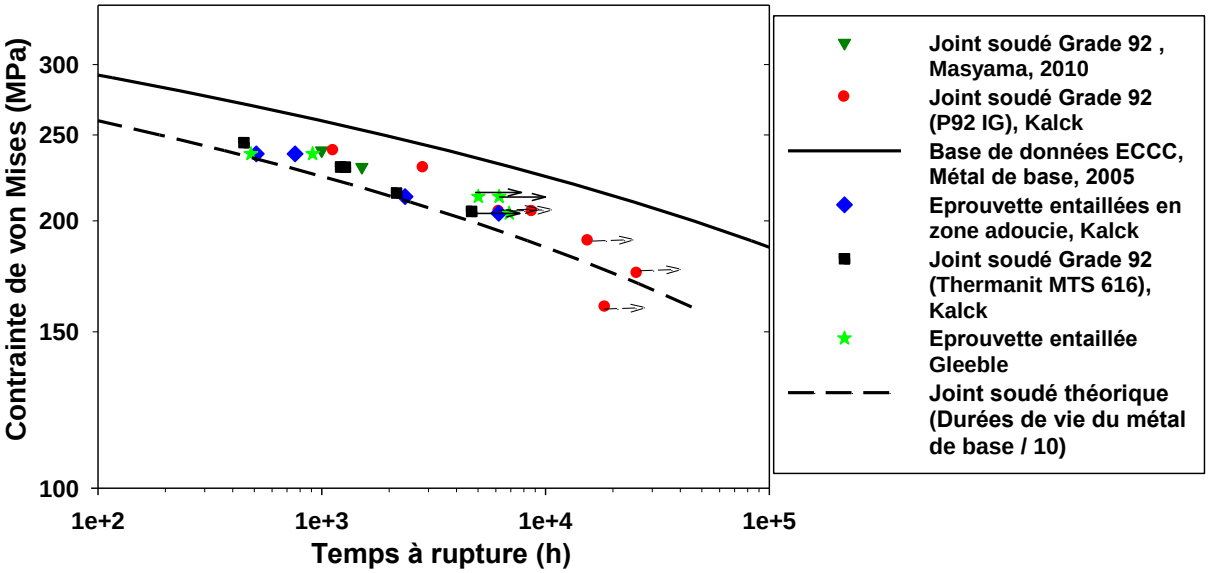


Figure 4-91 : courbes contrainte de von Mises (recalculée) / temps à rupture pour la zone adoucie réelle, la zone adoucie de synthèse (« Gleeble »), le joint complet et le métal de base.

A la plus forte contrainte de von Mises (240 MPa visée), les éprouvettes entaillées en zone adoucie ainsi que les éprouvettes en microstructure de synthèse, ont des durées de vie comparables aux éprouvettes prélevées dans le sens travers du joint soudé avec produit d'apport Thermanit. A ces niveaux de contraintes, le comportement en fluage du joint soudé semble gouverné par la zone adoucie réelle.

A 215 MPa, les temps à rupture du joint soudé et de l'éprouvette entaillée en zone adoucie sont proches. Néanmoins, les éprouvettes en microstructure de synthèse ont une durée de vie plus élevée. Les durées de vie des éprouvettes non rompues sont actuellement deux à trois fois supérieures au temps à rupture de l'éprouvette entaillée en zone adoucie réelle.

A 205 MPa, l'essai sur éprouvette travers joint sollicitée à 205 MPa a été interrompu au cours du stade secondaire. A ce niveau de contrainte, les éprouvettes entaillées en microstructure simulée sont nettement plus résistantes en fluage que les éprouvettes entaillées en zone adoucie.

En outre, le graphique de la Figure 4-91 confirme que les durées de vie en fluage des éprouvettes lisses travers joint et entaillées en zone adoucie réelle sont comparables en termes de contraintes de von Mises.

4.4.2.1 Conclusion

Ces résultats d'essais de fluage sur les deux types d'éprouvettes indiquent que la zone adoucie de synthèse est une bonne reproduction de la zone adoucie réelle pour des niveaux de contraintes élevés. Néanmoins, ce constat n'est pas valable pour des contraintes plus faibles, pour des durées de vie supérieures à 5000h ou 6000h. La démarche n'est pas conservative sur le long-terme dans le cas du joint soudé de l'étude, testé à 550 °C.

Deux phénomènes peuvent être à l'origine de cet écart. D'une part, cela peut être lié à une mauvaise reproduction de la microstructure de la zone adoucie, et en particulier à la température de détensionnement plus élevée qui a été employée pour satisfaire au critère de dureté après PWHT. D'autre part, la faible résistance de la zone adoucie peut être liée à un effet de structure. En effet, la zone adoucie réelle est confinée entre deux zones différentes (la zone fondue et le métal de base) présentant une meilleure tenue en fluage. Ce confinement modifie la répartition des contraintes et des déformations dans la structure. La zone adoucie de synthèse possède un volume plus important que la zone adoucie réelle et est confinée entre deux zones de même microstructure, celle du métal de base, moins résistantes que la zone fondue. La zone adoucie simulée est donc probablement moins confinée que la zone adoucie réelle.

Les examens métallurgiques et les mesures de dureté ont préalablement permis de supposer la représentativité de la zone adoucie simulée. Afin de confirmer cette représentativité, les distributions de tailles de sous-grains et les densités de dislocations vont être évaluées.

Des calculs par éléments finis sont réalisés afin d'étudier les effets de structure. Ils sont présentés dans la dernière partie de ce mémoire.

4.4.3 Modélisation du comportement en fluage de la zone adoucie.

L'objectif de cette partie est de déterminer un modèle de comportement en fluage à 550 °C de la zone adoucie. D'après ce qui précède, ces éprouvettes sont en effet considérées comme plus représentatives du joint soudé que celles en zone adoucie de synthèse. Ce modèle sera ensuite utilisé pour réaliser des simulations par éléments finis du comportement en fluage du joint soudé complet.

4.4.3.1 Equations constitutives

Le modèle utilisé pour réaliser les simulations et l'optimisation est le même que celui utilisé pour décrire le comportement en fluage du métal de base et présenté dans la partie 2.4.1. Les paramètres du modèle sont optimisés à l'aide des courbes expérimentales des essais de fluage sur des éprouvettes entaillées en zone adoucie réelle. Les résultats des simulations sont ensuite comparés aux courbes provenant des essais sur éprouvettes en microstructure de synthèse.

4.4.3.2 *Procédure de calcul par éléments finis*

Les caractéristiques du maillage sont proches de celles du maillage utilisé pour le dimensionnement et présentés dans le chapitre 4.1.1, à l'exception du nombre d'éléments. Afin d'accélérer la procédure d'optimisation, la taille de la tête d'éprouvette a été réduite. Le maillage comporte 1473 nœuds. La partie autour de l'entaille a en revanche été laissée telle quelle, avec un maillage suffisamment fin pour que les champs de contraintes est de déformation ne dépendent pas significativement de la taille de maille.

Les éprouvettes sont axisymétriques et le matériau est considéré comme homogène et isotrope. La simulation et l'optimisation ont été réalisées sur un modèle en 2 dimensions incluant les conditions de symétrie.

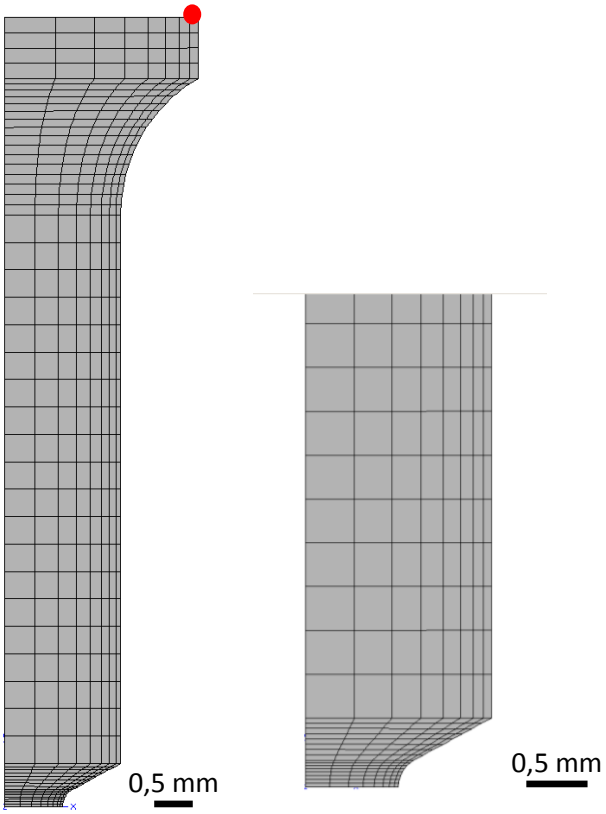


Figure 4-92 : modèle éléments finis de l'éprouvette entaillée en zone adoucie. A droite, vue rapprochée près de l'entaille.

La force a été appliquée au nœud situé sur la face supérieure de l'éprouvette et à l'extrémité (point rouge). Le modèle impose à tous les nœuds de la face supérieure un déplacement identique à celui auquel la force est appliquée.

Le déplacement est mesuré au niveau de ce nœud, qui correspond à la position de l'extensomètre réel.

4.4.3.3 *Procédure d'identification*

Les paramètres du modèle ont été identifiés par comparaison avec les courbes de fluage expérimentales des essais sur éprouvettes entaillées en zone adoucie. Pour la procédure d'optimisation, la pré-charge en fluage des courbes simulées a été soustraite.

Nous considérons que pour les niveaux de contrainte considérés, le mécanisme de déformation en fluage à 550 °C est identique à celui intervenant pour le métal de base. Ainsi, la valeur de n est imposée à 13, 75.

Les paramètres à optimiser sont Q_{Hs} , K_{Hs} et b

Les paramètres du modèle obtenus après l'optimisation, sont présentés dans le Tableau 4-20.

Propriétés élastiques	E (GPa)	150
	ν	0,3
Ecrouissage viscoplastique	R_{0Hs}(MPa)	0,001
	Q_{Hs}(MPa)	116
	b	425
Ecoulement viscoplastique	$K_{Hs}(h^{-1})$	$1{,}37.10^{-2}$
	n_{Hs}	13,75
	σ_{Hs} (MPa)	150

Tableau 4-20 : paramètres du modèle de comportement en fluage à 550 °C de la zone adoucie du joint soudé en acier Grade 92.

4.4.3.4 Résultats des simulations

Les résultats des simulations sont présentés sur les Figure 4-93 àFigure 4-99. Les simulations sont comparées aux courbes de fluage expérimentales des éprouvettes entaillées en zone adoucie et des éprouvettes entaillées en microstructures de synthèse.

Pour les trois essais de fluage simulés, le temps à rupture est sous-estimé. En particulier, l'essai à plus forte contrainte (390 MPa) est très court (50h).

La durée de vie de l'essai simulé à 350 MPa est plus courte d'un facteur deux par rapport à la durée de vie de l'éprouvette entaillée en zone adoucie, ce qui est acceptable au vue des incertitudes expérimentales. Les déformations au stade primaire sont inférieures à celles de l'essai sur éprouvette entaillée en zone adoucie. Ce stade primaire est comparable à l'un des essais sur éprouvette en microstructure de synthèse.

La courbe de la simulation sur éprouvette sollicitée à 335 MPa, présente une vitesse d'ouverture minimale comparable à l'essai sur éprouvette entaillée en zone adoucie et à l'éprouvette en microstructure de synthèse.

La sous-estimation systématique des durées de vie en fluage par le modèle est probablement liée à la valeur du paramètre du modèle *b*. La valeur élevée de ce coefficient est à l'origine de la saturation rapide de la courbe pendant le stade primaire, et donc de l'apparition prématurée du stade tertiaire.

Une valeur élevée de *b* a cependant été choisie afin de privilégier la représentation de la vitesse de fluage minimale au détriment du temps à rupture.

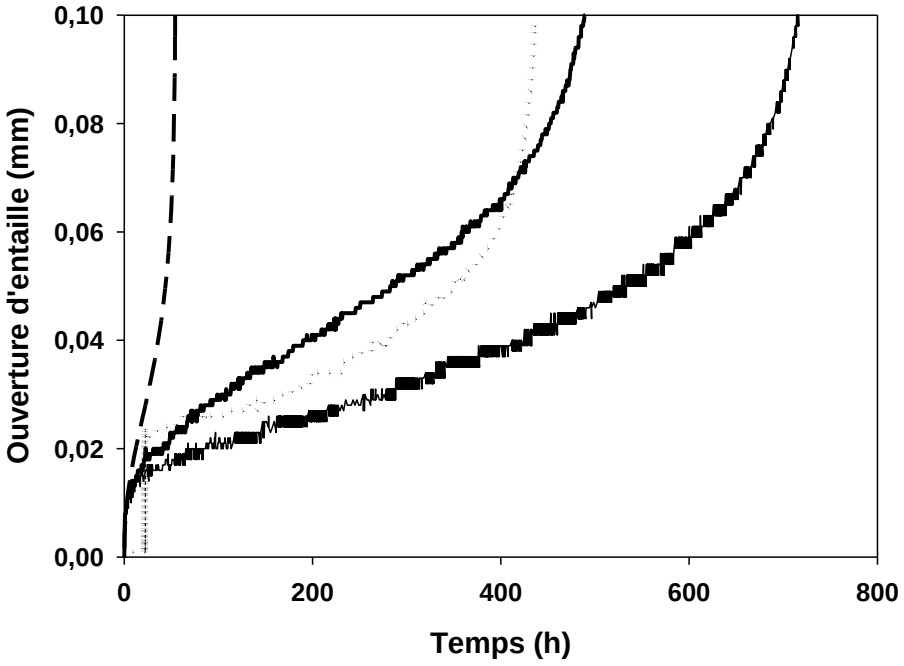


Figure 4-93 : courbes de fluage expérimentales (en trait plein : les essais sur éprouvettes entaillées en zone adoucie, en pointillé : l'essai sur éprouvette entaillée en microstructure de synthèse) et courbe de fluage simulée (tirets) de l'essai à 390 MPa (contrainte nette).

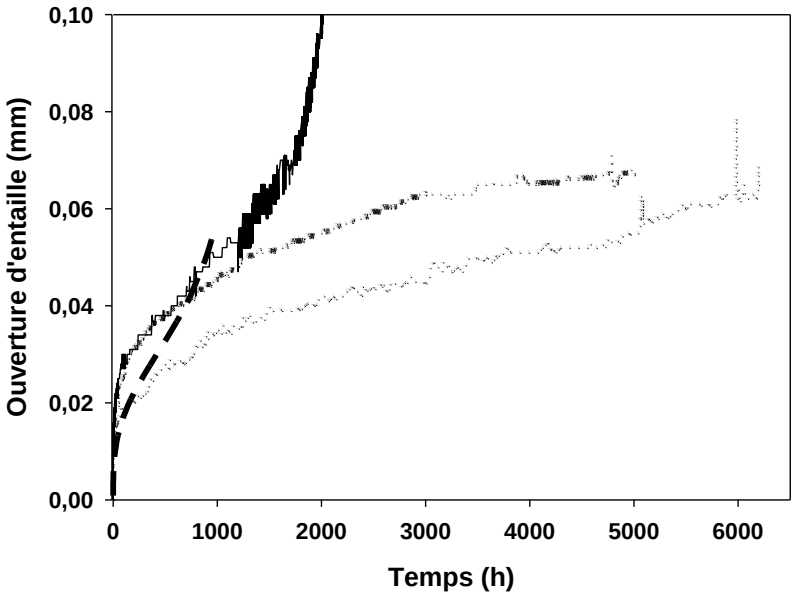


Figure 4-94 : courbes de fluage expérimentales (en trait plein : l'essai sur éprouvette entaillée en zone adoucie, en pointillé : les essais sur éprouvettes entaillées en microstructure de synthèse) et courbe de fluage simulée (tirets) de l'essai à 350 MPa (contrainte nette).

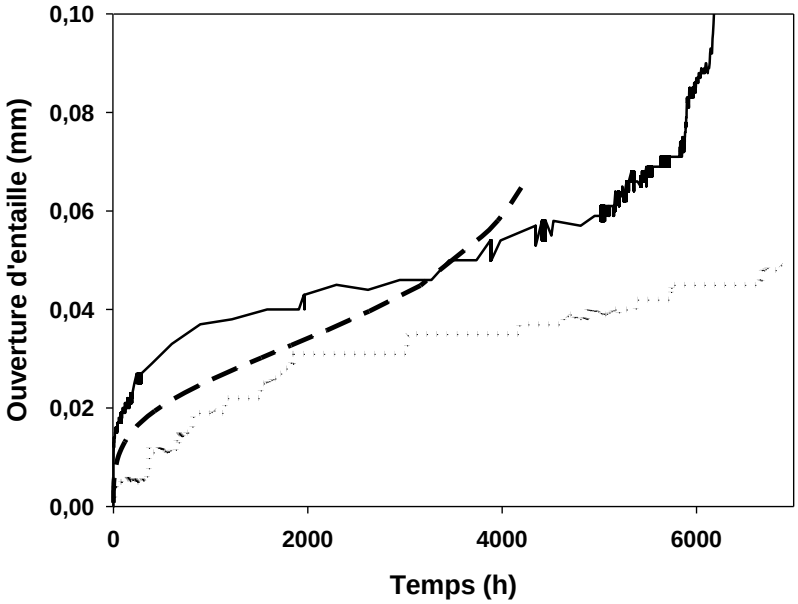


Figure 4-95 : courbes de fluage expérimentales (en trait plein : l'essai sur éprouvette entaillée en zone adoucie, en pointillé : l'essai sur éprouvette entaillée en microstructure de synthèse) et courbe de fluage simulée (tirets) de l'essai à 335 MPa (contrainte nette).

Les durées de vie de l'ensemble de ces essais sont comparées en fonction de la contrainte appliquée sur le graphique de la Figure 4-96. Les temps à rupture prédits par la simulation sont systématiquement sous-estimés. Par ailleurs, les durées de vie des éprouvettes entaillées en zone adoucie et des éprouvettes entaillées en microstructure de synthèse ne sont plus comparables pour des contraintes plus basses.

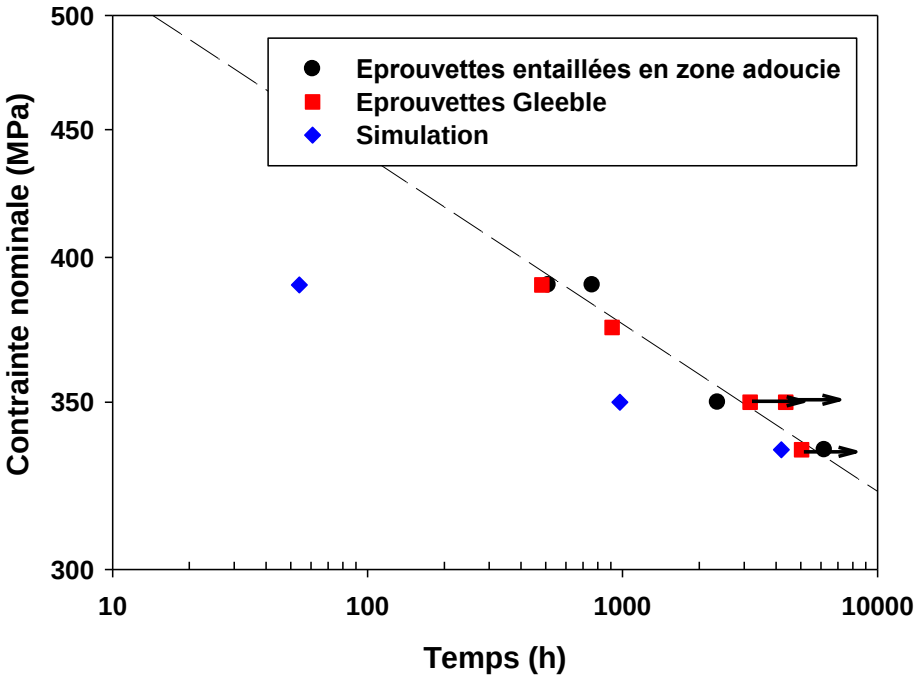


Figure 4-96 : données de fluage sur éprouvettes entaillées en zone adoucie réelle et simulée, comparées aux valeurs simulées.

Le modèle de comportement en fluage établi pour la zone adoucie n'est pas pleinement satisfaisant. L'écart entre les durées de vie réelles et prédites est au minimum d'un facteur 3. Ce modèle sera tout de même intégré dans la représentation du joint soudé complet.

L'interprétation d'essais de fluage sur éprouvettes entaillées n'est pas simple et directe puisque l'entaille introduit un état de contraintes multiaxial au sein de l'éprouvette.

La répartition des déformations viscoplastiques cumulées, des contraintes de von Mises et des contraintes axiales calculées en milieu du stade secondaire sur l'éprouvette entaillée sollicitée à 390 MPa (contrainte nette), sont présentées respectivement sur la Figure 4-97, la Figure 4-98 et la Figure 4-99.

Les déformations viscoplastiques sont localisées entre les lèvres de l'entaille et sont maximales à la pointe de l'entaille. La partie non entaillée de l'éprouvette n'est pas déformée viscoplastiquement.

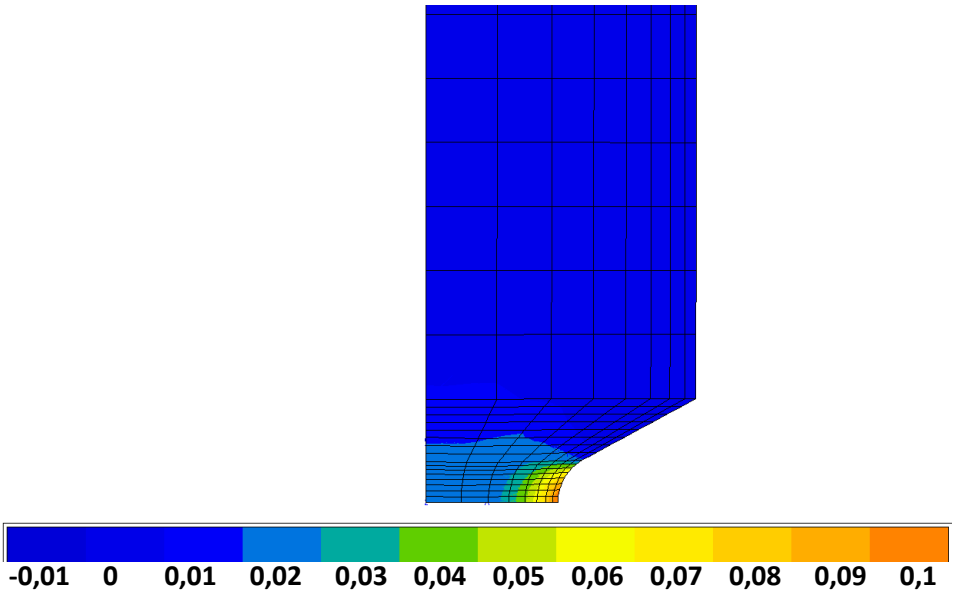


Figure 4-97 : répartition des déformations viscoplastiques cumulées dans l'éprouvette entaillée sollicitée à 390 MPa, au milieu du stade secondaire.

Les contraintes de von Mises sont maximales entre les bords de l'entaille et sont de l'ordre de 220 MPa à ce stade de l'essai. Les contraintes axiales sont maximales au droit de l'entaille, au niveau de l'axe de l'éprouvette. L'endommagement se développe en premier au niveau du maximum de contrainte axiale.

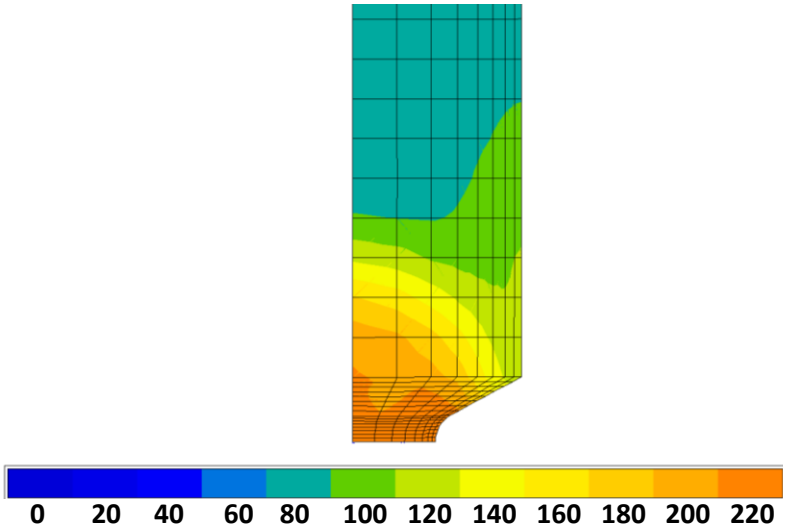


Figure 4-98 : champs de contraintes de von Mises (en MPa) dans l'éprouvette entaillée sollicitée à 390 MPa, au milieu du stade secondaire.

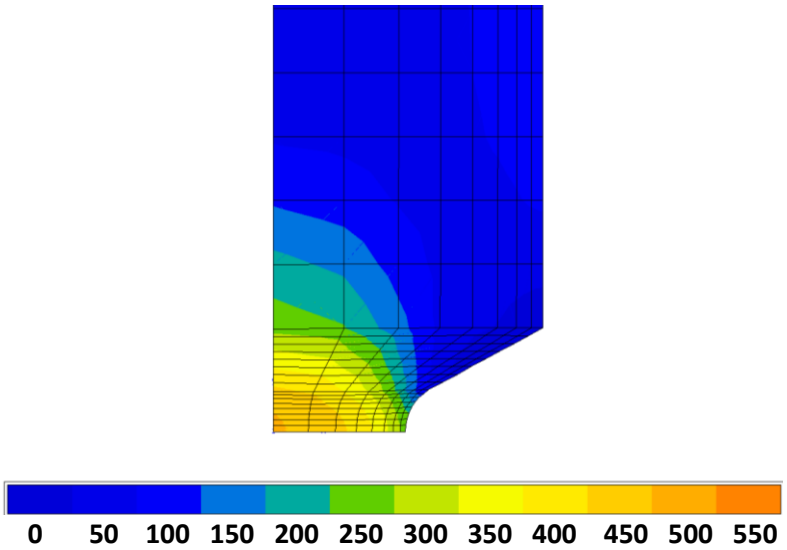


Figure 4-99 : champs de contraintes axiales (en MPa) dans l'éprouvette entaillée sollicitée à 390 MPa, au milieu du stade secondaire.

La Figure 4-100 présente une cartographie de répartition du taux de triaxialité des contraintes dans l'éprouvette entaillée en zone adoucie sollicitée à 390 MPa. La Figure 4-101 et la Figure 4-102 présentent l'évolution de la triaxialité des contraintes respectivement le long de la demi-section et le long du demi-axe de l'entaille, en fin du stade secondaire, pour l'essai à 390 MPa.

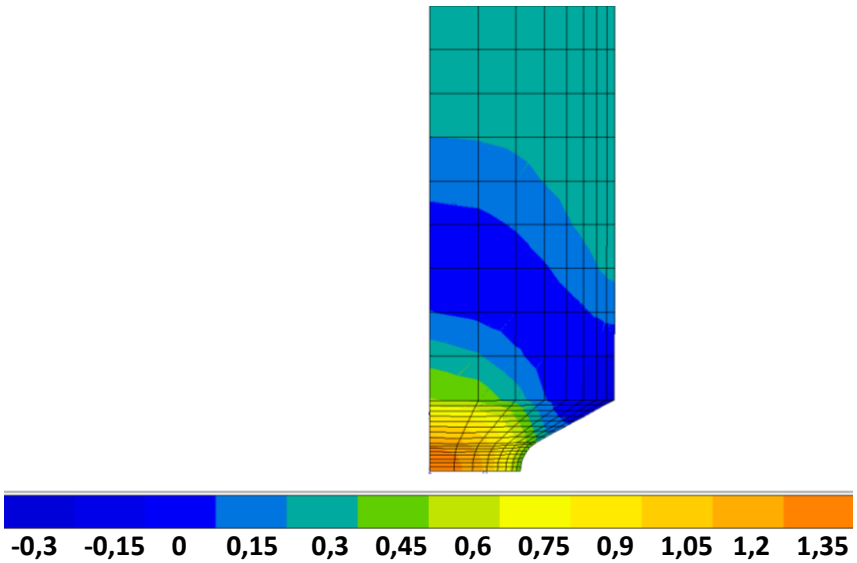


Figure 4-100 : évolution du taux de triaxialité des contraintes dans l'éprouvette entaillée sollicitée à 390 MPa, au milieu du stade secondaire.

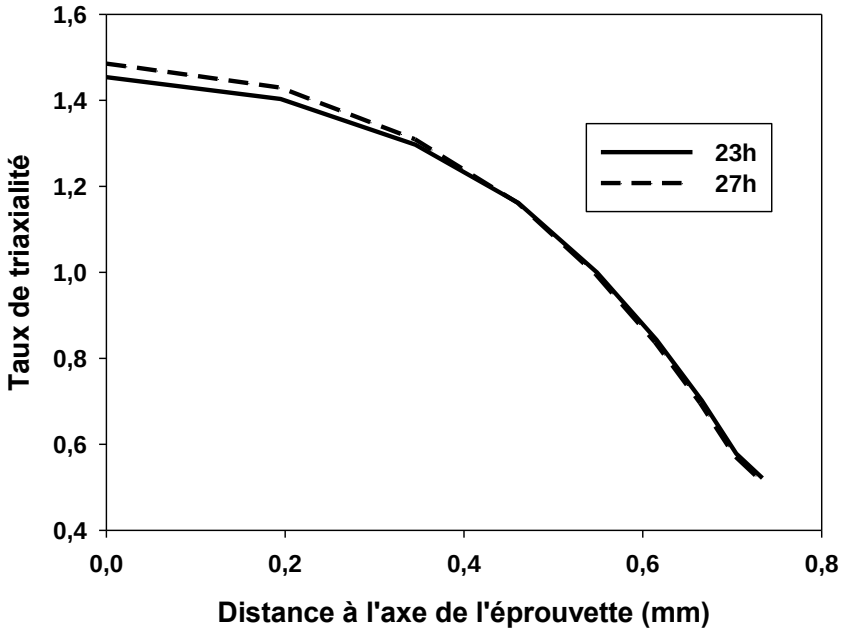


Figure 4-101 : évolution du taux de triaxialité le long de la section minimale de l'éprouvette.

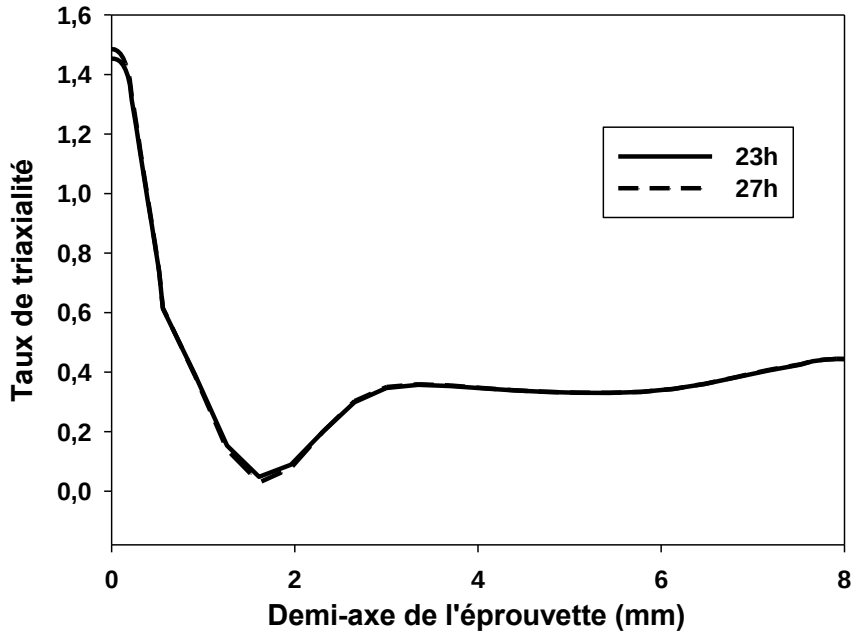


Figure 4-102 : évolution du taux de triaxialité le long de l'axe de l'éprouvette, en fin de stade secondaire. L'abscisse 0 correspond au droit de l'entaille.

Aux deux stades de l'essai considérés (23h et 27 h), les courbes de triaxialité sont confondues. Le taux de triaxialité atteint des valeurs maximales, de l'ordre de 1,4, au niveau de l'axe dans la section entaillée. En point d'entaille, il est de 0,5. La présence de l'entaille a donc fortement modifié l'état de contraintes dans la section minimale.

4.4.3.5 Conclusion

Le modèle de comportement en fluage introduit dans la partie I est utilisé pour reproduire le comportement en fluage de la zone adoucie. Les paramètres ont été optimisés à partir des résultats d'essais sur les éprouvettes entaillées en zone adoucie réelle.

Les durées de vie des éprouvettes prédites par les simulations sont sous-estimées par rapport aux durées de vie des éprouvettes entaillées en zone adoucie. Les paramètres ont été ajustés de manière à décrire correctement l'écoulement en fluage de la zone adoucie. Ce modèle de comportement en fluage de la zone adoucie à 550 °C établi n'est néanmoins pas pleinement satisfaisant mais sera intégré dans le modèle multi-matériaux du joint soudé complet. Une attention particulière devra être portée aux durées de vie du joint soudé prédites par les simulations.

Les paramètres des lois de comportement des trois zones considérées, le métal de base, la zone adoucie et la zone fondue, sont comparés dans le Tableau 4-21.

		Métal de base	**Zone adoucie**	**Zone fondue**
Propriétés élastiques	E (GPa)	130	130	130
	ν	0,3	0,3	0,3
Ecrouissage viscoplastique	R_{0Hs}(MPa)	0,001	0,001	0,001
	Q_{Hs}(MPa)	49,8	116	176
	b_1	336	425	288
Ecoulement viscoplastique	$K_{Hs}(h^{-1})$	$8{,}33.\ 10^{-7}$	$1{,}37.10^{-2}$	$6{,}19.10^{-3}$
	n_{Hs}	13,75	13,75	13,75
	σ_{Hs} (MPa)	150	150	150

Tableau 4-21 : paramètres des modèles de comportement en fluage à 550 °C du métal de base, de la zone adoucie et de la zone fondue.

La contrainte interne Q_{Hs} la plus élevée est affectée à la zone fondue. Ce constat est cohérent avec la densité de dislocations élevée dans cette zone.

Le métal de base présente la contrainte interne la plus basse et inférieure à celle de la zone adoucie. Ceci n'est pas en accord avec les résultats expérimentaux mais cet effet est compensé par une valeur très basse de K_{Hs}.

La vitesse de déformation K_{Hs} pour une contrainte effective σ_{Hs} est la plus élevée pour la zone adoucie, ce qui en semble cohérent avec les résultats expérimentaux. La zone adoucie est la zone qui se déforme le plus vite en fluage.

4.5 Modélisation de l'écoulement en fluage du joint soudé en acier Grade 92

Pour évaluer le comportement en fluage du joint soudé, une approche multi-matériau a été utilisée. Elle consiste à supposer que le joint soudé est constitué de plusieurs zones de comportements différents. Les modèles de comportements viscoplastique du métal de base, de la zone adoucie et de la zone fondue, déterminés séparément, sont introduits dans un calcul par éléments finis multi-matériaux grâce au logiciel ZeBuLoN. Une éprouvette comportant plusieurs matériaux est modélisée. Plusieurs auteurs ont mis en application cette démarche pour modéliser le comportement en fluage d'un joint soudé en acier Grade 91 [Gaffard, 2005, Hyde et al., 2001, Eggeler, 1994].

L'utilisation de cette méthode permet de tenir compte de l'hétérogénéité de comportement dans le joint soudé et des effets liés à la géométrie du joint et des différentes zones. Ces effets peuvent en outre être quantifiés. Néanmoins, la mise en application de cette méthode requiert au préalable une longue campagne expérimentale.

4.5.1 Effet attendu de l'hétérogénéité de résistance au fluage sur les champs de déformations et de contraintes

Dans cette partie, les effets de la différence de propriétés en fluage entre le métal de base, la zone adoucie et la zone fondue sont évalués. Ils n'ont pas été quantifiés dans le cadre de ces travaux mais ont été étudiés par Gaffard [Gaffard, 2007]. Les principales conclusions de son étude sont rappelées dans cette partie. L'évaluation de ces effets permettra ensuite de mieux appréhender le comportement en fluage du joint soudé.

Une telle hétérogénéité est à l'origine d'une redistribution des contraintes et des déformations dans l'éprouvette et créée alors un état de contraintes multiaxial. Gaffard [Gaffard, 2007] a étudié les effets de cette hétérogénéité de propriétés et des paramètres géométriques sur la redistribution des contraintes et des déformations. Les calculs ont été faits sur la base du comportement en fluage du métal de base et de la zone adoucie à 625°C. Dans ce cas particulier, le comportement de la zone fondue était similaire à celui du métal de base.

Pour cette étude, Gaffard a réalisé des calculs par éléments finis sur un modèle en 2 dimensions. Il a modélisé une éprouvette axisymétrique comportant trois matériaux en série, un matériau plus mou (à mi-longueur) entouré par deux matériaux plus durs et un matériau dur entouré de deux matériaux plus mous. Il a relevé l'évolution de la contrainte de von Mises, de la déformation viscoplastique cumulée et du taux de triaxialité dans les différentes zones. Il a également fait varier le diamètre de la zone intermédiaire, ainsi que son épaisseur.

Les résultats de ces simulations fournissent les éléments suivants :

- ✓ Le taux de triaxialité des contraintes est maximal dans le matériau le plus mou.
- ✓ La contrainte de von Mises atteint sa valeur maximale dans le matériau le plus dur, au niveau des interfaces entre les deux types de matériaux.
- ✓ La déformation en fluage s'est localisée dans la zone la plus molle.

- ✓ Diminuer l'épaisseur de la zone molle ou augmenter son diamètre ont des effets similaires sur les redistributions des contraintes et des déformations, le paramètre pertinent étant le rapport entre le diamètre et l'épaisseur.

Dans ce modèle simplifié, les seules différences de propriétés mécaniques sont à l'origine d'un confinement de la zone molle.

4.5.2 Procédure numérique

La longueur de la zone utile des éprouvettes de fluage « travers joint » utilisées est de 40 mm. Les éprouvettes sont prélevées à mi-épaisseur. A cet endroit, on simplifiera la géométrie du joint en supposant celui-ci axisymétrique (ligne de fusion perpendiculaire à l'axe de l'éprouvette). Gaffard [Gaffard 2005] a en effet montré que l'inclinaison de la ligne de fusion avait un effet du second ordre sur le confinement de la déformation viscoplastique dans la zone la plus molle.

Un calcul par éléments finis sur un modèle en 2 dimensions (axisymétriques), incluant les conditions de symétrie a donc été réalisé à l'aide du logiciel ZeBuLoN. Les éléments du maillage sont linéaires, de dimensions 0,4 * 0,25 mm², à intégration complète. Ce modèle présente une symétrie selon le plan médian, il est donc réduit à un quart de l'éprouvette.

Les conditions aux limites sont :

- blocage des déplacements selon x, le long de l'axe de révolution de l'éprouvette

- blocage des déplacements selon y, le long du plan de symétrie de l'éprouvette (face horizontale du bas).

L'éprouvette modélisée comporte plusieurs matériaux, correspondant aux différentes zones du joint soudé : la zone fondue, la CGHAZ, la FGHAZ, l'ICHAZ, la TMAZ et le métal de base. Les épaisseurs de ces différentes zones sont évaluées grâce au profil de dureté et aux observations macrographiques du joint soudé. Elles sont considérées comme paramètres du modèle.

Le schéma d'intégration est implicite.

Le modèle par éléments finis de l'éprouvette est présenté sur la Figure 4-103.

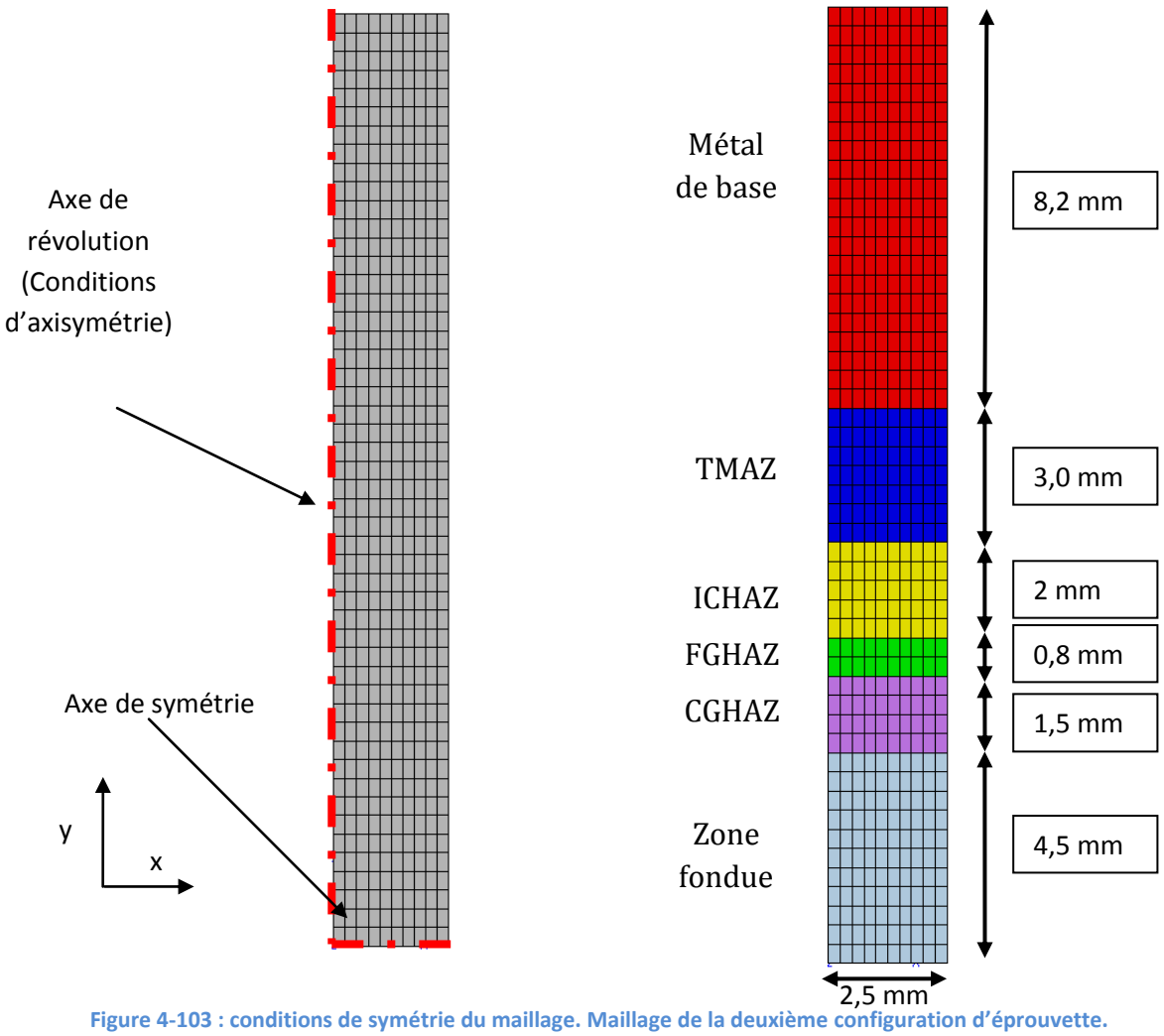


Figure 4-103 : conditions de symétrie du maillage. Maillage de la deuxième configuration d'éprouvette.

Les modèles de comportement du métal de base, de la zone adoucie et de la zone fondue ont été définis précédemment et sont donc intégrés dans le modèle de joint soudé.

Plusieurs études ont montré que la CGHAZ possède une résistance au fluage élevée. Bauer et al. [Bauer et al., 2010] ont montré sur un joint soudé en acier E911 que les zones ayant subi une température maximale lors du soudage largement supérieure à Ac_3 et proche de 1050-1100°C, présentent une résistance au fluage élevée par rapport aux autres zones dont les températures maximales n'excèdent que de très peu Ac_3. Compte-tenu de ses propriétés en fluage, le modèle de comportement en fluage de la zone fondue a donc été attribué à la CGHAZ.

Le modèle de comportement du métal de base a été affecté, dans un premier temps, à la FGHAZ (en tant que propriétés intermédiaires entre celles de la zone fondue et celle de la zone adoucie) et à la TMAZ (en tant que proche du métal de base, tant spatialement que microstructuralement).

Afin d'observer d'évaluer l'influence de la largeur de la zone adoucie sur le comportement en fluage de la soudure, une deuxième configuration a été étudiée. Comme cela a été mentionné, les différences de propriétés mécaniques entre les différentes zones donnent lieu à des effets de confinement dans le joint soudé. Ces effets de confinement dépendent de la géométrie des différentes zones, et en particulier en fonction du rapport entre l'épaisseur et le diamètre de chaque zone.

Les zones confinées sont les deux zones adoucies. Pour modifier les conditions de confinement, qui sont estimées les plus sévères possibles avec la première configuration, la deuxième configuration a donc consisté à diviser en deux les deux zones à proximité de l'ICHAZ, à savoir la FGHAZ et la TMAZ, puis à affecter à chaque demi-zone proche de la zone adoucie, le comportement de la zone adoucie et à affecter le comportement du métal de base à l'autre demi-TMAZ et le comportement de la zone fondue à l'autre demi-FGHAZ. Les simulations résultant de ces deux cas (zone adoucie « étroite » et zone adoucie « large ») sont respectivement désignées par configuration 1 et configuration 2. Le maillage de cette dernière est présenté sur la Figure 4-104.

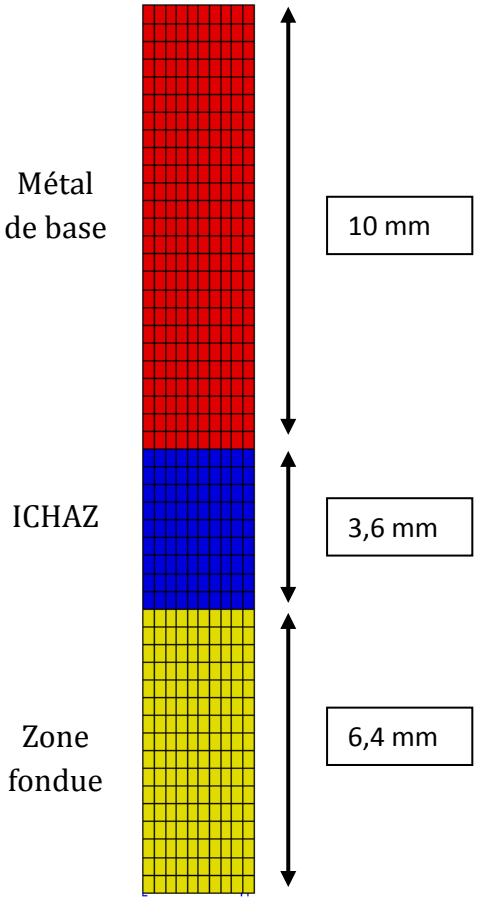


Figure 4-104 : maillage de la deuxième configuration d'éprouvette.

Dans le cas de la présente étude, rappelons que la zone fondue est nettement plus dure et beaucoup plus résistante en fluage que le métal de base. Ainsi, à la différence des résultats de Gaffard, deux interfaces différentes entre un matériau dur et un matériau mou, présentant chacun des comportements en fluage différents, sont prises en compte : une interface entre le métal de base et la zone fondue et une interface entre le métal de base et la zone adoucie.

4.5.3 Résultats des simulations et évaluation du modèle

Les résultats des simulations et des essais expérimentaux sont comparés sur le graphique de la Figure 4-103. Les temps à rupture des éprouvettes sont comparés en fonction de la contrainte nominale.

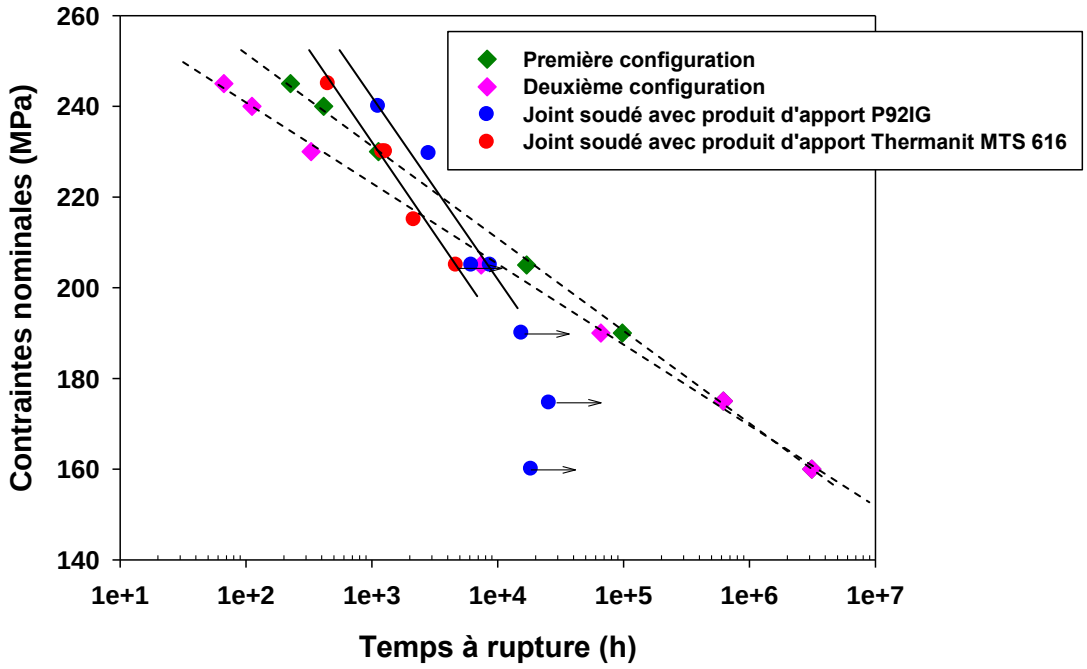


Figure 4-105 : contrainte nominale en fonction du temps à rupture pour les éprouvettes de joint soudé : résultats expérimentaux et prédiction du modèle.

A fortes contraintes, entre 230 et 245 MPa, les temps à rupture prédits avec la première configuration 1 sont plus proches des valeurs expérimentales que les temps à rupture obtenus avec la deuxième configuration.

A 205 MPa, les valeurs obtenues par les simulations sont en accord avec les résultats expérimentaux.

A forts niveaux de contraintes, supérieurs à 205 MPa, le modèle de comportement du joint soudé semble correctement prédire les durées de vie des joints soudés en acier Grade 92 à 550 °C. La première configuration d'éprouvette est la mieux adaptée.

A partir de 205 MPa, les valeurs obtenues avec les deux configurations se rapprochent. Pour des contraintes inférieures à 190 MPa, les durées de vie prédites sont similaires.

Pour des niveaux de contraintes plus faibles, l'absence de données expérimentales ne permet pas de conclure sur la validité du modèle, mais la tendance générale des modèles (au vu des pentes des courbes de la Figure 4-105) pourrait suggérer que les prédictions soient trop optimistes quant à la résistance au fluage sous basses contraintes.

Pour les deux configurations, le taux de triaxialité est maximal dans la zone adoucie. Afin d'analyser les différences observées entre ces deux configurations, les taux de triaxialité dans la zone adoucie aux différents niveaux de contraintes, sont présentés sur la Figure 4-106 et la Figure 4-107. Les données ont été relevées en fin de stade secondaire pour chaque essai.

Le taux de triaxialité dans la zone adoucie augmente lorsque la contrainte appliquée augmente. Il est nettement moins élevé pour des contraintes basses (175 MPa).

On observe également que le taux de triaxialité dans la zone adoucie est plus élevé pour la configuration 1, donc lorsque le rapport de l'épaisseur par le diamètre de l'éprouvette est plus petit.

Située entre deux zones plus dures et dont les vitesses de déformation en fluage sont inférieures, la zone adoucie de faible épaisseur se déforme peu et l'état de contrainte local devient multiaxial. La zone adoucie est donc d'autant plus confinée que son épaisseur est petite par rapport au diamètre de l'éprouvette. Le confinement semble donc créer un effet de renfort et compense partiellement la faible résistance à l'écoulement en fluage de la zone adoucie. Une étude paramétrique réalisée par Gaffard [Gaffard, 2007] a donné des résultats similaires.

Aux plus basses contraintes, les durées de vie prédites par la simulation sont similaires pour les deux configurations. D'après la Figure 4-106 et la Figure 4-107, le taux de triaxialité est relativement bas.

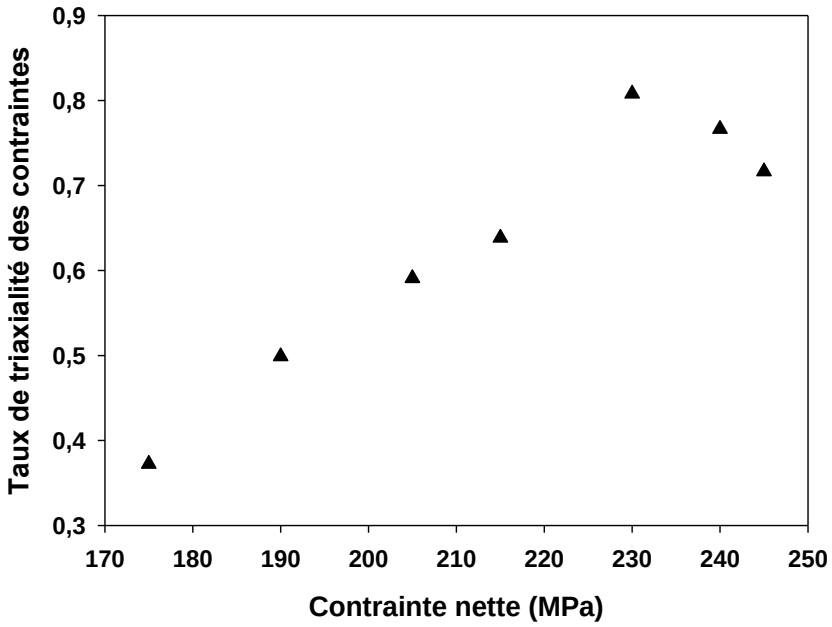


Figure 4-106 : taux de triaxialité des contraintes maximal dans la zone adoucie en fin de stade secondaire, en fonction de la contrainte nette (configuration 1).

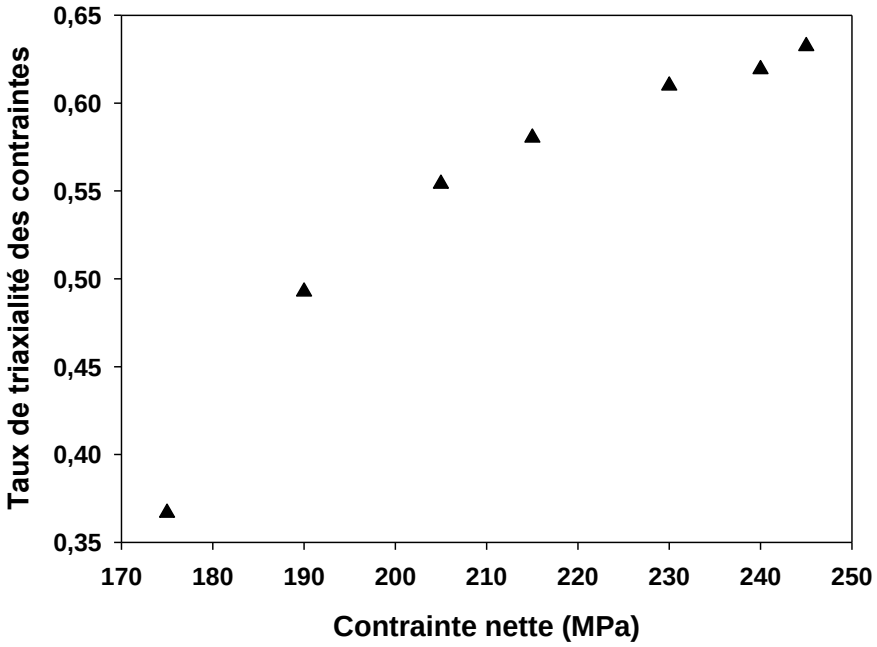


Figure 4-107 : taux de triaxialité des contraintes maximal dans la zone adoucie en fin de stade secondaire, en fonction de la contrainte nette (configuration 2).

L'évolution du taux de triaxialité des contraintes dans les deux configurations d'éprouvettes en milieu de stade secondaire est illustrée sur la Figure 4-108 et sur la Figure 4-109.

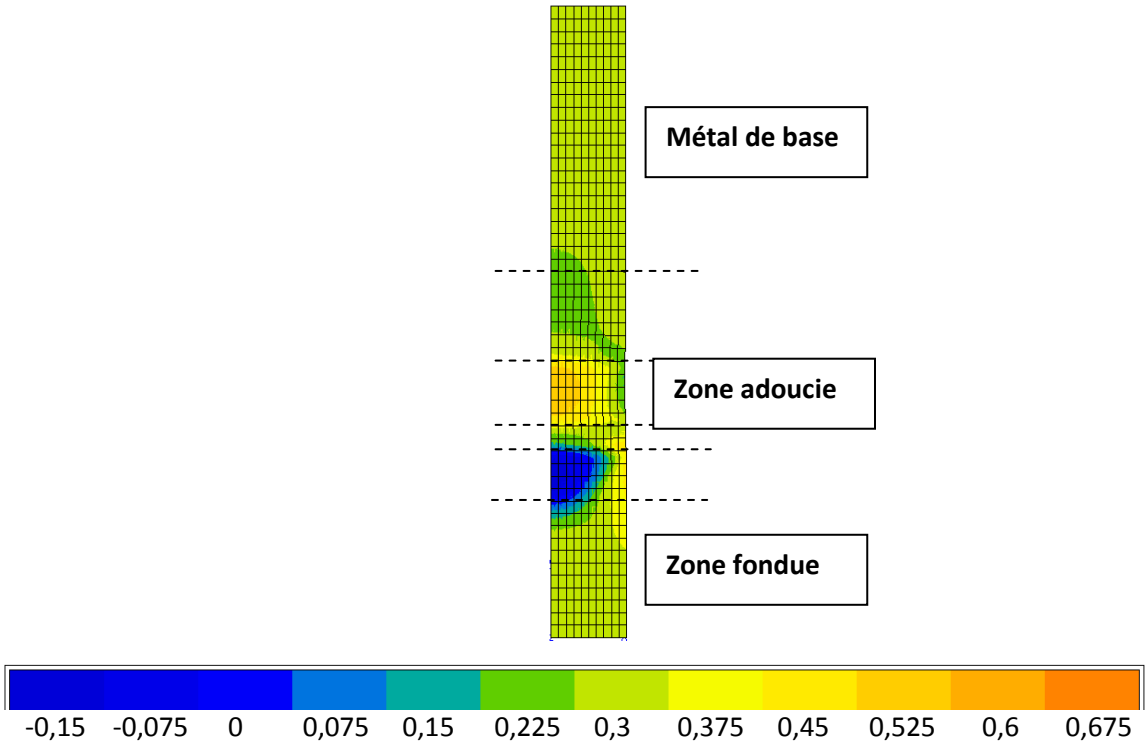


Figure 4-108 : cartographie de répartition du taux de triaxialité dans l'éprouvette sollicitée à 205 MPa (configuration 1), en fin de stade secondaire.

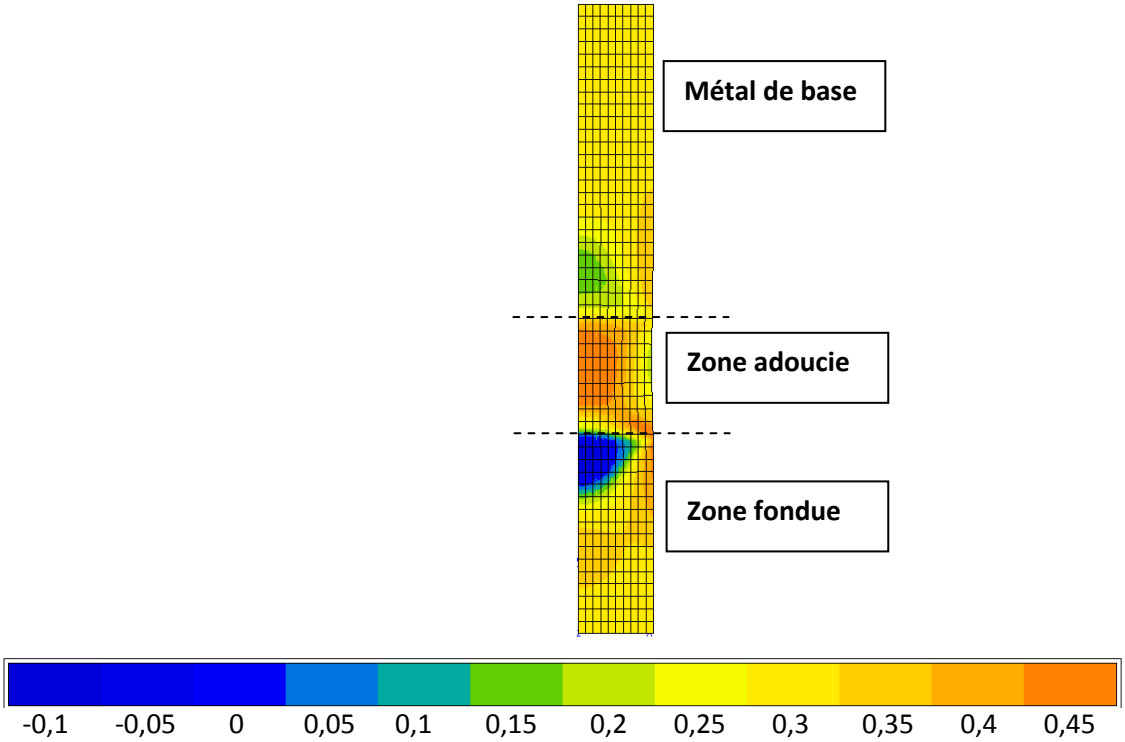


Figure 4-109 : cartographie de répartition du taux de triaxialité dans l'éprouvette sollicitée à 205 MPa (configuration 2), en fin de stade secondaire.

L'évolution de la vitesse de fluage minimale pour les essais réels et simulés est tracée en fonction de la contrainte nominale sur la Figure 4-110. Pour les essais simulés, les vitesses ont été calculées à partir des déformations mesurées en plaçant un extensomètre « virtuel » au même endroit que l'extensomètre « réel ». Les traits en pointillés relient les points d'une même catégorie et mettent en avant la pente.

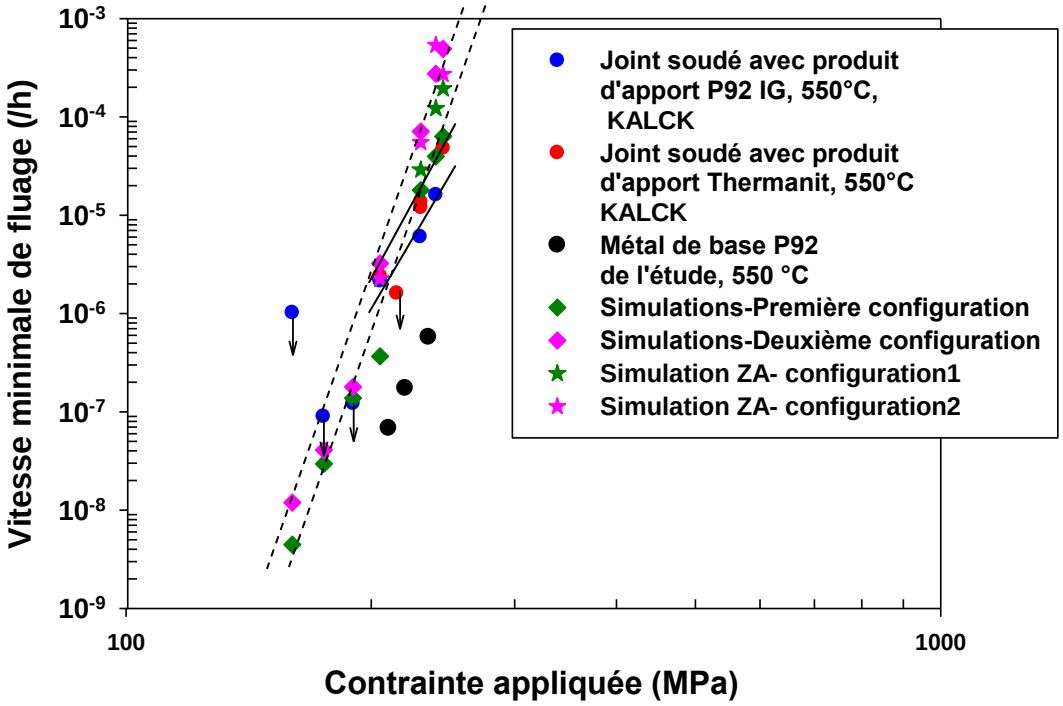


Figure 4-110 : vitesse de fluage minimale en fonction de la contrainte appliquée pour les essais réels et simulés.

Les vitesses minimales de fluage des simulations dans le cas de la première configuration sont comparables à celles des essais sur joint soudé réel. Cette configuration semble donc mieux représenter l'éprouvette réelle. En outre, le modèle établi semble décrire de manière pertinente le comportement en fluage du joint soudé pour des niveaux de contraintes élevés.

Pour des contraintes plus basses, l'écart entre les vitesses de fluage minimales pour les deux configurations, diminue.

Les vitesses de fluage minimales dans la zone adoucie ont été estimées à l'aide de la simulation. Les déformations moyennes dans la zone adoucie ont été calculées à deux instants en milieu du stade secondaire, et les vitesses minimales ont ainsi été estimées. Ces données sont également tracées sur la Figure 4-116 en fonction de la contrainte nominale, pour les deux configurations étudiées.

Pour la deuxième configuration et pour des contraintes nominales élevées, supérieures à 230 MPa, lorsque le rapport de l'épaisseur de la zone adoucie sur son diamètre est plus grand, les vitesses minimales de fluage dans la zone adoucie sont plus élevées que dans le cas de la première configuration. La zone adoucie se déforme donc plus rapidement lorsque le rapport est plus grand. Cet écart est probablement lié au confinement de la zone adoucie, d'autant plus important lorsque le rapport de son épaisseur sur son diamètre est bas, ce qui crée alors un effet de renfort. L'écart entre les vitesses minimales de fluage est pratiquement nul pour une contrainte nominale de 205 MPa.

Les courbes de fluage expérimentales sont comparées aux courbes simulées avec la première configuration, sur la Figure 4-111 et la Figure 4-112. La configuration 1 semble donc être la mieux adaptée pour décrire le comportement en fluage de du joint soudé Grade 92 à 550 °C.

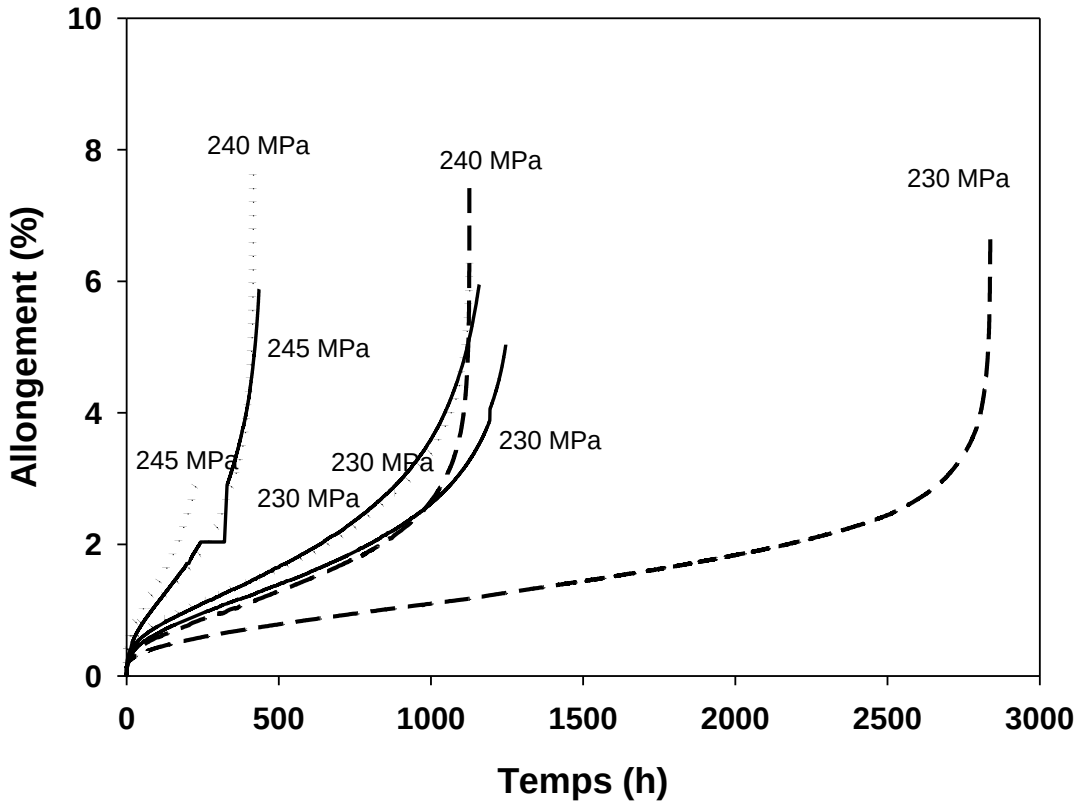


Figure 4-111 : courbes de fluage expérimentales et simulées (configuration 1) des deux joints soudés Grade 92 (les courbes expérimentales sont dessinées en trait plein (produit d'apport Thermanit MTS 616) et en traits discontinus (produit d'apport P92IG) et les courbes simulées sont en pointillées).

Comme cela a été présenté ci-dessus, à 245 MPa et à 240 MPa, les durées de vie prédites par la simulation sont sous-estimées par rapport aux durées de vie réelles.

A 230 MPa, le temps à rupture prédit est similaire à ceux du joint soudé avec produit d'apport Thermanit. Par ailleurs, le premier et le deuxième stade de fluage sont correctement décrits par la simulation.

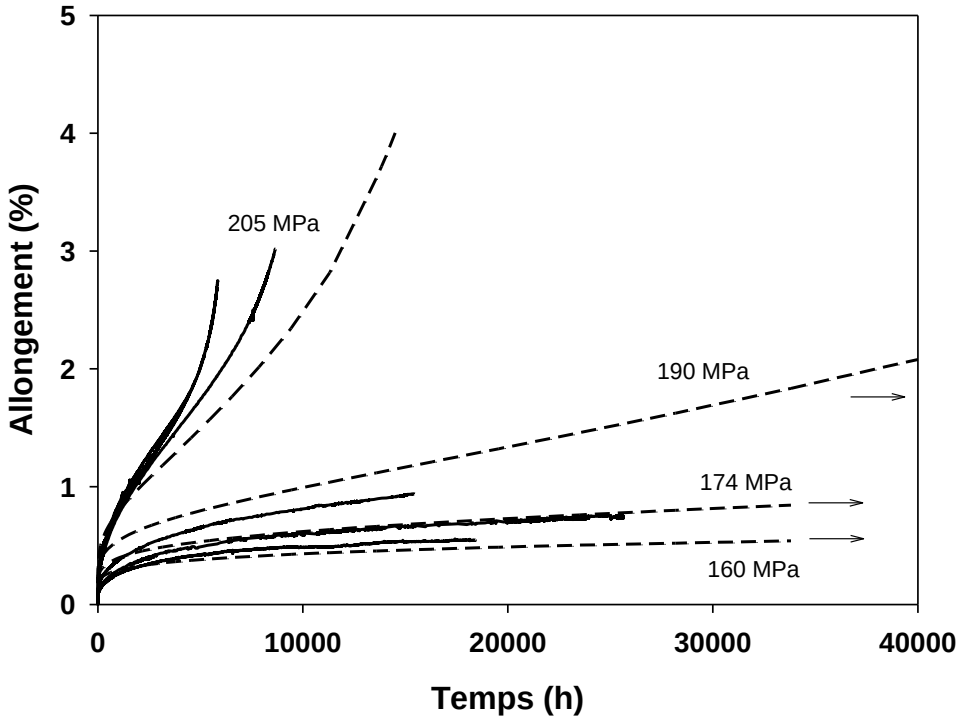


Figure 4-112 : courbes de fluage expérimentales et simulées (configuration 1) du joint soudé Grade 92 (les courbes expérimentales sont dessinées en trait plein et les courbes simulées sont en pointillées).

A plus basses contraintes, les durées de vie des éprouvettes ne sont pas expérimentalement disponibles. Néanmoins, à des niveaux de contraintes inférieurs à 205 MPa, le premier stade de fluage est correctement décrit par la simulation.

La courbe simulée à 205 MPa semble décrire correctement les courbes expérimentales.

Les champs de contraintes de von Mises et de contraintes axiales dans l'éprouvette maillée selon la configuration 1, sont présentés, au milieu du stade secondaire, respectivement sur la Figure 4-113 et la Figure 4-114.

Comme cela était attendu, les contraintes de von Mises sont maximales aux interfaces entre la FGHAZ et la CGHAZ et entre la zone adoucie et la TMAZ. Il s'agit bien des interfaces entre les zones les plus molles et les zones les plus dures. Les valeurs maximales de la contrainte de von Mises sont, respectivement pour les deux interfaces considérées, de 240 MPa et de 220 MPa.

Les contraintes axiales sont maximales dans la zone adoucie. Elles atteignent une valeur maximale d'environ 260 MPa.

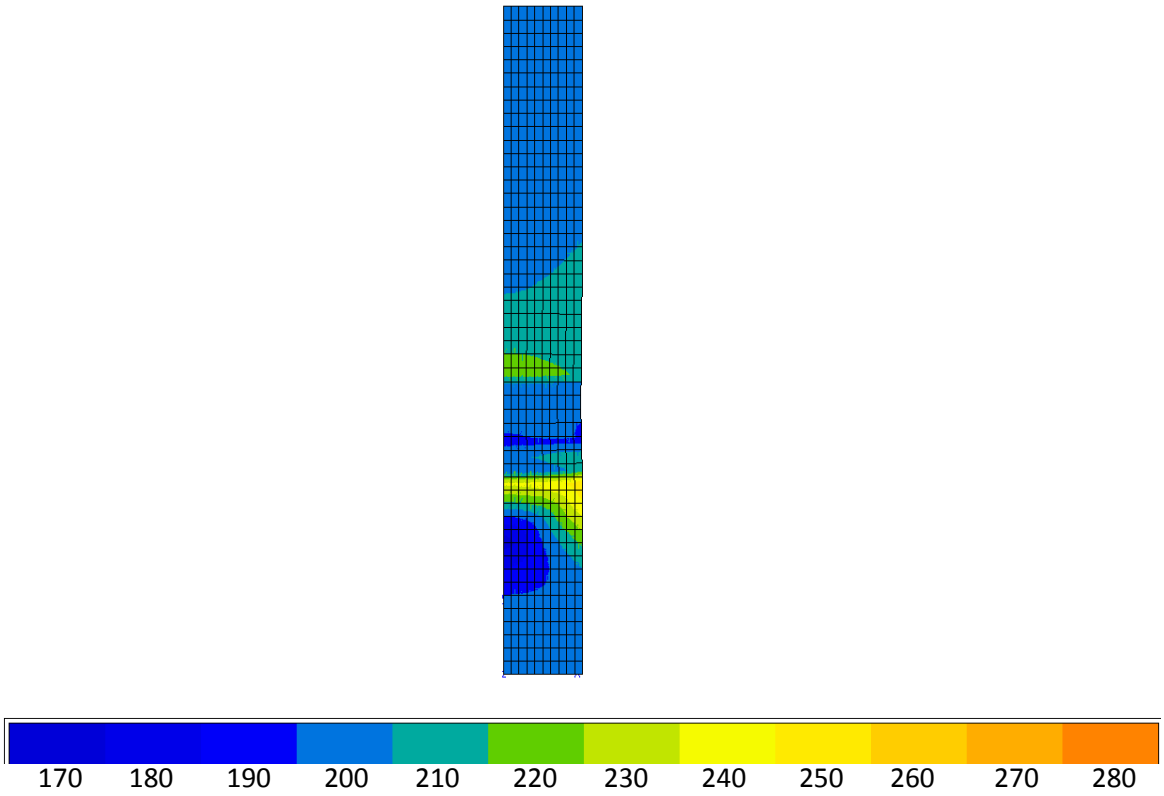


Figure 4-113 : cartographie de répartition des contraintes de von Mises dans l'éprouvette sollicitée à 205 MPa, à 10000h d'essai.

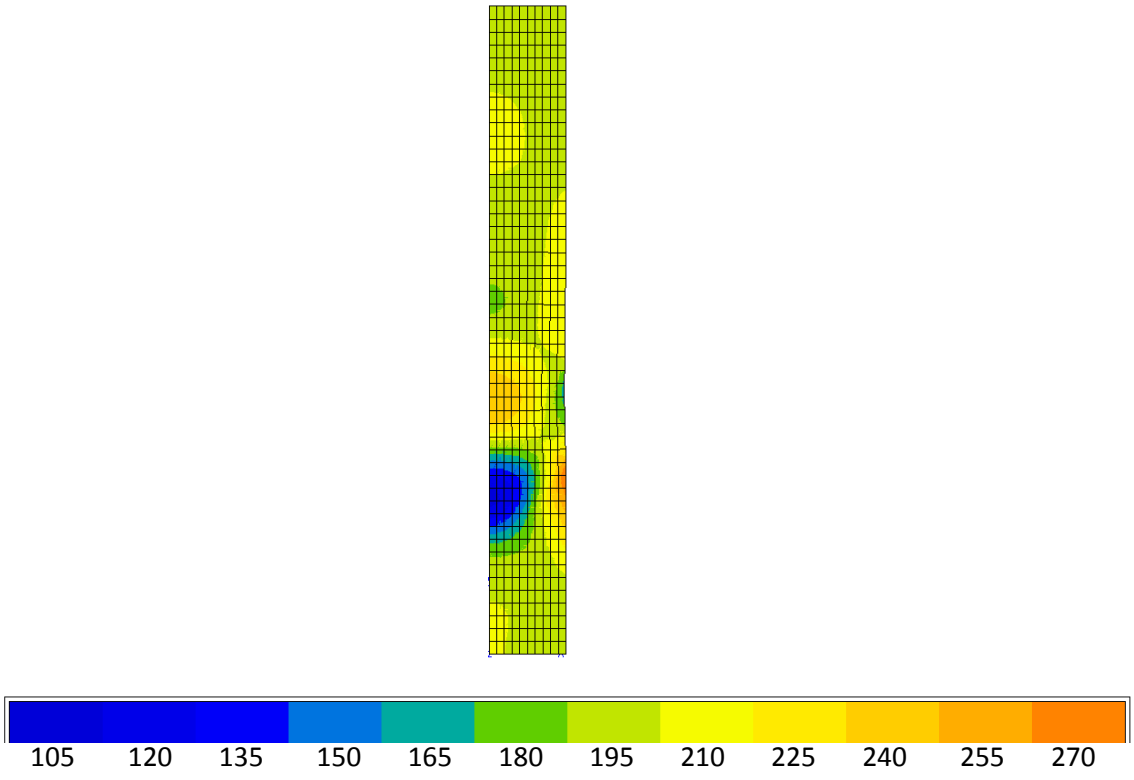


Figure 4-114 : cartographie de répartition des contraintes axiales dans l'éprouvette sollicitée à 205 MPa, à 10000 h d'essai.

Le champ de déformation viscoplastique cumulée dans l'éprouvette maillée selon la configuration 1 et an milieu du stade secondaire, est présenté sur la Figure 4-115.

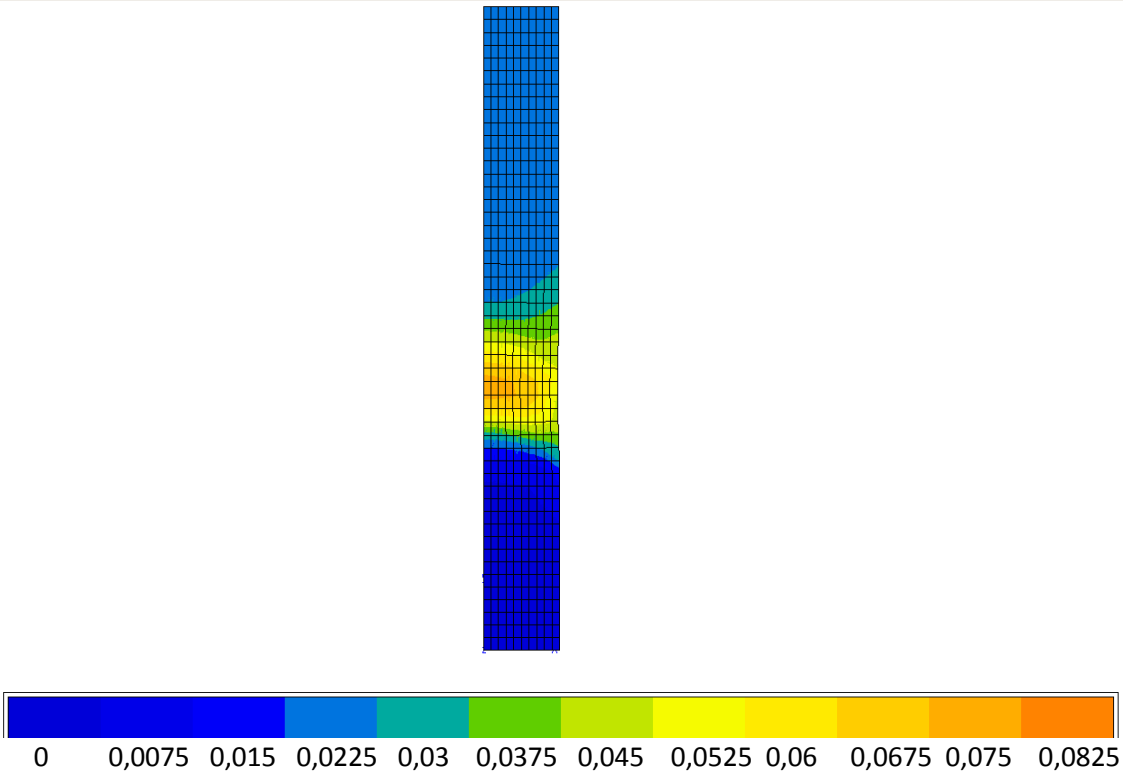


Figure 4-115 : champ de déformation viscoplastique cumulée en milieu de stade secondaire, dans l'éprouvette maillée selon la configuration 1.

Les déformations viscoplastiques sont très significativement concentrées dans la zone adoucie, près de l'axe de l'éprouvette.

L'évolution des vitesses de fluage minimales lors des essais simulés et expérimentaux est tracée en fonction du temps à rupture (Figure 4-116). Les données issues de la simulation pour les deux configurations s'alignent le long d'une même droite avec les données expérimentales sur le joint soudé de l'étude, ainsi qu'avec les données de la littérature sur des joints soudés en acier Grade 92. Les durées de vie prédites par la simulation sont donc en accord avec celles prédites par la relation de Monkman-Grant. Elles sont également en accord avec les durées de vie sur joint soudé Grade 92 réel.

Les vitesses minimales de fluage minimales dans la zone adoucie ont été estimées à l'aide de la simulation. Ces données sont également tracées sur la Figure 4-116 en fonction du temps à rupture, pour les deux configurations étudiées.

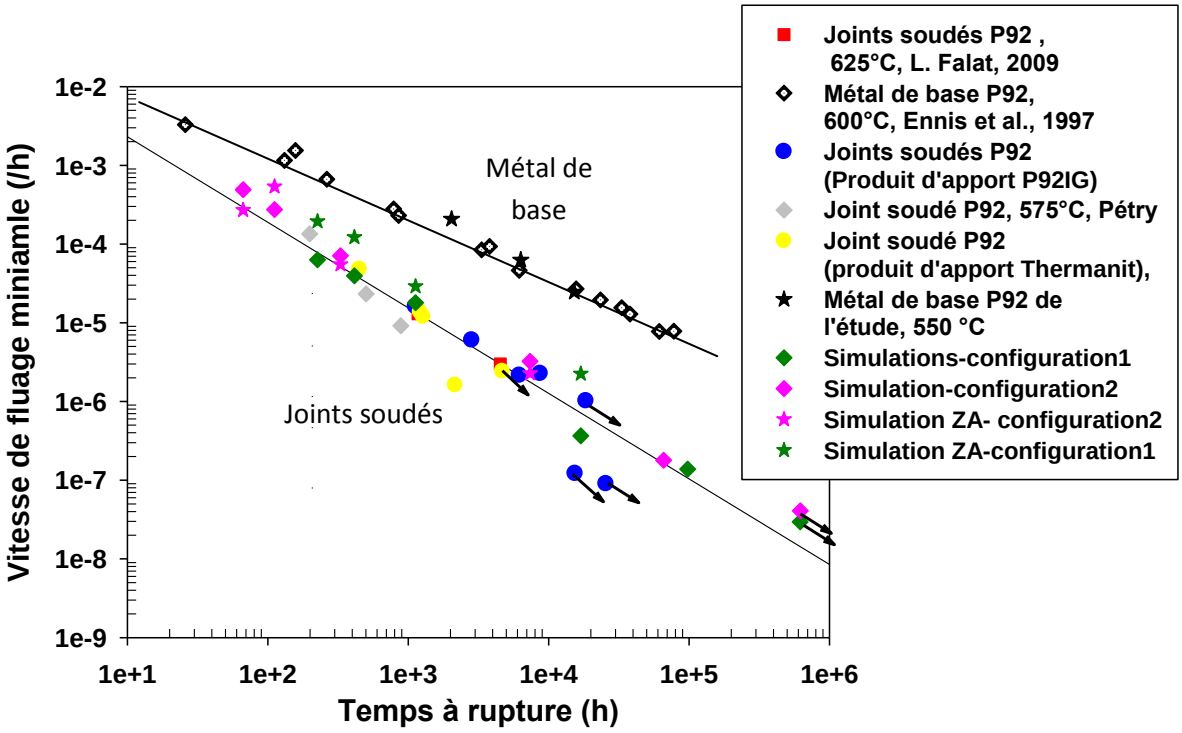


Figure 4-116 : vitesse de fluage minimale en fonction du temps à rupture des essais expérimentaux et simulés, comparés à des données de la littérature.

4.5.4 Conclusions

Dans l'optique de prédire les durées de vie des joints soudés en acier Grade 92, un modèle de comportement en fluage du joint soudé a été établi. Des calculs par éléments finis ont été réalisés en utilisant une approche multi-matériaux. Les modèles de comportement du métal de base, de la zone fondue et de la zone adoucie ont été préalablement établis et ont été intégrés dans le modèle complet du joint soudé.

Au-delà de 205 MPa, les durées de vie prédites par la simulation sont en accord avec les durées de vie des essais sur éprouvettes travers joint. Le modèle est donc pertinent. En-deçà de ce niveau de contrainte, il est difficile d'affirmer la validité du modèle puisqu'aucun résultat expérimental n'a pu être obtenu.

Les simulations ont été réalisées en modifiant la largeur de la zone adoucie. Pour des contraintes élevées, les résultats indiquent que les durées de vie du joint soudé sont plus élevées lorsque le rapport de l'épaisseur de la zone adoucie sur son diamètre, est inférieur. Ces constats mettent en avant les effets de confinement au sein de la zone adoucie, qui sont alors à l'origine du renforcement de la zone. Les taux de triaxialité atteignent des valeurs proches de 0,8 lorsque le rapport est petit. Il en résulte une amélioration du comportement du joint soudé à des niveaux de contraintes élevés. Ce phénomène n'a pas été observé sous des contraintes plus faibles. En effet, les taux de triaxialité atteints sont inférieurs. Ils sont de l'ordre de 0,4 dans la zone adoucie. Les contraintes et les déformations sont redistribuées de manière plus homogène à des contraintes plus basses.

Les durées de vie en fluage visées pour ces joints soudés en acier Grade 92 sont très élevées, de l'ordre de 60 ans, soit de plus de 500 000 heures. Pour de telles durées de vie, les mécanismes mis en jeu dans la déformation en fluage sont probablement d'une autre nature que ceux qui se produisent pour des courtes durées et à des contraintes élevées. Pour des durées de vie élevées, la déformation

et surtout l'endommagement en fluage seront probablement davantage influencés par un mécanisme de diffusion de lacunes. Dans ce cas, le modèle devra tenir compte des évolutions microstructurales qui se produisent dans de telles conditions. Un terme décrivant les phénomènes qui ont lieu à des niveaux de contraintes bas devra être intégré dans le modèle. Gaffard [Gaffard et al., 2005] et Panait [Panait, 2010] ont utilisé des modèles de comportement en fluage couplant l'écoulement en fluage et l'endommagement. L'endommagement par cavitation dans l'ensemble du volume, qui apparaît lors d'essais de fluage long terme, est responsable de la rupture en fluage.

Il est probable que la triaxialité des contraintes joue à la fois sur les mécanismes de déformation viscoplastique (renforcement par effet d'entaille) et sur les mécanismes d'endommagement (développement de la cavitation). Le poids relatif de ces deux contributions, en régime de basses contraintes, est inconnu, tout comme l'est le comportement de la zone fondue sous basses contraintes : pour cette famille d'aciers, les microstructures les plus résistantes au fluage sous hautes contraintes ne sont pas nécessairement les plus résistantes au fluage sous basses contraintes.

5 Conclusions générales et perspectives

L'objectif de cette étude était de caractériser la microstructure du joint soudé en acier Grade 92, ainsi que de caractériser et de modéliser son comportement en fluage à 550 °C.

La caractérisation expérimentale du joint soudé, et en particulier de la zone adoucie et de la zone fondue, a apporté des données quantitatives sur ces microstructures, à différentes échelles.

La microstructure de la zone adoucie ne présente pas de différences majeures avec la microstructure du métal de base aux différentes échelles considérées, à l'exception d'une différence de densité de dislocations.

Les profils de dureté ainsi que l'examen par microscopie électronique en transmission ont mis en évidence la présence d'une zone à petits sous-grains entre la ZAT et le métal de base. Il s'agit peut-être d'une zone affectée thermomécaniquement par le soudage, écrouie pendant la phase de soudage puis restaurée au cours du traitement thermique post-soudage.

Les conditions de bridage propres à la géométrie du joint étudié et aux paramètres de soudage utilisés pourraient être à l'origine de cette zone affectée thermomécaniquement. Un écrouissage de la zone adoucie, toujours au cours du soudage, pourrait peut-être expliquer pourquoi il n'a pas été possible de reproduire la zone adoucie par simple cyclage thermique, sans modifier le traitement thermique post-soudage.

Les essais de traction avec corrélation d'images ont permis de corréler la dureté à froid aux propriétés en traction à chaud.

Les résultats de la campagne d'essais de fluage à 550 °C indiquent qu'aux niveaux de contraintes explorés, y compris aux temps courts, la rupture se produit dans la zone de plus faible dureté, la zone adoucie, qui correspond également à la zone intercritique du joint soudé.

Les résultats des essais mécaniques ont mis en avant l'écart de propriétés en traction et en fluage important entre la zone adoucie et les autres zones du joint. La zone adoucie est confinée entre deux zones de plus grande résistance mécanique.

En particulier, les résultats des essais de fluage sur les éprouvettes entaillées en zone fondue indiquent que sa résistance en fluage, tout comme sa dureté, est significativement élevée, y compris par rapport aux résultats de la littérature. Ceci explique peut-être l'absence de rupture en zone fondue pour les forts niveaux de contraintes.

Deux approches ont été utilisées pour déterminer le comportement en fluage de la zone adoucie : des essais de fluage sur éprouvettes prélevées dans le joint et entaillées en zone adoucie, et des essais sur éprouvettes en microstructure de synthèse de la zone adoucie entaillées.

Les résultats obtenus par cette deuxième approche ne sont pas pleinement satisfaisants. Le traitement de détensionnement a été ajusté afin d'obtenir le critère de dureté visé. Par ailleurs, les propriétés en fluage de cette microstructure de synthèse ne sont pas comparables à celles de la zone adoucie réelle, en particulier aux basses contraintes.

La première approche a donc été la plus fiable et la plus adaptée, bien que la présence d'une entaille sévère augmente considérablement le taux de triaxialité dans la zone adoucie.

Pour l'ensemble des essais de fluage réalisés, la rupture est ductile.

Cette configuration est atypique par rapport à celles rencontrées dans la littérature pour cette famille d'aciers. L'écart de propriétés est donc accentué entre la zone adoucie et la zone fondue, ce qui a pour effet d'augmenter encore les effets de confinement. De tels effets ont donc été évalués numériquement par analyse des essais de fluage sur éprouvettes lisses en joint soudé.

Certaines caractéristiques métallurgiques des joints soudés sont encore inconnues et des examens supplémentaires mériteraient d'être réalisés. Tout d'abord, une caractérisation supplémentaire plus précise de la microstructure de la zone fondue permettrait de comprendre les raisons de sa dureté élevée. Il serait en outre intéressant de comparer cette microstructure avec celles d'autres zones fondues moins dures, réalisées à partir de procédés de soudage différents.

De plus, la comparaison entre les microstructures de la zone adoucie réelle et de la zone adoucie simulée devrait être approfondie. En particulier, la reproduction de cette microstructure par des cycles thermomécaniques plutôt que thermiques, permettraient d'observer l'effet possible d'un auto-bridage de la soudure sur la microstructure et les propriétés de la zone adoucie. L'analyse du chargement thermomécanique appliqué à la zone intercritique paraît indispensable pour avancer dans la compréhension de la formation de cette microstructure dans le cas du joint soudé étudié.

Une fois un cycle thermomécanique déterminé et la microstructure de la zone adoucie ainsi reproduite de manière plus satisfaisante, des essais de fluage suffisamment longs permettraient, entre autres, de confirmer ou non la représentativité de la microstructure simulée.

6 Références bibliographiques

[Abe, 1997] F. Abe, Evolution of microstructure and acceleration of creep rate in tempered martensitic 9Cr-W steels*, Materials Science and Engineering*, 234-236, p. 1045-1048, 1997

[Abe, 2001] F. Abe*,* Creep rates and strengthening mechanisms in tungsten-strengthened 9Cr steels, *Materials Science and Engineering* A, 319-321, p. 770-773, 2001

[Abe, 2004] F. Abe, Bainitic and martensitic creep-resistant steels, *Current Opinion in Solid State and Materials Science,* 8 , p. 305-311 (2004)

[Abe et al, 2004] F. Abe, T. Horiuchi, M. Taneike, K. Sawada, Stabilization of martensitic microstructure in advanced 9Cr steel during creep at high temperatur*e, Materials Science and Engineering* A, 378, p. 299-303, 2004

[Abe et al., 2007] F. Abe, M. Taneike, K. Sawada, Alloy design of creep resistant 9Cr steel using a dispersion of nano-sized carbonitrides*, International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 84, p. 3-12, 2007.

[Abe et al., 2007] F.Abe, M. Tabuchi, M. Kondo, S. Tsukamoto, Suppression of Type IV fracture and improvement of creep strength of 9Cr steel welded joints by boron addition, *International Journal of Pressure Vessels and Piping,* 84, p. 44-52, 2007

[Abe et al., 2010] F.Abe, M. Tabuchi, S. Tsukamoto, T. Shirane, Microstructure evolution in HAZ and suppression of type IV fracture in advanced ferritic power plant steels, *International Journal of Pressure Vessels and Piping,* 87, p. 598-604, 2010

[Albert at al., 2005] S.K. Albert, M. Kondo, M. Tabuchi, F. Yin, K. Sawada, F. Abe, Improving the Creep Properties of 9Cr-3W-3Co-NbV steels and their weld joints by the addition of boron, *Metallurgical and Materials Transactions A,* 36, p. 333-343, 2005

[Andren et al., 1995] H.O. Andren, G. Cai, L.E. Svensson , Microstructure of heat resistant chromium steel weld metals, *Applied Surface Science,* 87-88, p. 200-206, 1995

[Arivazhagan et al., 2008] B. Arivazhagan, S. Sundaresan, M. Kamaraj, Effect of TIG arc surface melting process on weld metal toughness of modified 9Cr-1Mo (P91) steel, *Materials Letters,* 62, p. 2817-2820, 2008

[Barcelo et al., 2010] F. Barcelo, J.-L. Bechade, B. Fournier, Orientation relationship in various 9%CRr ferritic/martensitic steels – EBSD comparison between Nishiyama-Wassermann, Kurdjumov-Sachs and Greninger Troiano, *Phase Transitions*, 83, No. 8, p. 601-614, 2010

[Bauer et al., 2010] M. Bauer, E. Roos, A. Klenk, K. Maile, Investigations of the high temperature behaviour of welded martensitic joints*, Engineering fracture mechanics,* 77, p. 3000-3010, 2010

[Besson et Foerch, 1997] J. Besson, R. Foerch, Large scale object-oriented finite element code design. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering,* 142, p. 165-187, 1997

[Bornert, 1996] M. Bornert, Morphologie microstructurale et comportement mécanique ; caractérisations expérimentales, approches par bornes et estimations autocohérentes généralisées, *Thèse*, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 1996

[Brachet, 1991] J.C. Brachet, Alliages martensitiques 9Cr-1Mo : effets de l'addition de l'azote, du niobium et du vanadium sur la microstructure, les transformations de phase et les propriétés mécaniques, *Thèse,* Paris XI, 1991

[Brachet, 1995] J.C. Brachet, Correlation between thermoelectric power (TEP) and martensite start temperature (Ms) measurements of 9Cr-W-V-(Ta) martensitic steels, *Journal de Physique IV*, Colloque C8, 5, p. 339-344, décembre 1995

[Cai et al., 1997] G.J. Cai, H.O. Andren, L.E. Svensson, Effect of cooling after welding on microstructure and mechanical properties of 12% Cr steel weld metals, *Metallurgical and Materials Transactions*, 28A, p. 1417-1428, 1997

[Chen et al., 2012] Y.X. Chen, W. Yan, W. Wang, Y.Y. Shan, K. Yang, Constitutive equations of the minimum creep rate for 9% Cr heat resistant steels, *Materials Science and Engineering A*, 534, p. 649-653, 2012

[Cerri et al., 1998] E. Cerri, E. Evangelista, S. Spigarelli, P. Bianchi, Evolution of microstructure in a modified 9Cr-1Mo steel during short term creep, *Materials Science and Engineering A*, 245, p. 285-292, 1998.

[Das et al., 2012] C.R. Das, S.K. Albert, A.K. Bhaduri, B.S. Murty, Understanding room temperature deformation behavior through indentation studies on modified 9Cr-1Mo steel weldments, *Materials Science and Engineering A*, 552, p. 419-426, 2012

[Dean et al., 2006] D. Dean, M. Hidekazu, Prediction of welding residual stress in multi-pass butt-welded modified 9Cr-1Mo steel pipe considering phase transformation effects, *Computational Materials Science,* 37, p. 209-219, 2006

[Doumalin, 2000] P. Doumalin, Microextensométrie locale par corrélation d'images numériques, application aux études micromécaniques par microscopie électronique à balayage, Thèse, Ecole Polytechnique, 2000

[Duthilleul] R. Duthilleul, Etude des évolutions microstructurales lors d'un traitement thermique rapide à haute température d'un acier martensitique de type 9Cr1Mo(Nb,V), *Rapport de stage interne*, CEA

[Eggeler, 1989] G. Eggeler, The effect of long term creep on particle coarsening in tempered martensite ferritic steels, *Acta Metallurgica*, 37, p. 3225-3234, 1989

[Eggeler et al., 1994] G. Eggeler, A. Ramteke, M. Coleman, B. Chew, G. Peter, A. Burblies, J. Hald, C. Jefferey, J. Rantala, M. deWitte and R. Morhmann, Analysis of creep in a welded P91 pressure vessel, *International Journal of Pressure Vessel and Piping,* 60, p. 237-257, 1994

[Ennis et al., 1997] P. J. Ennis, A. Zielinska-Lipiec, O. Wachter and A. Czyrska-Filemonowicz, Microstructural stability and creep rupture strength of the martensitic steel P92 for advanced power plant*, Acta Metallurgica,*45, n° 12, p 4901-4907*,* 1997

[Ennis et al., 2000] P.J. Ennis, W.J Quadakkers, 9-12% chromium steels : application limits and potential for further development, *In: Parsons 2000 Advanced materials for 21st century turbines and*

power plant. Proceedings of the fifth international Charles Parsons turbine conference, ed. A. Strang, WM Banks et al., IOM, p. 265-275, 2000

[Ennis et al., 2000] P.J. Ennis, A. Zielinska-Lipiec and A. Czyrska-Filemonowicz, Quantitative microscopy and creep strength of 9% chromium steels for advanced power stations, *In: Parsons 2000 Advanced materials for 21st century turbines and power plant. Proceedings of the fifth international Charles Parsons turbine conference,* ed. A. Strang, WM Banks et al., IOM, p. 498-507, 2000

[Ennis et al., 2000] P.J. Ennis, A. Zielinska-Lipiec, A. Czyrska-Filemonowicz, Influence of heat treatments on microstructural parameters and mechanical properties of P92 steel, *Materials Science and Technology*, 16, p. 1226-1233, 2000.

[Ennis, 2003] P. J. Enni, A. Czyrska-Filemonowicz, Recent advances in creep-resistant steels for power plant applications, *Sadhana Academy Proceedings in Engineering Sciences*, 28, p. 709-730, 2003.

[Falat et al., 2009] L. Falat, A. Vyrostkova, V. Homolova, M. Svoboda, Creep deformation and failure of E911/ E911 and P92/P92 similar weld-joints, *Engineering Failure Analysis*, 16, p. 2114-2120, 2009

[Gaffard, 2005] V. Gaffard, Experimental study and modelling of high temperature creep flow and damage behaviour of 9Cr1Mo-NbV steel weldments, *Thèse*, Ecole des Mines de Paris, 2005

[Gaffard et al, 2005] V. Gaffard, A.F. Gourgues-Lorenzon, J. Besson, High temperature creep flow and damage properties of 9Cr1MoNbV steels : Base metal and weldment, *Nuclear Engineering and Design,* 235, p. 2547-2562, 2005

[Gaffard et al., 2005] V. Gaffard, A.F. Gourgues-Lorenzon, J. Besson, High temperature creep flow and damage properties of the weakest area of 9Cr1Mo-NbV martensitic steel weldments, *ISIJ International*, 45, No. 12, p. 1915-1924, 2005

[Gaffard et al., 2005] V. Gaffard, J. Besson,, A.-F. Gourgues-Lorenzon, Creep failure model of a tempered martensitic stainless steel integrating multiple deformation and damage mechanisms, *International Journal of Fracture* , 133, p. 139-166, 2005

[Gao et al., 2012] Q. Gao, X. Di, Y. Liu, Z. Yan, Recovery and recrystallization in modified 9Cr-1Mo steel weldments after post weld heat treatment, *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 93-94, p. 69-74, 2012

[Giroux et al., 2010] P.F. Giroux, F. Dalle, M. Sauzay, J. Malaplate, B. Fournier, A.F. Gourgues-Lorenzon, Mechanical and microstructural stability of P92 steel under uniaxial tension at high temperature, *Materials Science and Engineering A*, 527, p. 3984-3993, 2010

[Gurson, 1977] A.L. Gurson, Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth : Part I – Yield criteria and flow rules for porous ductile media, *Journal of Engineering Materials and Technology*, 99, p. 2-15, 1977

[Hald and Korcakova, 2003] J. Hald, L. Korcakova, Precipitate stability in creep resistant ferritic steels – experimental investigations and modeling, *ISIJ International*, 43, p. 420-427, 2003.

[Hald, 2008] J. Hald, Microstructure and long-term creep properties of 9-12% Cr steels, *International Journal of Pressure Vessels and Piping,* 85, p. 30-37, 2008.

[Haney et al., 2009] E.M. Haney, F. Dalle, M. Sauzay, L. Vincent, I. Tournié, L. Allais, B. Fournier, Macroscopic results of long-term creep on a modified 9Cr–1Mo steel (T91), *Materials Science and Engineering A* , 510-511, p. 99-103, 2009.

[Hasegawa et al., 2009] Y. Hasegawa, M. Sugiyama, K. Kawakami, Type IV damage mechanism due to the microstructure weakening in the HAZ of a multi-layer welded joint of the W containing 9% Cr ferritic creep resistant steel*, Proceedings of the ECCC Creep conference*, 21-23 April 2009, Zurich

[Hättestrand and Andrén, 2001] M. Hättestrand, H.-O. Andrén, Evaluation of particle size distributions of precipitates in a 9% chromium steel using energy filtered transmission electron microscopy, *Micron* 32, p. 789-797, 2001.

[Heuser and Jochum, 2001] H. Heuser, C. Jochum, Properties of matching filler Metals for P91, E911 and P92, in : *Proc. 3RD conf. on advances in material technology for fossil power plants*, ed. R. Viswanathan et al., Inst of Materials, 2001

[Hild et al., 2002] F. Hild, B. Raka, M. Baudequin, S. Roux and F. Cantelaube, Multiscale displacement field measurements of compressed mineral wool samples by digital image correlation, *Applied optics*, 41, p. 6815-6828, 2002

HKL Technology, Channel 5, 2001

[Hofer et al., 2000] P. Hofer, M.K. Miller, S.S. Babu, S.A. David, H. Cerjak, Atom probe field ion microscopy investigation of boron containing martensitic 9 pct chromium steel, *Metallurgical and materials transactions A*, 31, p. 975-984, 2000

[Hyde et al., 2001] T.H. Hyde, W. Sun, A.A. Becker, Creep crack growth in welds : a damage mechanics approach to predicting initiation and growth of circumferential cracks, *International journal of pressure vessels and piping,* 78, p. 765-771, 2001

[Hyde et al., 2003] T.H. Hyde, W. Sun, P.A. Agyakwa, P.H. Shipeay, J.A. Williams, Anisotropic creep and fracture behavior of 9CrMoNbV weld metal at 650 °C, in : *Anisotropic Behavior of Damaged Materials*, ed. JJ. Skrzypek, AW. Ganczarski, Springer, p. 295-316, 2003

[Igarashi, 2000] M. Igarashi, S. Muneki, H. Kutsumi, T. Itagaki, N. Fujitsuna and F. Abe, A new concept for strengthening of advanced ferritic steels for USC power plant, *In: Parsons 2000 Advanced materials for 21st century turbines and power plant. Proceedings of the fifth international Charles Parsons turbine conference,* ed. A. Strang, WM Banks et al., IOM, p. 334-347, 2000

[Irvine et al., 1960] K.J. Irvine, D.J. Crowe, F.B. Pickering, The physical metallurgy of 12% chromium steels, *Journal of the Iron ans Steel Institute*, 1960

[Jiang et al., 2007] Y.P. Jiang, W.L. Guo, X.J. Shao, On the study of the effects of notch shape on the creep damage under cyclic loading, *International Journal of Fatigue*, 29, p. 836-842, 2007

[Kakhovskii et al., 1980] N.I. Kakhovskii, V.N. Lipodaev, G.V. Fadeeva, The arc welding of stable austenitic corrosion-resisting steels and alloys, *Avtomaticheskaya Svarka*, 33, p. 55-57, 1980

[Kaneko et al., 2004] K. Kaneko, S. Matsumura, A. Sadakata, K. Fujita, W-J. Moon, S. Ozaki, N. Nishimura, Y. Tomokiyo, Characterization of carbides at different boundaries of 9Cr-steel, *Materials Science and Engineering A*, 374, p. 82-89, 2004

[Kasl et al., 2009] J. Kasl, D. Jandova, V. Kanta, Development of microstructure of weld joint of P92 steel after creep testing, *ECCC Creep conference*, 21-23 April 2009, Zurich

[Kim et Lim, 2008] B. Kim, B. Lim, Local creep evaluation of P92 steel weldment by small punch creep test, *Acta Mechanica Solida Sinica*, 21, No.4 , p. 312-317, 2008.

[Kitahara et al., 2006] H. Kitahara, R. Ueji, N. Tsuji, Y. Minamino, Crystallographic features of lath martensite in low carbon steel, *Acta Materialia* 54, p. 1279-1288, 2006

[Klueh, 2001] R. L. Klueh, D. R. Harries, *High chromium ferritic and martensitic steels for nuclear applications*, American Society for Testing and Materials, 2001

[Korcakova et al., 2001] L. Korcakova, J. Hald, M.A.J. Somers, Quantification of Laves phase particle size in 9CrW steel, *Materials Characterization,* 47, p. 111-117, 2001

[Krauss, 1999] G. Krauss, Martensite in steel: strength and structure*, Materials Science and Engineering A,* 273-275, p. 40-57, 1999

[Laha et al., 2007] K. Laha, K.S. Chandravathi, P. Parameswaran, K. Bhanu Sankara Rao, S.L. Mannan, Characterization of microstructures across the Heat-Affected Zone of the modified 9Cr-1Mo weld joint to understand its role in promoting type IV cracking, *Metallurgical and materials transactions A*, 38, p. 58-68, 2007

[Lecompte et al., 2012] D. Lecompte, A. Smits, S. Bossuyt, H. Sol, J. Vantomne, D. Van Hemelrijck, A.M. Habraken, Quality assessment of speckle patterns for digital image correlation, *Optics and Lasers in Engineering*, 44, p. 1132-1145, 2006

[Lee et al., 2006] J.S. Lee , H.G. Armaki, K. Maruyama, T. Muraki , H. Asahi, Causes of breakdown of creep strength in 9Cr–1.8W–0.5Mo–VNb steel, *Materials Science and Engineering* A, 428, p. 270-275, 2006

[Lippold et Kotecki, 2005] J.C. Lippold et D.J. Kotecki, *Welding metallurgy and weldability of stainless steels*, Wiley, 2005

[Liu et al., 2010] L. Liu, Z.-G. Yang, C. Zhang, W.-B. Liu, An in situ study on austenite memory and austenitic spontaneous recrystallization of a martensitic steel, *Materials Science and Engineering A* 527, p. 7204-7209, 2010

[Masuyama, 2010] F. Masuyama, Effect of specimen size and shape on creep rupture behavior of creep strength enhanced ferritic steel welds, *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 87, n° 11, p. 617-623, 2010

[Matsui et al., 2001] M. Matsui, M. Tabuchi, T. Watanabe, K. Kubo, J. Kinugawa, F. Abe, Degradation of creep strength in welded joint of 9%Cr steel, *ISIJ international,* 41, p. s126-s130, 2001

[MacKenzie, 1958] J.K. MacKenzie, Second paper on statistics associated with the random disorientation of cubes, *Biometrika*, p. 229-240, 1958 (est ce bien de cet article que tu parles ?)

[Mohyla et al., 2012] P. Mohyla, Z. Kubon, P. Tomcik, J. Mracek, Creep properties of base material and welded joint of steel P92, in : *Metal 2012*, 23-25 mai 2012, Brno, Czech Republic, 5 p.

[Morito et al., 2006] S. Morito, X. Huang, T. Furuhara, T. Maki, N. Hansen, The morphology and crystallography of lath martensite in alloy steels, *Acta Materialia*, 54, p. 5323-5331, 2006

[Mythili, 2003] R. Mythili, V.T. Paul, S. Saroja, M. Vijayalakshmi, V.S. Raghunathan, Microstructural modification due to reheating in multipass manual metal arc welds of 9Cr-1Mo steel, *Journal of Nuclear Materials*, 312, p. 199-206, 2003

[Naumenko et Altenbach, 2005] K. Naumenko, H. Altenbach, A phenomenological model for anisotropic creep in a multipass weld metal, *Archive of Applied Mechanics*, 74, p. 808-819, 2005

[Oñoro, 2006] J. Oñoro, Weld metal microstructure analysis of 9-12%Cr steels, *International Journal of Pressure Vessels and Piping,* 83, p. 540-545, 2006

[Oñoro, 2006] J. Oñoro, Martensite microstructure of 9-12% Cr steels weld metals, *Journal of Materials Processing Technology,* 180, p. 137-142, 2006

[Paddea et al., 2012] S. Paddea, J.A. Francis, A.M. Paradowska, P.J. Bouchard, I.A. Shibli, Residual stress distributions in a P91 steel-pipe girth weld before and after post weld heat treatment, *Materials Science and Engineering A,* 534, p. 663-672, 2012

[Panait et al., 2010] C.G. Panait, A. Zielińska-Lipiec, T. Koziel, A. Czyrska-Filemonowicz, A.-F. Gourgues-Lorenzon, W. Bendick, Evolution of dislocation density, size of subgrains and MX-type precipitates in a P91 steel during creep and during thermal ageing at 600°C for more than 100,000 h, *Materials Science and Engineering A*, 527, p. 4062-4069, 2010

[Panait, 2008] Metallurgical evolution of 9-12% chromium heat resistant steels during creep, progress report, 2008

[Panait, 2010] C. Panait, Metallurgical evolution and creep strength of 9-12% Cr heat resistant steels at 600 C and 650 °C, *Thèse*, Mines ParisTech, 2010

[Patriarca et al., 1976] P. Patriarca, SD. Harkness, JM. Duke, LR. Copper, U.S. advanced materials development program for steam generators, *Nuclear Technology*, 28(3), p. 516-536, 1976

[Périé et al., 2009] J. N. Périé, H. Leclerc, S. Roux, F. Hild, Digital image correlation and biaxial test on composite material for anisotropic damage law identification, *International Journal of Solids and Structures*, 46, p. 2388-2396, 2009

[Pešička et al., 2003] J. Pešička, R. Kuzel, A. Dronhofer, G. Eggeler, The evolution of dislocation density during heat treatment and creep of tempered martensite ferritic steels*, Acta Materialia,* 51, p. 4847-4862, 2003

[Pešička et al., 2004] J. Pešička, A. Dronhofer, G. Eggeler, Free dislocations and boundary dislocations in tempered martensite ferritic steels, *Materials Science and Engineering* A, 387-389, p. 176-180, 2004

[Pétry et al., 2009] C. Petry, E. Gariboldi, Experimental characterisation and modelling of the creep properties of a P92 steel weldment, in : *ECCC Creep Conference*, 21-23 Avril 2009, Zurich

[Pétry et al., 2009] C. Pétry, G. Lindet, Modelling creep behaviour and failure of 9Cr-0,5Mo-1,8W-VNb steel, *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 86, p. 486-494, 2009.

[Randle and Engler, 2000] V. Randle, O. Engler, *Introduction to texture analysis : macrotexture, microtexture and orientation mapping*, Gordon and Breach, 2000

[Rice et Tracey, 1969] J.R. Rice, D.M. Tracey, On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 17, p. 201-217, 1969

[Richardot et al., 2006] D. Richardot, J.C. Vaillant, B. Arbab, W. Bendick, The T92/P92 book, Edition V&M, 2000

[Rykalin, 1957] N. N. Rykalin, Calculation of heat flow in welding, Verlag Technik, Berlin, 45, 1957

[Sawada et al., 1999] K. Sawada, M. Takeda, K. Maruyama, R. Ishii, M. Yamada, Y. Nagae, R. Komine, Effect of W on recovery of lath structure during creep of high chromium martensitic steels, *Materials Science and Engineering* A, 627, p. 19-25, 1999

[Sawada et al., 2001] K. Sawada, K. Kubo, F. Abe, Creep behavior and stability of MX precipitates at high temperature in 9Cr-0.5Mo-1.8W-VNb steel, *Materials Science and Engineering A*, 319-321, p. 784-787, 2001

[Schaeffler, 1949] A.L. Schaeffler, Constitution diagram for stainless steel weld metal, *Metal Progress*, 56, (11), p. 680-680B, 1949

[Shen et al., 2009] Y.Z. Shen, S.H. Kim, H.D. Cho, C.H Han, W.S. Ryu, Precipitate phases of a ferritic/martensitic 9% Cr steel for nuclear power reactors, *Nuclear Engineering and Design,* 239, p. 648-654, 2009

[Shtansky et al., 2000] DV. Shtansky, K. Nakai, Y. Ohmori, Decomposition of martensite by discontinuous like precipitation reaction in an Fe-17Cr-0.5C alloy, *Acta materialia*, 48, p. 969-983, 2000

[Sklenicka et al., 2003] V. Sklenicka, K. Kucharova, M. Svoboda, L. Kloc, J. Bursik, A. Kroupa, Long-term creep behavior of 9–12%Cr power plant steels, *Materials Characterization*, 51, p. 35-48, 2003

[Sonderegger et al., 2008] B. Sonderegger, S. Mitsche, H. Cerjak, Microstructural analysis on a creep resistant martensitic 9-12% Cr steel using the EBSD method, *Materials Science and Engineering A*, 481-482, p. 466-470, 2008.

[Spigarelli and Quadrini, 2002] S. Spigarelli, E. Quadrini, Analysis of the creep behaviour of modified P91 (9Cr-1Mo-NbV) welds, *Materials and design*, 23, p. 547-552, 2002

[Tabuchi et al., 2010] M. Tabuchi, A.T. Yokobori Jr. , R. Sugiura , M. Yatomi , A. Fuji, K. Kobayashi, Results of a Japanese round robin program for creep crack growth using Gr.92 steel welds, *Engineering Fracture Mechanics*, 77, n° 15, p. 3066-3076, 2010

[Tak et al., 2009] K.-G. Tak, U. Schulz, G. Eggeler, On the effect of micrograin crystallography on creep of FeCr alloys, *Materials Science and Engineering* A, 510-511, p. 121-129, 2009

[Tóth et al., 2010] L.S. Tóth, B. Beausir, C.F. Gu, Y. Estrin, N. Scheerbaum, C.H.J. Davies, Effect of grain refinement by severe plastic deformation on the next-neighbor misorientation distribution, *Acta Materialia,* 58, p. 6706-6716, 2010.

[Touboul et al., 2012] M. Touboul, J. Crépin, G. Rousselier, F. Latourte, S. Leclercq, Identification of local viscoplastic properties in P91 welds from full field measurements at room temperature and 625°C, *Experimental Mechanics*, 2012, à paraitre

[Touboul et al., 2012] M. Touboul, J. Crépin, G. Rousselier, C. Pétry, F. Latourte, Caractérisation par mesure de champ de l'hétérogénéité de comportement de cordon de soudure en alliage P91 et identification des paramètres de loi de comportement, in : *Matériaux 2010*, Nantes, France, 11 p.

[V & M, 2000] Vallourec & Mannesmann Tubes, The T92/P92 Book.

[Vaillant et al., 2008] J.-C. Vaillant, B. Vandenberghe, B. Hahn, H. Heuser, C. Jochum, T/P23, 24, 911 and 92 : New grades for advanced coal-fired power plants- Properties and experience, *International Journal of Pressure Vessels and Piping,* 85, p. 38-46, 2008.

[Vivier, 2009] F. Vivier, Fluage à 500°C d'un joint soudé d'un acier 9Cr-1Mo modifié. Evolution de la microstructure et comportement mécanique, *Thèse*, Ecole des Mines de Paris, 2009.

[Vivier, 2010] F. Vivier, A.F. Gourgues-Lorenzon, J. Besson, Creep rupture of a 9Cr1MoNvV steel at 500°C : base metal and welded joint, *Nuclear Engineering and Design,* 240, p. 2704-2709, 2010

[H. Wang et al., 2009] H. Wang, H. Zhang, J. Li, Microstructural evolution of 9Cr-1Mo deposited metal subjected to weld heating*, Journal of Materials Processing Technology*, 209, p. 2803-2811, 2009

[Wang et al., 2009] X. Wang, Z. Shi, Q.G. Pan, H.L. Wu, High-temperature creep properties of fine grained heat-affected zone in P92 weldment, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 19, p. s772-s775, 2009

[Warbichler et al., 1998] P. Warbichler, F. Hofer, P. Hofer, E. Letofski, On the application of energy-filtering TEM in materials science: III. precipitates in steel, *Micron,* 29, p. 63-72, 1998

[Watanabe et al., 2006] T. Watanabe, M. Tabuchi, M. Yamazaki, H. Hongo, T. Tanabe, Creep damage evaluation of 9Cr-1Mo-V-Nb steel welded joints showing type IV fracture, *International Journal of Pressure Vessels and Piping,* 83, p. 63-71, 2006

[Xue et al., 2012] W. Xue, P. Qian-gang, R. Yao-yao, S. Wei, Z. Hui-qiang, H. Hong, Microstructure and type IV cracking behavior of HAZ in P92 steel weldment, *Materials Science and Engineering A*, 552, p. 493-501, 2012

[Yaghi et al., 2008] A.H. Yaghi, T.H. Hyde, A.A. Becker, W. Sun, Finite element simulation of welding and residual stresses in a P91 steel pipe incorporating solid-state phase transformation and post-weld heat treatment, *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, 43, p. 275-293, 2008

[Zielinska et al., 1997] A. Zielinska-Lipiec, A. Czyrska-Filemonowicz, P.J. Ennis, O. Wachter, The influence of heat treatments on the microstructure of 9% chromium steels containing tungsten, *Journal of Materials Processing Technology*, 64, n° 1-3, p. 397-405, 1997

7 Annexe

7.1 Etape de nettoyage de la cartographie EBSD : élimination des artefacts.

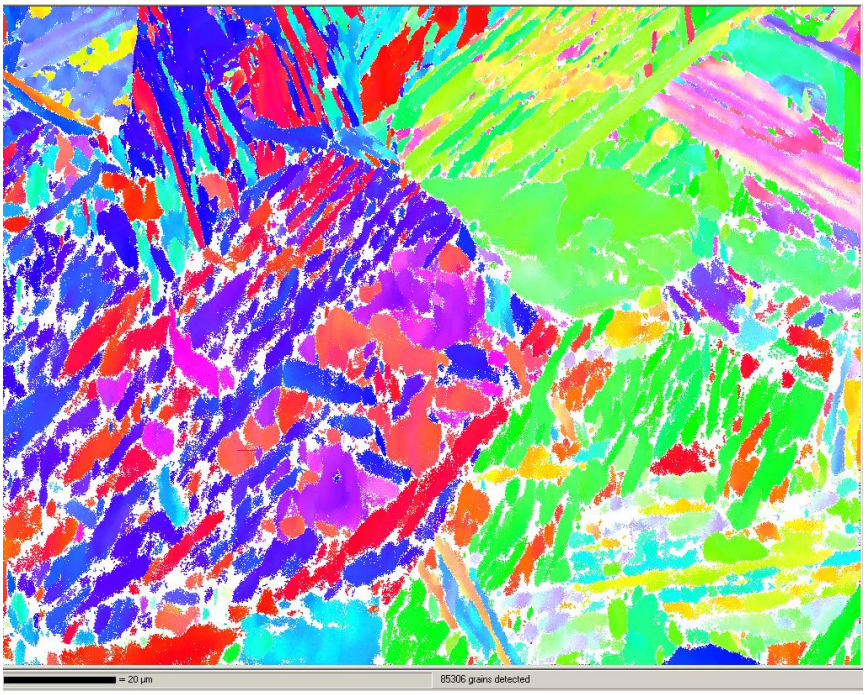


Figure 7-1 : cartographie MB3 brute, avant l'étape de nettoyage.

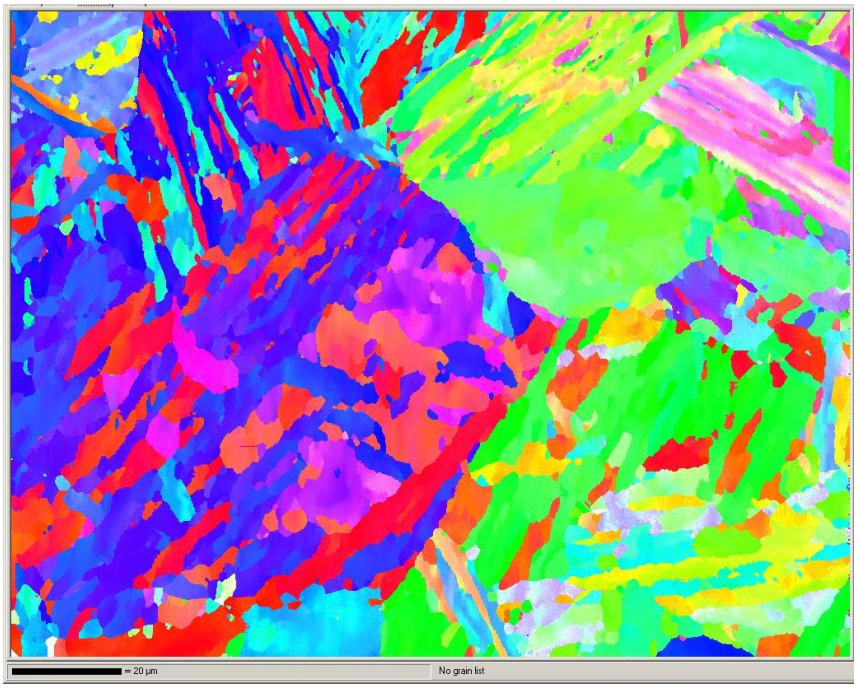


Figure 7-2 : cartographie MB3 après l'étape de nettoyage.

7.2 Résultats de l'étude statistique des blocs de lattes

7.2.1 Outils statistiques et procédure de dépouillement

Les deux zones ont été comparées à travers les distributions de trois grandeurs : tailles de blocs, facteurs de forme et désorientations.

Dans un premier temps, les deux méthodes de mesures de tailles de grains ont été comparées à partir des distributions du métal de base. La méthode la plus représentative de la distribution de tailles de grains a été conservée pour la suite de l'étude.

Le métal de base est choisi comme zone de référence pour le choix de la méthode de dépouillement, d'une part car il s'agit de la microstructure initiale, et d'autre part à cause de sa morphologie « défavorable », sous forme de paquets et de blocs de lattes non équiaxes.

Dans un second temps, les distributions de tailles de blocs obtenues à partir des cartographies du métal de base ont été étudiées et comparées. Cette étude a été reproduite sur les cartographies de la zone adoucie.

Dans un troisième temps, les distributions des tailles de blocs des deux zones ont été comparées.

La même démarche comparative a été appliquée pour ces trois étapes.

- ✓ Les distributions des effectifs cumulés des données expérimentales ont tout d'abord été comparées entre elles.
- ✓ Leurs paramètres statistiques ont été comparés (moyenne, écart-type, coefficient d'asymétrie).
- ✓ Pour terminer, des tests d'adéquation ont été appliqués à ces distributions, d'une part afin de les comparer entre elles et d'autre part pour vérifier si elles étaient ou non de nature log-normale.

7.2.1.1 Test du χ^2

La mise en application du test du χ^2 nécessite au préalable de grouper les données en classes.

Chaque hauteur de classe, correspondant à l'effectif de la classe, est comparée à la valeur calculée à partir de la distribution théorique, ici une loi log-normale.

Ensuite, la distance du Khi 2, notée Q, est évaluée :

$$Q = \sum_{i=1}^{m} \frac{(n_j - f_0(x))^2}{f_0(x)} \qquad (1)$$

Pour les m classes, les n_j sont les valeurs mesurées, soit les hauteurs des classes, les $f_0(x)$ sont les valeurs théoriques attendues, c'est-à-dire les valeurs calculées à partir de la distribution log-normale. x est prise au centre de la classe donc d'après la figure 9, x correspond à 0.5*(a_i + b_i).

Le test du X^2 évalue l'écart global entre les distributions.

La moyenne des distances est évaluée. Ainsi, un écart ponctuellement important entre une hauteur de classe et la distribution log-normale aura un impact modéré sur le résultat du test.

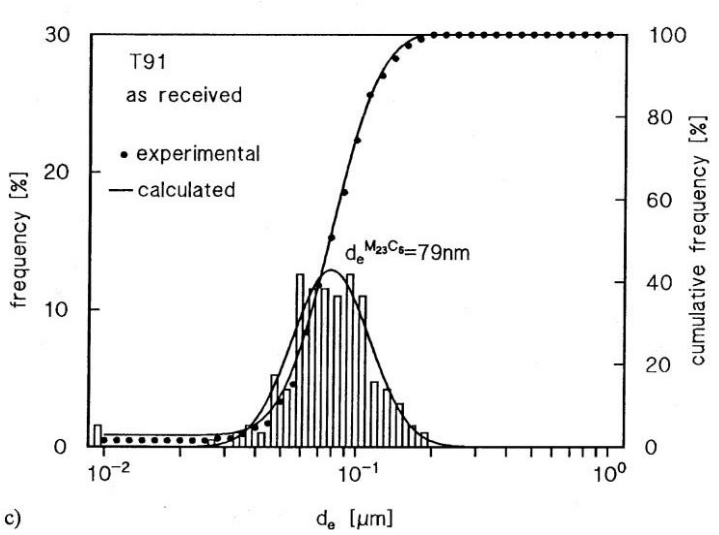


Figure 7-3 : illustration de la mise en application du test du χ^2, à partir d'une distribution de tailles de précipités: comparaison des hauteurs de classe avec la loi à tester [Cerri et al., 1998].

7.2.1.2 Test de KS

Ce test est appliqué pour comparer les séries de données expérimentales avec leurs distributions log-normales associées, ainsi que les distributions expérimentales entre elles.

Le principe du test est de calculer la distance maximale K entre la distribution de données expérimentales et la distribution log-normale.

$$K = max|S_N(x) - P(x)|$$

$S_N(x)$ est la fonction de distribution des données expérimentales et P(x) est la fonction de distribution log-normale.

A l'inverse du test du χ^2, aucune hypothèse préalable n'est nécessaire pour la réalisation du test du KS.

Néanmoins, ce test est très sensible aux écarts. En particulier, la méthode des « intercepts » sera plus facilement discréditée lors de l'application du test. En effet, le choix du nombre de lignes nécessite un compromis entre la mesure d'un grand nombre de grains et la minimisation du nombre de grains mesurés plusieurs fois. Certains grains sont donc mesurés plusieurs fois.

La répétition d'une même valeur induit une élévation de la valeur de la probabilité cumulée et ainsi une augmentation de la distance du KS mesurée, notée K sur le schéma de la Figure 7-4.

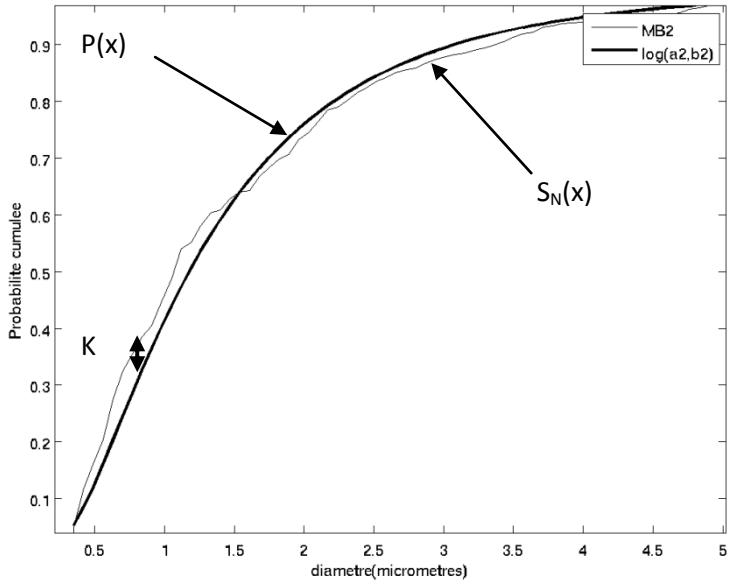


Figure 7-4 : illustration du test du KS : mesure de la distance entre la distribution expérimentale et la loi théorique.

Le seuil critique dépend du nombre de données. Le test de KS sera d'autant plus sévère que le nombre de données est élevé.

7.2.2 Résultats des tests statistiques

7.2.2.1 Adéquation entre les distributions de tailles de blocs dans le métal de base

Les résultats des tests du KS entre les différentes séries de données expérimentales sont présentés dans le Tableau 7-1.

	MB1 - MB2	**MB1 - MB3**	**MB2 - MB3**	**MB1 - MB-total**	**MB2 - MB-total**	**MB3 - MB-total**
Test du KS	H12 =1	H13 = 1	H23 = 1	H1T = 0	H2T = 1	H3T = 1
	P12 = $1{,}13.\ 10^{-12}$	P13 = 0,02	P23 = $1{,}56.\ 10^{-16}$	P1T = 0,66	P2T = $8{,}59.\ 10^{-12}$	P3T = 0,01
	K12 = 0,24	K13 = 0,08	K23 = 0,27	K1T = 0,03	K2T = 0,21	K3T = 0,07

Tableau 7-1 : résultats des tests d'adéquation entre chacune des séries de données expérimentales du métal de base, obtenues par la méthode des « intercepts » horizontaux.

Les tests de KS valident l'adéquation entre la série de données expérimentales MB1 et MB-total. Par ailleurs, les valeurs de p entre les séries MB1 et MB3 et les séries MB3 et MB-total sont relativement peu éloignées de 5%. La distance maximale entre ces distributions est donc relativement peu élevée. Ceci indique que ces trois distributions sont proches (au sens des tests statistiques effectués) et suggère que les distributions sont représentatives de la même distribution de tailles de blocs.

7.2.2.2 Adéquation entre les distributions de facteurs de forme dans le métal de base

Les tests de KS réalisés sur ces quatre séries de données confirment l'adéquation entre les trois séries de données, MB1, MB3 et MB-total (Tableau 7-2).

	MB1 - MB2	MB1 - MB3	MB2 - MB3	MB1 - MB-total	MB2 - MB-total	MB3 - MB-total
Test du KS	H12 = 1	H13 = 0	H23 = 1	H1T = 0	H2T = 1	H3T = 0
	P12 = $6{,}43.\ 10^{-09}$	P13 = 0,63	P23 = $2{,}10.\ 10^{-07}$	P1T = 0,3218	P2T = $2{,}21.\ 10^{-07}$	P3T = 0,53
	K12 = 0,22	K13 = 0,03	K23 = 0,2	K1T = 0,03	K2T = 0,19	K3T = 0,03

Tableau 7-2 : différents paramètres statistiques évalués pour chaque série de données du métal de base.

Comme pour la taille des blocs, au vu des données du tableau 11, les cartographies MB1 et MB3 sont considérées comme suffisamment grandes pour représenter la distribution des facteurs de forme dans le métal de base. MB-total est choisie comme distribution de facteurs de forme de référence pour le métal de base.

7.2.2.3 Etude des tailles de blocs

Le test d'adéquation de KS a ensuite permis de comparer les séries de données expérimentales entre elles (Tableau 7-3).

	ZA1 - ZA2	ZA1 - ZA3	ZA2 - ZA3	ZA1 - ZA4	ZA2 - ZA4	ZA3 - ZA4	ZA1 - ZA-total	ZA2 - ZA-total	ZA3 - ZA-total	ZA4 - ZA-total
Test de KS	H12=1	H13=1	H23=1	H14=0	H24=1	H34= 1	H1 =0	H2T =1	H3T =1	H4T = 0
	P12 = 0,04	P13 = $6{,}9.10^{-05}$	P23 = $5{,}1.10^{-09}$	P14 = 0,12	P24 = $2{,}9.110^{-04}$	P34 = 0,02	P1T = 0,34	P2T = $2{,}1.10^{-04}$	P3T = $9{,}3.10^{-04}$	P4T = 0,92
	K12 = 0,07	K13 = 0,098	K23 = 0,16	K14 = 0,05	K24 = 0,10	K34 = 0,06	K1T = 0,03	K2T = 0,09	K3T = 0,07	K4T = 0,02

Tableau 7-3 : différents paramètres statistiques évalués pour chaque série de données de la zone adoucie.

Le test montre l'adéquation entre plusieurs séries de données expérimentales, ZA1, ZA4 et ZA-total. Ces trois séries de données sont donc représentatives des distributions de tailles de blocs dans la zone adoucie. L'adéquation est rejetée pour les autres séries de données, bien qu'elles paraissent proches sur le graphique de la figure 14. Ce rejet est lié à la sévérité du test. En outre, certaines valeurs de p sont très peu éloignées de 5%.

7.2.2.4 ICHAZ et log MB

Le Figure 7-5 rassemble les résultats des tests d'adéquation entre la série de données expérimentales de la zone adoucie et la distribution log-normale des données de tailles de blocs du métal de base.

Test de KS	H T = 1 P T = 3,90. 10^{-20} K T = 0,08
Test du X^2	H T = 1 P T = 0,02 Q T = 15,25

Tableau 7-4 : résultats des tests d'adéquation entre la série de données expérimentales de la zone adoucie et la distribution log-normale des données de tailles de blocs du métal de base.

D'une manière surprenante, l'adéquation n'est pas validée.

De nouveau, ce résultat est à relativiser.

Le nombre de données expérimentales est assez élevé. La distance critique est donc beaucoup plus faible.

Le test du X^2 rejette l'adéquation entre la série de données et la distribution log-normale. La valeur p obtenue pour le test du X^2 est relativement élevée et peu éloignée de la probabilité critique.

7.2.2.5 Etude du facteur de forme

Les résultats du test de KS révèlent l'adéquation entre les distributions des données expérimentales ZA1, ZA4 et ZA-total (Tableau 7-5).

	ZA1-ZA2	**ZA1-ZA3**	**ZA2-ZA3**	**ZA1-ZA4**	**ZA2-ZA4**	**ZA3-ZA4**	**ZA1-ZA-total**	**ZA2-ZA-total**	**ZA3-ZA-total**	**ZA4-ZA-total**
Test de KS	H12 = 1	H13 = 1	H23 = 1	H14 = 0	H24 = 0	H34 = 1	H1T = 0	H2T = 1	H3T = 1	H4T = 1
	P12 = 0,01	P13 = $9{,}66.10^{-5}$	P23 = $6{,}82.10^{-5}$	P14 = 0,14	P24 = 0,11	P34 = $7{,}24.10^{-9}$	P1T = 0,99	P2T = 0,01	P3T = $5{,}76.10^{-5}$	P4T = 0,01
	K12 = 0,07	K13 = 0,07	K23 = 0,1	K14 = 0,03	K24 = 0,05	K34 = 0,10	K1T = 0,01	K2T =0,06	K3T = 0,06	K4T =0,04

Tableau 7-5 : différents paramètres statistiques évalués pour chaque série de données de la zone adoucie.

Les résultats du test de KS sont :

H0 T = 1

P0 T = 0,02

K0 T = 0,04

Les résultats indiquent l'absence d'adéquation (au sens statistique et avec les paramètres utilisés) entre les deux distributions. Néanmoins, on constate que la valeur p est relativement proche de la probabilité critique à 5%. Le rejet de l'adéquation est donc à relativiser, la distance maximale entre ces deux distributions est relativement peu élevée.

7.3 Loi de fluage de C. Panait

Le modèle de Panait prend en compte trois mécanismes intervenant dans la déformation en fluage :

- ✓ Un mécanisme appelée « quasi-plastic » qui représente la déformation au moment du chargement et la rupture finale. Le tenseur des vitesses de déformation est $\underline{\dot{\varepsilon}_{qp}}$
- ✓ Deux mécanismes qui décrivent l'écoulement en fluage :
  - Un mécanisme à hautes contraintes, utilisé pour décrire la déformation en fluage pour des essais courts. Le tenseur des vitesses de déformation est $\underline{\dot{\varepsilon}_{Hs}}$
  - Un mécanisme à basses contraintes, pour décrire la déformation en fluage pour des plus longues durées. Le tenseur des vitesses de déformation est $\underline{\dot{\varepsilon}_{Ls}}$

Le tenseur des vitesses de déformation $\underline{\dot{\varepsilon}}$ s'exprime comme la somme du tenseur des vitesses de déformation élastique $\underline{\dot{\varepsilon}_e}$ et des tenseurs des vitesses de déformation des trois mécanismes cités, tel que :

$$\underline{\dot{\varepsilon}} = \underline{\dot{\varepsilon}_e} + \underline{\dot{\varepsilon}_{qp}} + \underline{\dot{\varepsilon}_{Hs}} + \underline{\dot{\varepsilon}_{Ls}}$$

$\underline{\dot{\varepsilon}_e}$ obéit à la loi de Hooke : $\underline{\sigma} = \underline{\underline{C}} : \underline{\dot{\varepsilon}_e}$, où $\underline{\underline{C}}$ est un tenseur de raideur d'ordre 4 et le tenseur des contraintes.

$$\underline{\dot{\varepsilon}_m} = \dot{p}_m \frac{\vartheta \phi_m}{\vartheta \sigma_m}$$

Où ϕ_m est le potentiel viscoplastique correspondant au mécanisme m (m = qp, Hs ou Ls), tel que

$$\phi_m = \sigma_m^* - R_m$$

Où R_m est la contrainte d'écoulement qui dépend du mécanisme d'écoulement et σ_m^* la contrainte effective scalaire, correspondant à la contrainte de von Mises dans le cas d'un matériau non endommagé.

$\dot{p}_m$ est donné par une loi de type Norton. Pour les mécanismes *qp* et *Ls*, il s'exprime :

$$\dot{p}_m = K_m \langle \frac{\phi_m}{\sigma_{0m}} \rangle^{n_m}$$

L'écoulement viscoplastique pour le mécanisme des hautes contraintes s'exprime :

$R_{Hs}(\overline{p}) = R0_{Hs} + Q_{Hs}\left(1 - 1/exp(b_1\overline{p})\right) * min\left(1{,}1/\exp\left(b_2(\overline{p} - p_c)\right)\right)$

Où $R0_{Hs}$, Q_{Hs}, b_1, b_2 *et* p_c sont des constantes et $\overline{p}$ la déformation cumulée irréversible.

R_{qp}est une constante et R_{Ls}vaut 0.

Les paramètres du modèle de fluage à 600°C de l'acier P92, étudié par C. Panait [Panait, 2010], sont donnés dans le Tableau 7-6.

Propriétés élastiques	E (GPa)	150
	ν	0,3
Ecoulement quasi-plastic	R_{qp}(MPa)	230
	K_{qp}	1
	n_{qp}	5
	σ_{qp}(MPa)	100
Ecrouissage viscoplastique	R_{0Hs}(MPa)	6
	Q_{Hs}(MPa)	125
	b_1	202
	b_2	7,5
	p_c	0,03
	$R0_{Ls}$(MPa)	0,01
Ecoulement viscoplastique	$K_{Hs}(h^{-1})$	6,19^{e}-4
	K_{Ls} (h^{-1})	2,93^{e}-8
	$n_{Hs} = n_{LS}$	6
	$\sigma_{Hs} = \sigma_{Ls}$ (MPa)	100

Tableau 7-6 : paramètres du modèle de comportement en fluage à 600°C de l'acier P92, de C. Panait [Panait, 2010].

7.4 Choix des conditions d'essais sur éprouvettes entaillées

7.4.1 Calcul des contraintes nominales à appliquer pour obtenir des contraintes de von Mises de 205 MPa dans la section minimale.

7.4.1.1 Calcul pour les éprouvettes entaillées avec entaille sévère.

La même démarche a été appliquée pour obtenir une contrainte de von Mises de 205 MPa dans la section minimale.

L'évolution de ces contraintes a été tracée à trois moments du stade secondaire de fluage de l'essai « numérique », indiqués sur la courbe de fluage de la Figure 7-5, prédite par le modèle. Δl désigne l'allongement de l'éprouvette et l_0 la longueur utile.

Pour l'éprouvette entaillée en zone adoucie, la contrainte axiale est maximale au niveau de l'axe de l'éprouvette et sur un palier de 3 mm, comme l'illustre la Figure 7-6, qui présente l'évolution de ces valeurs pour une contrainte nette appliquée de 335MPa. Le palier de contrainte axiale se situe autour de 400 MPa. La contrainte de von Mises est de l'ordre de 205 MPa à cet endroit et n'évolue que de quelques MPa (environ 5 MPa) le long du palier.

Le maximum de contrainte axiale a été choisi à environ 1,5 mm de l'axe de l'éprouvette au droit de l'entaille (ellipse rouge sur le graphique de la Figure 4-15), au centre du palier. Cette valeur a été choisie en milieu de stade secondaire.

Une contrainte nette de 335 MPa permet donc d'obtenir une valeur de contrainte de von Mises de 205 MPa au droit de l'entaille sévère.

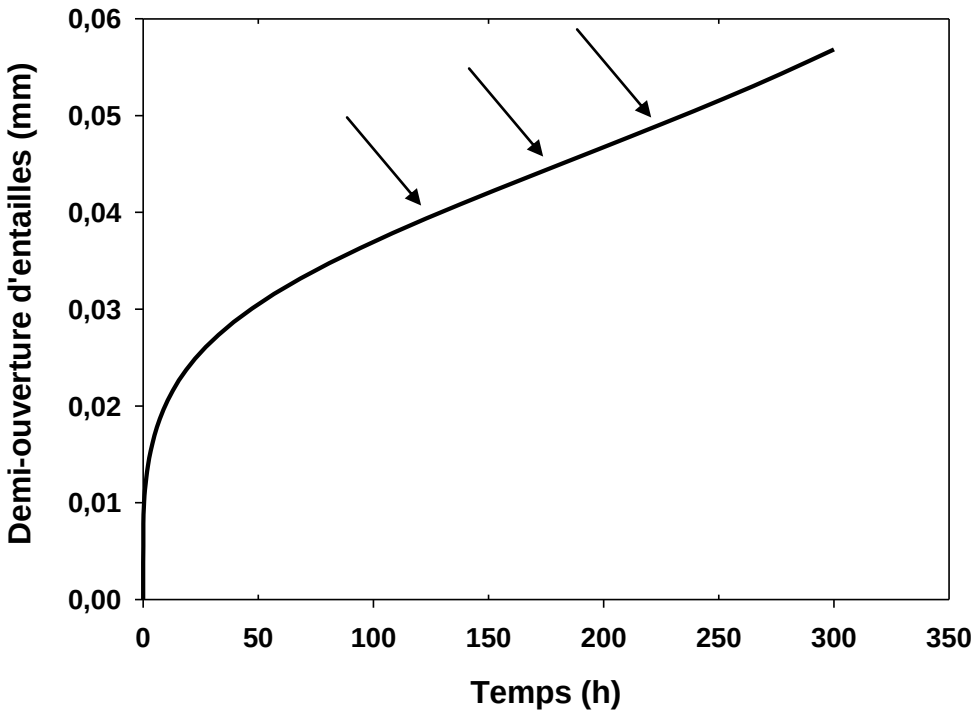


Figure 7-5 : courbe de fluage simulée, pour une contrainte nette de 335 MPa, à 600°C.

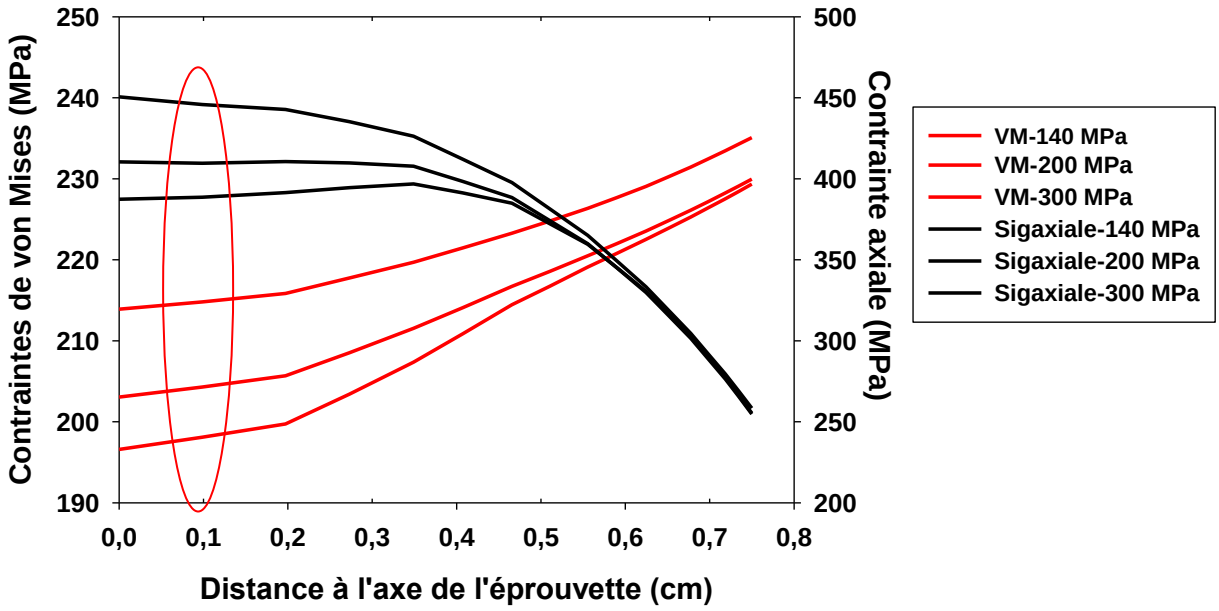


Figure 7-6 : évolution des contraintes axiales et de von Mises au niveau de la section d'entaille sévère, à trois instants de l'essai de fluage, pour une contrainte nette appliquée de 335MPa.

D'après la Figure 7-7, on constate que le niveau de contraintes de von Mises est supérieur à 180 MPa.

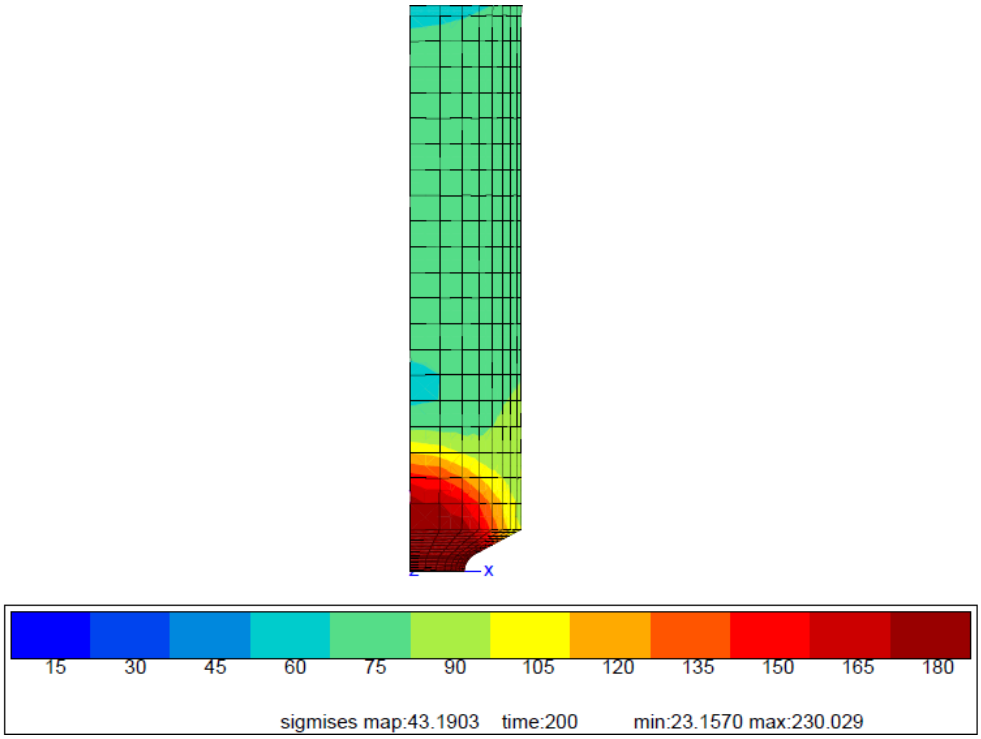


Figure 7-7 : cartographie des contraintes de von Mises calculées dans l'éprouvette entaillée en zone adoucie, au bout de 200h d'essai.

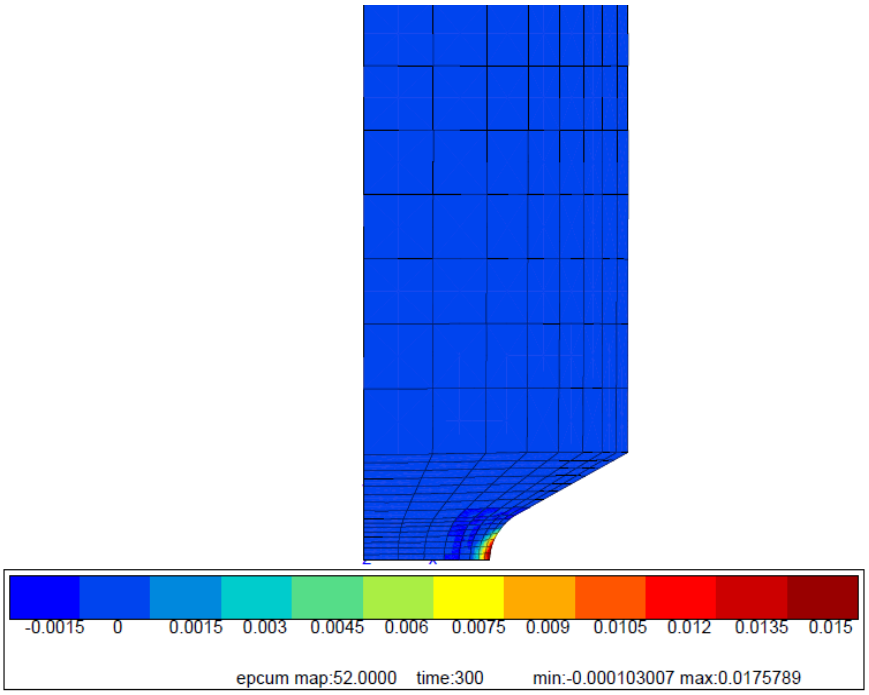


Figure 7-8 : cartographie des déformations plastiques cumulées calculées dans l'éprouvette entaillée en zone adoucie, à 300h d'essai.

D'après la cartographie des déformations viscoplastiques cumulées à 300h d'essai présentée sur la Figure 7-8, on constate que la déformation viscoplastique se localise au niveau de la pointe de l'entaille.

D'après la Figure 7-9, le taux de triaxialité est maximal au niveau du centre de la section entaillée. Il vaut 1,37 au niveau de l'axe de l'éprouvette, après 200h d'essai. L'endommagement se développera probablement en premier et majoritairement au centre de l'éprouvette, malgré la sévérité de l'entaille.

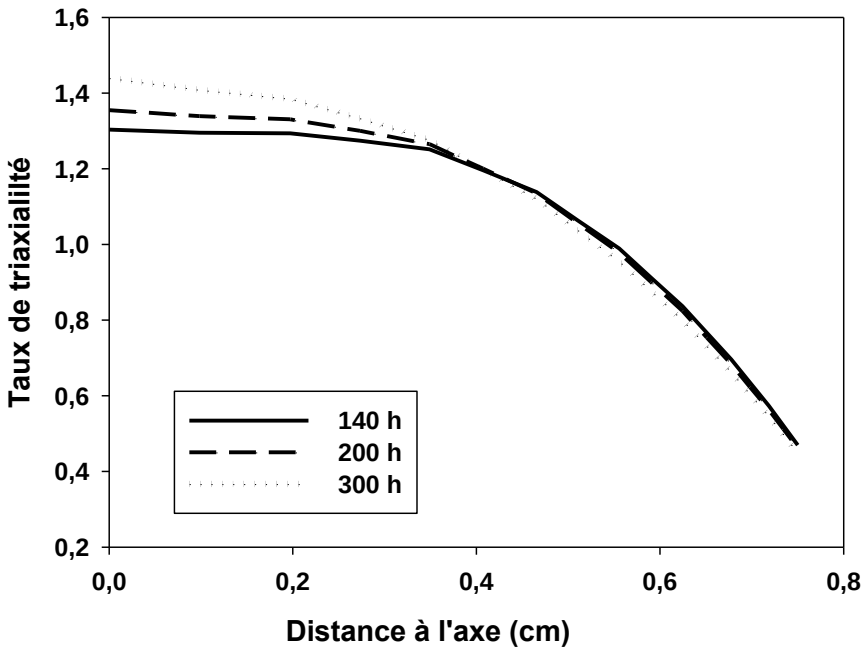


Figure 7-9 : évolution de la triaxialité des contraintes le long de la section au droit de l'entaille sévère.

7.4.1.2 Calcul pour les éprouvettes entaillées avec entaille douce.

L'évolution des contraintes axiale et de von Mises au niveau du droit de l'entaille est tracée sur le graphique de la Figure 7-11 à trois instants du stade secondaire, indiqués sur la courbe de fluage de la Figure 7-10.

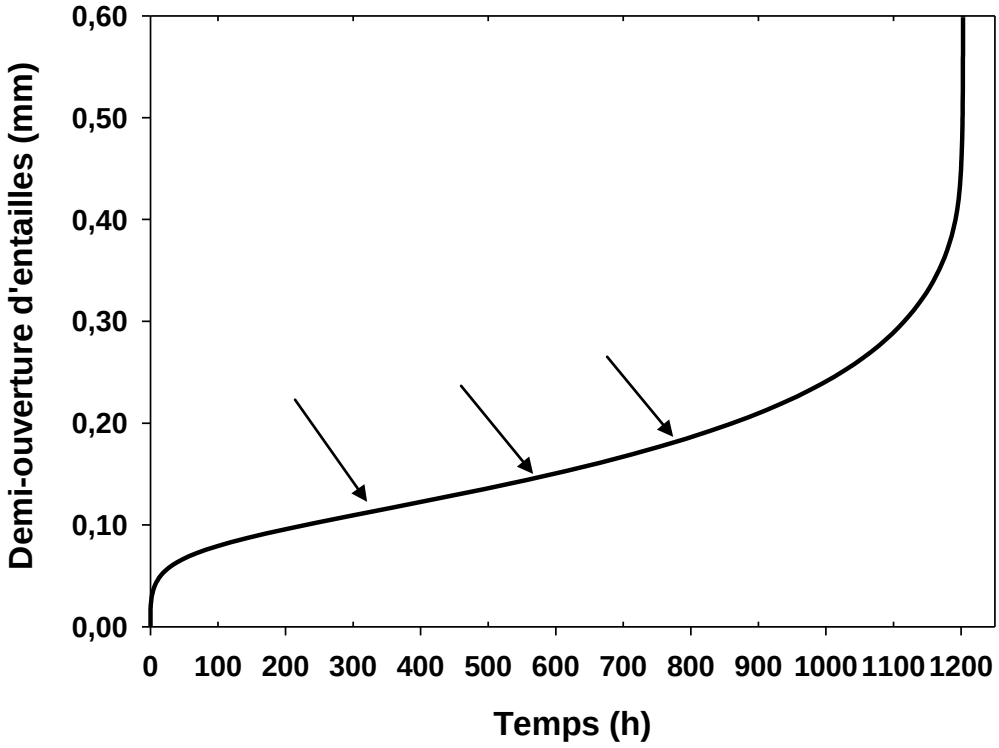


Figure 7-10 : courbe de fluage simulée, pour une contrainte nette de 215 MPa, à 600°C.

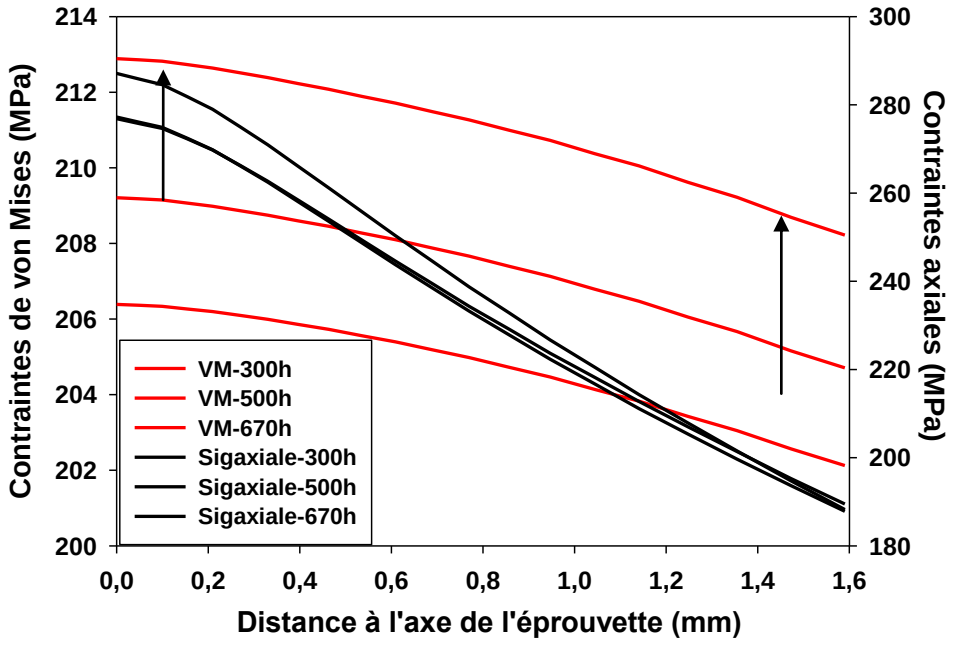


Figure 7-11 : évolution des contraintes axiales et de von Mises au niveau de la section d'entaille sévère, à trois instants de l'essai de fluage, pour une contrainte nette appliquée de 215 MPa.

La contrainte axiale le long de la section minimale est maximale au niveau de l'entaille.

La contrainte de von Mises est pratiquement constante le long de la section minimale, avec une valeur moyenne de 207MPa en milieu de stade secondaire, à 500h d'essai. Elle varie d'environ 5 MPa autour de cette valeur moyenne.

Une contrainte nette de 215 MPa permet d'obtenir une contrainte de von Mises de 205 MPa au droit de l'entaille au milieu du stade secondaire.

D'après la Figure 7-12, la triaxialité des contraintes le long de la section minimale est maximale aux bords de l'entaille. Les valeurs de triaxialité restent faibles (≤ 0,7) et évoluent très peu au cours du stade secondaire.

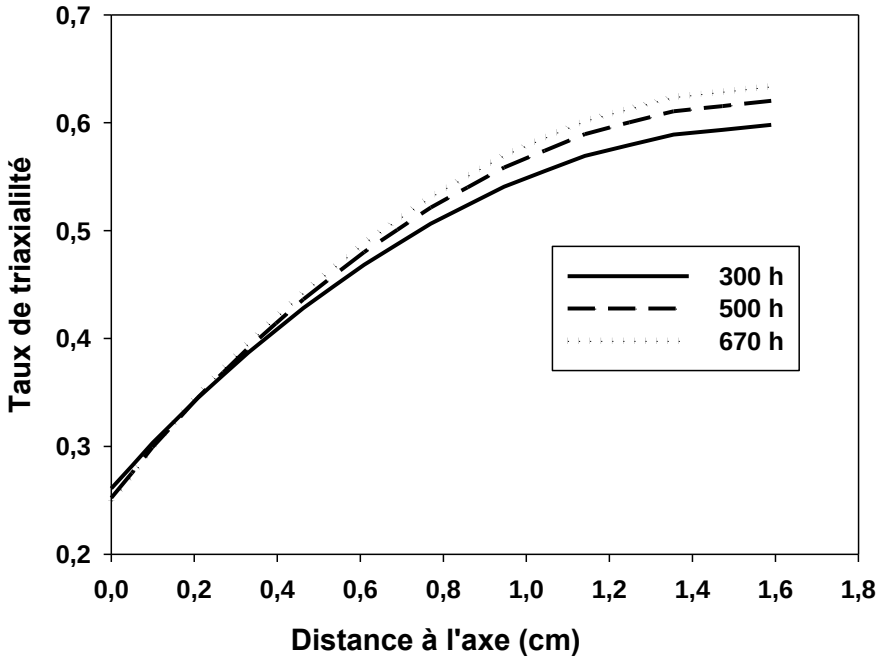


Figure 7-12 : évolution de la triaxialité des contraintes le long de la section au droit de l'entaille douce.

7.5 Courbes de dilatométrie

7.5.1 Essais de dilatométrie sans homogénéisation de la température de pic

7.5.1.1 100% d'austénite formée

Ac1	895°C
Ac3	1050°C
Ms	300°C
Tmax	1214,4

Tableau 7-7 : paramètres de l'essai.

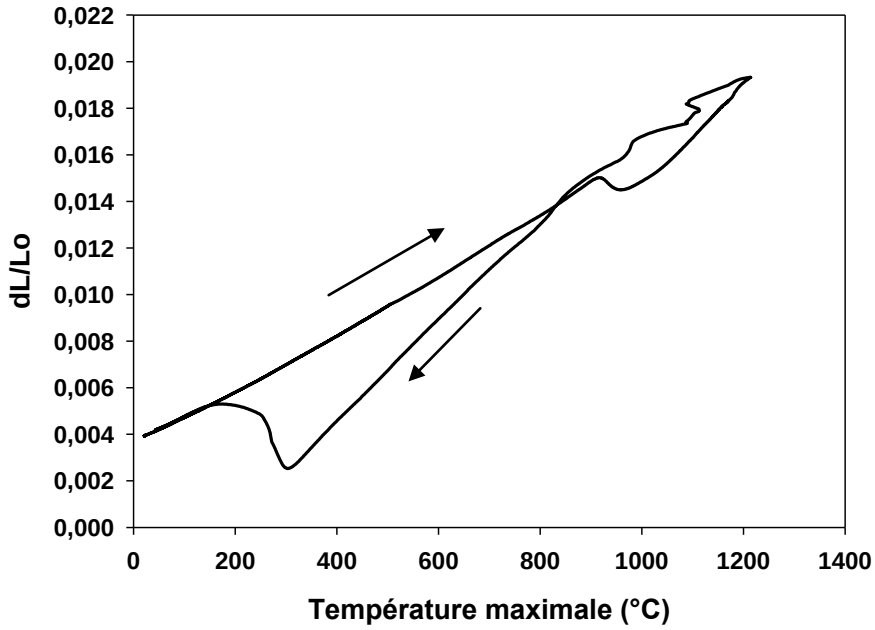


Figure 7-13 : courbes de dilatométrie.

7.5.1.2 35% d'austénite formée

Ac1	907°C
Ms	376°C
Tmax	940°C

Figure 7-14 : paramètres de l'essai.

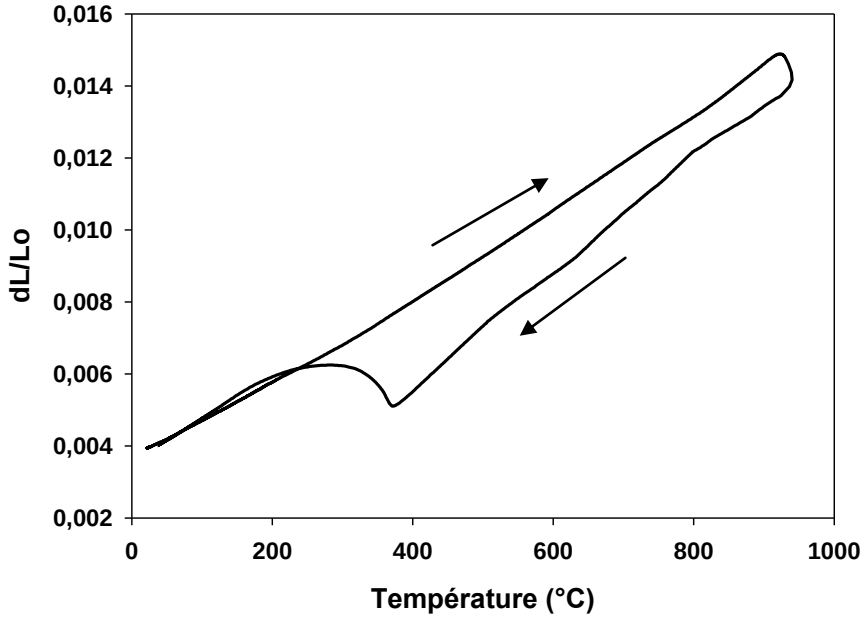


Figure 7-15 : courbes de dilatométrie.

7.5.1.3 50% d'austénite formée

Ac1	906°C
Ms	370°C
Tmax	952°C

Tableau 7-8 : paramètres de l'essai.

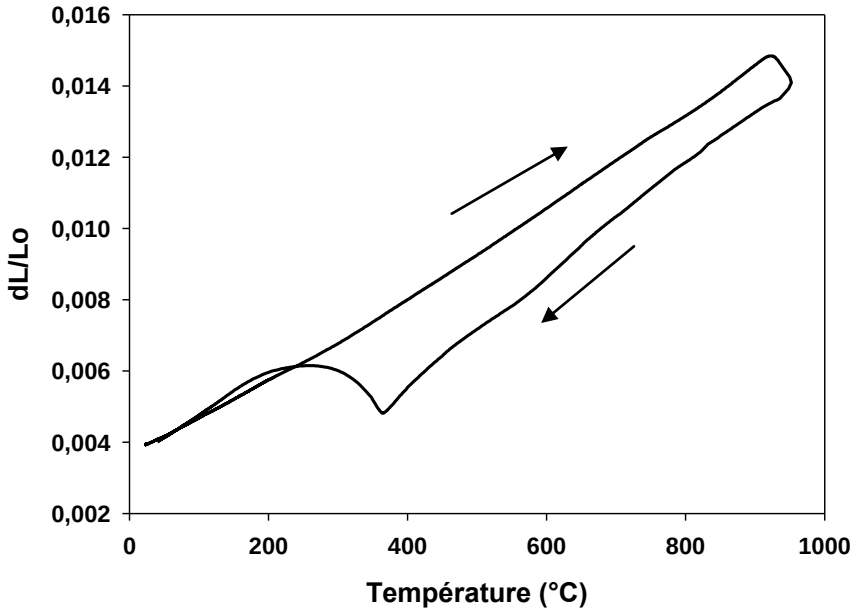


Figure 7-16 : courbe de dilatométrie.

7.5.1.4 75% d'austénite formée

Ac1	910°C
Ms	359°C
Tmax	983°C

Tableau 7-9 : paramètres de l'essai.

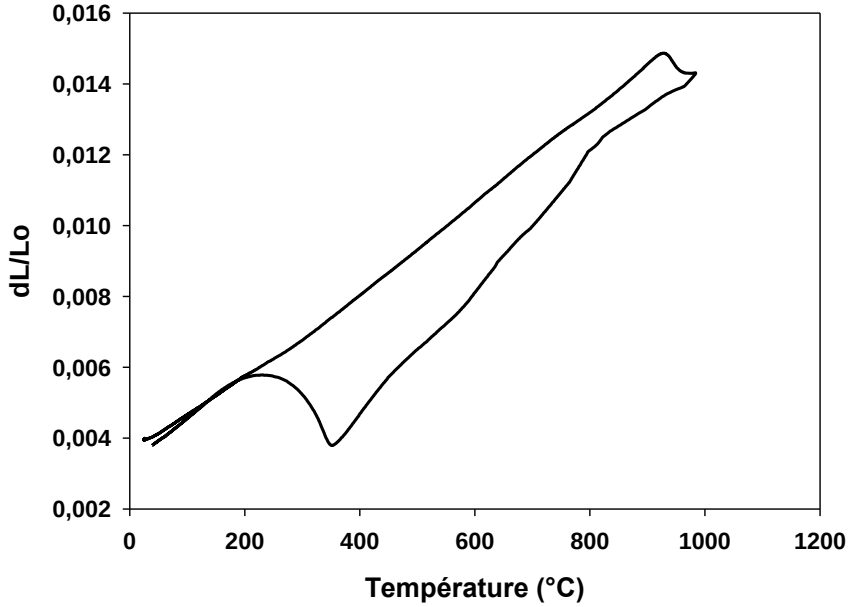


Figure 7-17 : courbe de dilatométrie.

7.5.2 Essais de dilatométrie avec homogénéisation de la température de pic

7.5.2.1 100% d'austénite formée (Eprouvette 8)

Ac1	909°C
Ac3	1010°C
Ms	345°C
Tmax	1099°C

Tableau 7-10 : paramètres de l'essai.

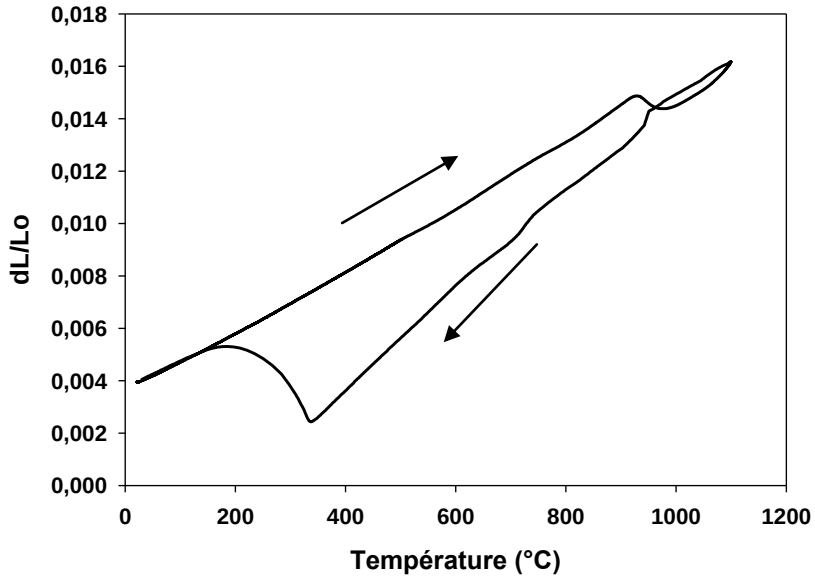


Figure 7-18 : courbes de dilatométrie.

7.5.2.2 50% d'austénite formée (Eprouvette 9)

Ac1	909°C
Ms	375°C
Tmax	957°C

Tableau 7-11 : paramètres de l'essai.

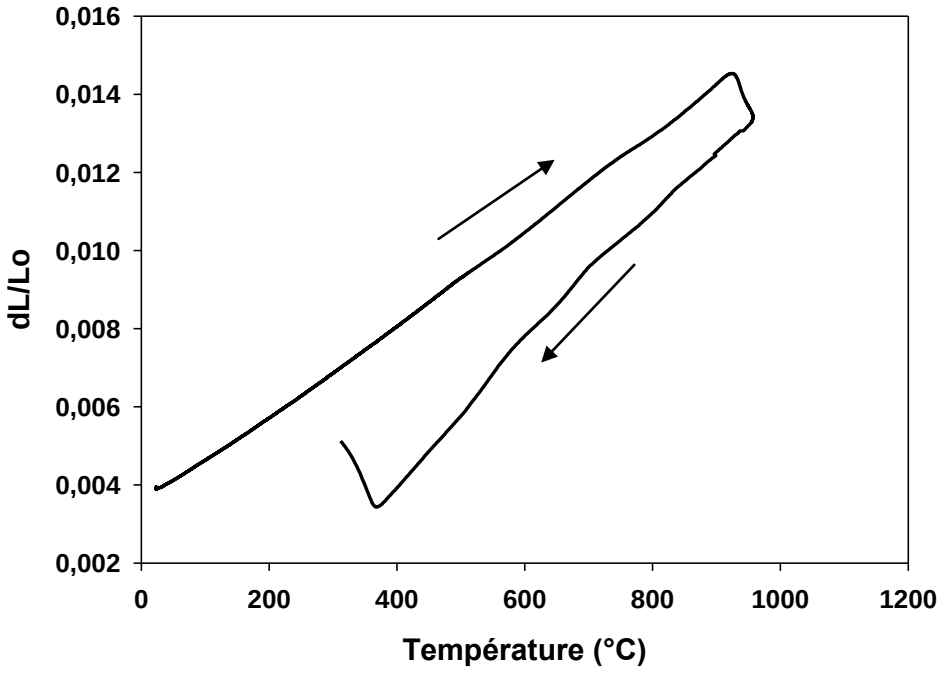


Figure 7-19 : courbes de dilatométrie.

7.5.2.3 100% d'austénite formée (Eprouvette 11)

Ac1	905°C
Ms	365°C
Tmax	1025°C

Tableau 7-12 : paramètres de l'essai.

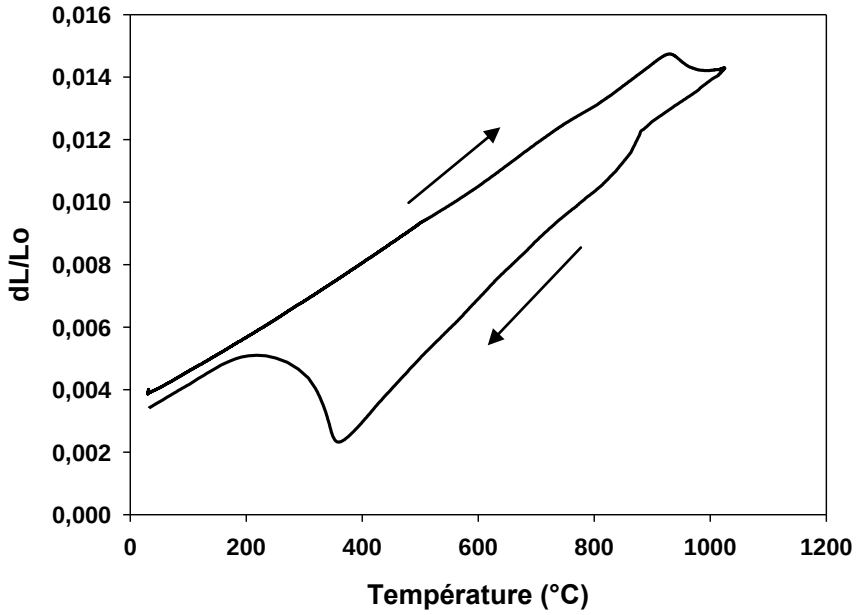
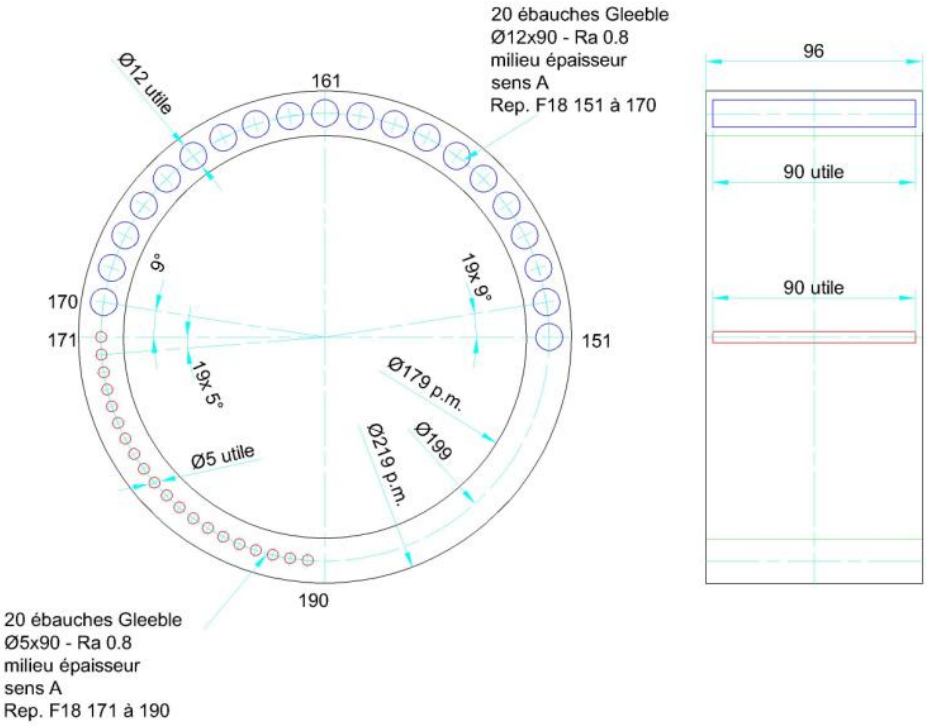
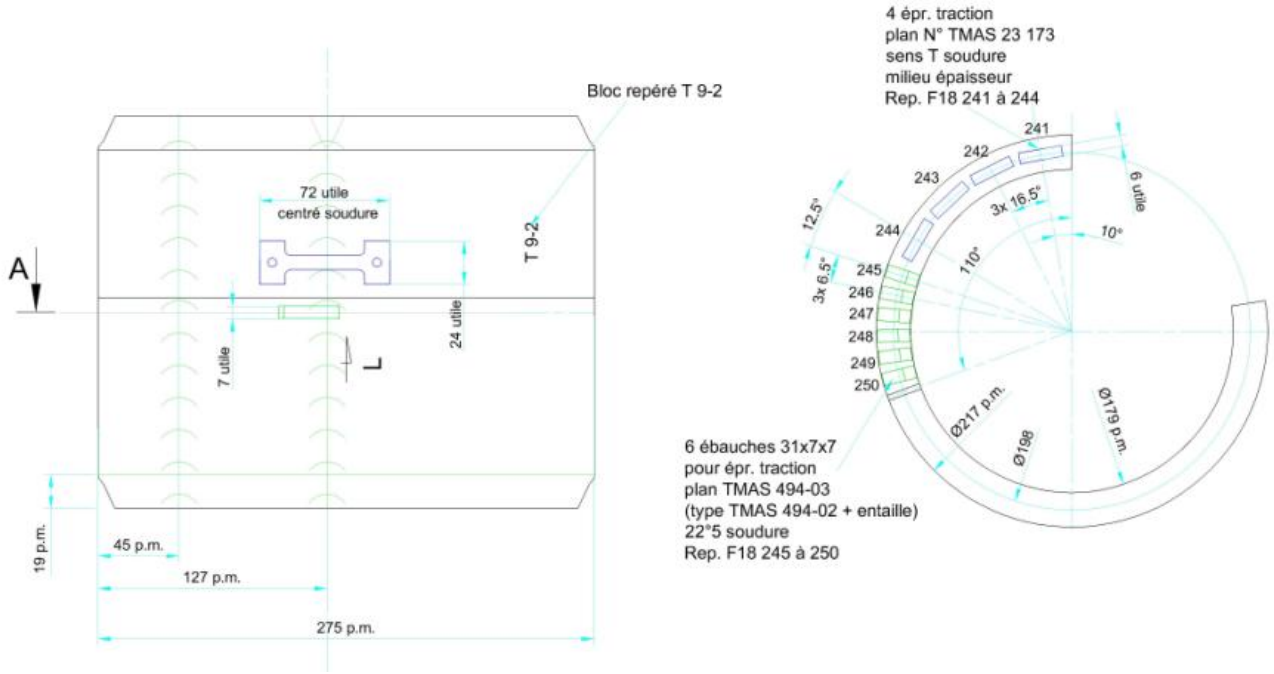


Figure 7-20 : courbes de dilatométrie.

7.6 Plan de prélèvement des ébauches Gleeble



7.7 Plan de prélèvement des éprouvettes de traction



7.8 Moyens d'observations et de caractérisations

7.8.1 Microscope optique

Les micrographies optiques ont été réalisées au CEA sur un microscope optique Olympus IX70, muni d'objectifs de grandissement de ×2,5 à ×100 permettant d'observer la microstructure martensitique. Le microscope a été utilisé en réflexion en fond clair. Il est équipé d'une caméra et est relié à un ordinateur d'acquisition.

Microsonde de Castaing

Les analyses chimiques ont été réalisées au centre des Matériaux à l'aide d'un microanalyseur équipé de spectromètres à dispersion de longueur d'ondes. La microsonde du Centre des Matériaux est de type la Cameca SX100.

Elle est composée des parties suivantes :

- Un MEB intégré avec détecteurs d'électrons secondaires et rétrodiffusés,
- Un système de microanalyse en WDS : 4 spectromètres verticaux équipés de 12 cristaux analyseurs,
- Un système de microanalyse en EDS avec SDD Bruker,
- Une camera optique équipée d'un zoom couvrant un champ de 262 µm à 1600 µm,
- Des platines porte-échantillon pouvant supporter jusqu'à 6 échantillons plans polis de 25 mm de diamètre,
- Des logiciels permettant de piloter l'ensemble.

La tension accélératrice est de 15 kV.

7.8.2 Microscope Electronique à Balayage, équipé d'un canon à émission de champ (MEB-FEG)

Le microscope électronique à balayage utilisé pour faire les observations est de type ZEISS DSM982 Gemini. La tension d'accélération est de 10kV et le distance de travail utilisée est de 7mm.

7.8.3 Nanoduromètre

Les mesures de nano indentations ont été réalisées au CEA avec un appareil de marque Nanoindenteur XP. Les charges appliquées varient de quelques mN à 10 N. Avec cet appareil, les duretés obtenues sont les duretés Berkovich et sont exprimées en MPa. Un facteur valant 94,99 permet de convertir les mesures en Vickers. Il s'agit d'une valeur conventionnelle obtenue par des conditions géométriques et physiques. Elle s'applique donc à tous les matériaux et pour toutes les charges.

7.8.4 Dispositif de dilatométrie

L'appareil utilisé est un dilatomètre DT1000 « de trempe » Adamel Lhomargy. Il est équipé d'un four à radiation (lampes halogène et miroirs réflecteurs) permettant d'atteindre des vitesses de chauffage comprises entre 10^{-2}°C/s et environ 200°C/s et une température maximale avoisinant les 1300°C. Les vitesses de refroidissement obtenues s'échelonnent de -200°C/s à -10^{-2}°C/s. Les vitesses les plus élevées sont obtenues par injection dans l'enceinte, d'hélium refroidi à l'azote liquide. Le

débit d'azote liquide est piloté par des électrovannes asservies. Cette configuration a été utilisée pour obtenir les vitesses de trempe visées dans le cadre de l'étude. Les essais ont été réalisés sous vide primaire. Avant chaque essai, trois cycles de pompages thermiques et de balayages d'Hélium sont appliqués afin d'optimiser le vide dans l'enceinte.

La variation de longueur de l'échantillon est transmise à un extensomètre par l'intermédiaire d'un poussoir en silice. Les températures sont mesurées à l'aide d'un thermocouple soudé directement sur l'échantillon. Un thermocouple de type K (chromel-alumel) a été utilisé pour les essais de l'étude.

7.8.5 Dispositif Gleeble 1500

La machine est constituée d'un système de chauffage par effet Joule, de vérins hydrauliques, de mors de maintien et d'une enceinte qui peut être mise sous vide.

Un rack de commande et d'acquisition piloté par un logiciel et d'un système régulé en température et en charge, est relié à la machine. Le schéma du dispositif est observable sur la Figure 7-21.

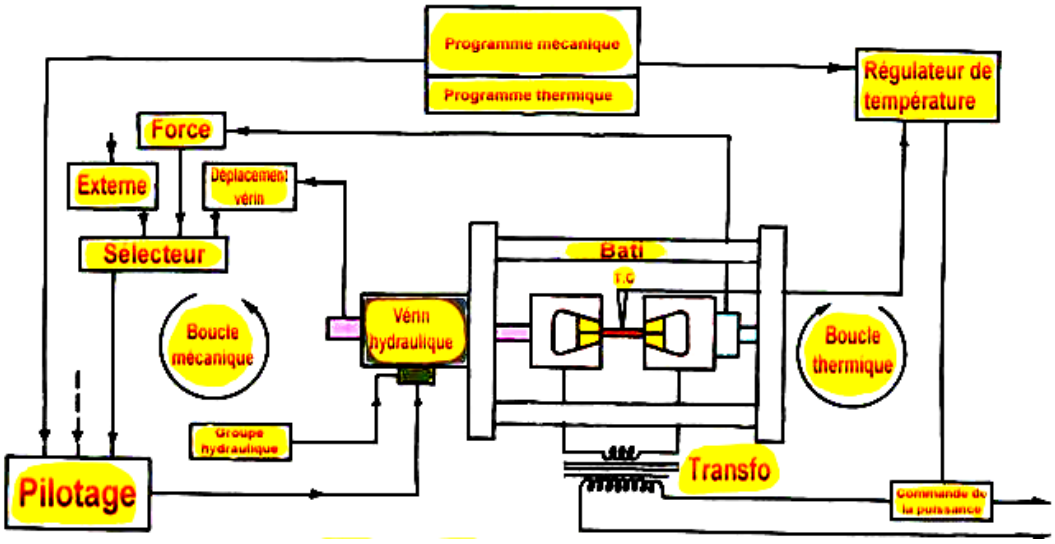


Figure 7-21 : schéma du dispositif Gleeble.

Le chauffage s'effectue par effet Joule.

L'ébauche cylindrique est positionnée entre deux mors en alliage de cuivre de dimensions adaptés à sa géométrie. Les mors sont refroidis en continu pour favoriser le refroidissement.

La régulation de la température est réalisée grâce à un thermocouple de type K (Chromel/ Alumel) soudé par point au centre de l'ébauche, sur une équipotentielle.

Les essais sont réalisés sous vide primaire de l'ordre de 10^{-2} mbar.

La zone « homogène » est estimée à environ un tiers de la distance entre mors [Bilat, 2007].

Le programme WinATS pilote l'interface d'une carte d'acquisition, la température et la charge.

L'évolution de la température de consigne et de la température du thermocouple est obtenue grâce au logiciel WinATS.

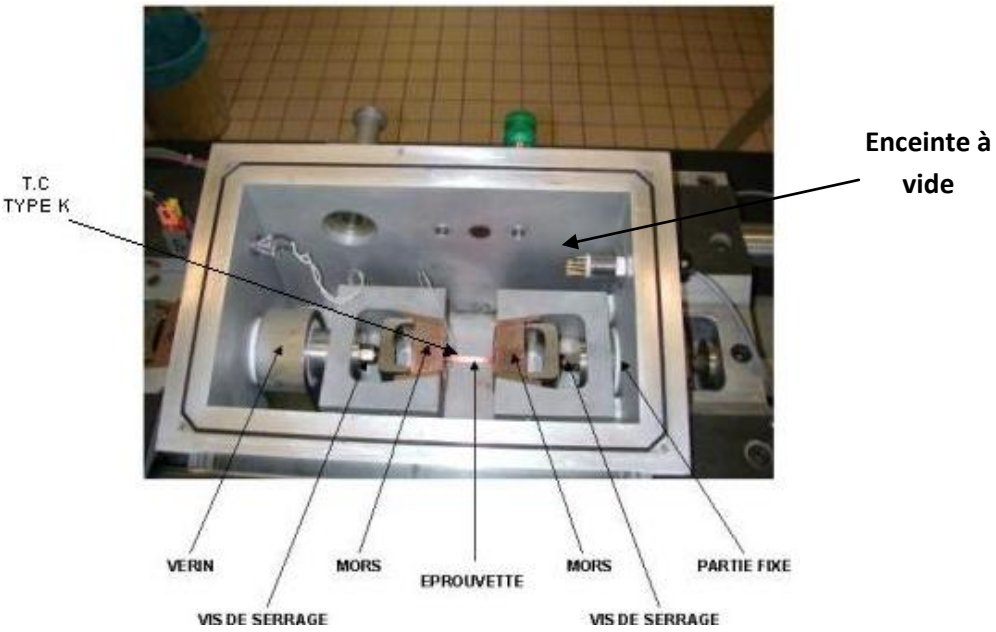


Figure 7-22 : montage de l'éprouvette sur la machine Gleeble.

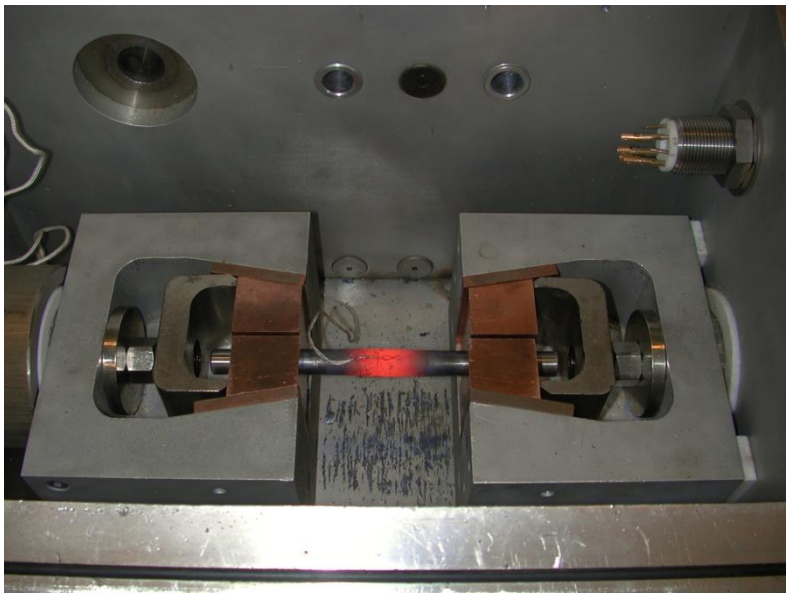
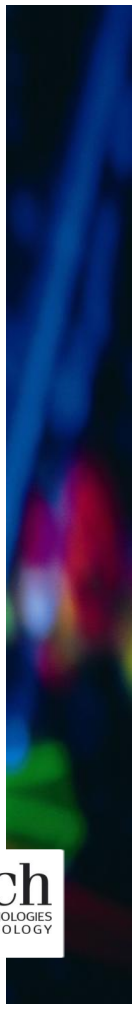


Figure 7-23 : éprouvette Phi11 durant le chauffage.



MINES ParisTech

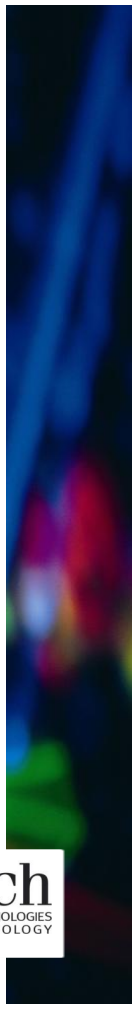
ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY

Caractérisation expérimentale et modélisation de la tenue en fluage à 550 °C de joints soudés en acier à 9% de chrome (ASME Grade 92)

RESUME : Ce projet de thèse s'inscrit dans le cadre du développement de la future génération de réacteurs nucléaires, la génération IV. L'acier Grade 92, appartenant à la famille des aciers à 9-12% de chrome, est un candidat potentiel pour des composants de cette future génération de centrales. Ces structures sont assemblées par soudage.
L'objectif de ce projet est de caractériser expérimentalement et de modéliser le comportement en fluage à 550°C de ces joints soudés en acier Grade 92 (9Cr-0,5Mo-1,8W-V-Nb).
L'une des grandes problématiques des soudures en acier à 9 % de chrome est leur sensibilité à la rupture de type IV (rupture en zone intercritique (ICHAZ) ou dans la zone à petits grains (FGHAZ)) qui se produit généralement lors de sollicitations en fluage à basses contraintes et à hautes températures.
Deux produits d'apports sont utilisés pour l'étude. Les soudures sont issues de l'assemblage par procédés TIG de deux tubes en position bout à bout. Une campagne d'essais de fluage à 550 °C sur éprouvettes travers joint en acier Grade 92 a été menée. Les expertises réalisées sur les éprouvettes de fluage indiquent que la rupture se produit en ICHAZ y compris pour les essais de fluage les plus courts (moins de 1000h).
La modélisation du comportement en fluage du joint soudé complet a nécessité au préalable d'obtenir un modèle de comportement de chaque zone, en particulier de l'ICHAZ et de la zone fondue.
Des essais de fluage sur des éprouvettes entaillées prélevées dans le joint ont permis d'accéder au comportement en fluage de ces deux zones. Une méthode complémentaire a été utilisée afin d'obtenir le comportement en fluage de l'ICHAZ. Cette méthode consiste à réaliser des essais de fluage sur des éprouvettes en microstructure de synthèse de la zone intercritique.
Une caractérisation microstructurale fine de différentes zones de la soudure a été entreprise. Afin de comprendre les raisons de la faible résistance mécanique en fluage de l'ICHAZ, les microstructures de l'ICHAZ et du métal de base sont comparées à différentes échelles (MEB, EBSD, MET). Cette comparaison a également permis de valider la microstructure de synthèse. La caractérisation microstructurale des deux zones ne révèle pas de différences significatives ni sur la matrice de martensite revenu, ni en termes de précipitation. L'origine de sa moindre résistance à l'écoulement viscoplastique n'est donc pas résolue.
Un effet de structure lié aux différences de propriétés mécaniques des zones de la soudure, est quantitativement étudié par modélisation des essais de fluage sur joint complet.
Mots clés : Fluage, joint soudé, acier Grade 92.

Experimental characterization and modeling of the creep behavior at 550°C of ASME Grade 92 steel welded joints

ABSTRACT: In the framework of the development of Generation IV nuclear power plants, ASME Grade 92 ferritic-martensitic steel is a candidate material for components subjected to long-term creep at high temperature. The aim of this study is to characterize the microstructure of Grade 92 butt welded joints and to model their creep behavior at 550 °C. Two filler rods were used for this study.
The microstructure of the different weld regions was quantitatively characterized. In order to understand the weaker mechanical properties of the ICHAZ compared to the other regions of the welded joint, the microstructures of the base metal and the ICHAZ were compared at different scales (SEM, EBSD, TEM on thin foils and extractive replicas). No significant difference regarding microtexture, sub-structure and precipitation state was highlighted between both microstructures. The origin of the weaker resistance of the ICHAZ to viscoplastic flow is still not fully understood. A softer zone was found in the base metal close to the ICHAZ, yet with finer subgrains than the base metal,. It was supposed to be a thermomechanically-affected zone (TMAZ).
At high temperatures and low stress levels, Grade 92 welded joints may be sensitive to type IV cracking, which occurs in the intercritical heat affected zone (ICHAZ). Creep tests conducted at 550 °C on cross-weld specimens revealed that fracture takes place in the ICHAZ, even for short-term creep tests (i.e., lifetime lower than 1000h).
In order to model the creep behavior of the welded joint, viscoplastic constitutive equations for the different regions of the weld assembly were required. The viscoplastic behavior of the base metal, weld metal and of the ICHAZ were modeled using a phenomenological approach. The viscoplastic flow behavior of the weld metal and of the ICHAZ was experimentally determined (i) from tensile tests with displacement field measurements and (ii) from creep tests on tensile bars notched in the region of interest. An alternative method was also used to determine the creep behavior of the ICHAZ. It consists in reproducing the microstructure of this region by a thermal treatment and in carrying out creep tests on notched specimens cut from the heat-treated blanks. The parameters of constitutive equations (power-law flow rule together with a von Mises equivalent stress formulation and isotropic hardening according to a Voce-type evolutionary equation) were then fitted separately for the different zones of the welded joint.
Constraint effects related to differences in mechanical properties between the different regions were quantitatively studied trough modeling of creep tests on the cross-weld specimens. For the stress levels experimentally considered, the contrast in strength between the different regions induces an increase in stress triaxiality in the softer zone (i.e. the ICHAZ) together with strain localization.
Keywords: Creep, welded joint, Grade 92 steel.



MINES ParisTech

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY