



**HAL**  
open science

# Étude de l'endommagement en fluage d'assemblages soudés en acier martensitique à 9% Cr - Grade 91

Solenne Collomb

► **To cite this version:**

Solenne Collomb. Étude de l'endommagement en fluage d'assemblages soudés en acier martensitique à 9% Cr - Grade 91. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Université de Lorraine, 2020. Français. NNT : 2020LORR0219 . tel-03230284

**HAL Id: tel-03230284**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-03230284>**

Submitted on 19 May 2021

**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.



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

# Étude de l'endommagement en fluage d'assemblages soudés en acier martensitique à 9%Cr - Grade 91

## THÈSE

présentée et soutenue publiquement le 3 novembre 2020

pour l'obtention du

**Doctorat de l'Université de Lorraine**  
(mention matériaux)

par

Solenne COLLOMB

### Composition du jury

<i>Rapporteurs :</i>	Anne-Françoise GOURGUES-LORENZON Muriel VERON	Professeur, Mines ParisTech Professeur, SIMAP
<i>Examineurs :</i>	Sabine DENIS Olivier CASTELNAU	Professeur, Université de Lorraine Directeur de recherche CNRS, Arts et Métiers
<i>Invités :</i>	Guillaume CHASSAING Nicolas BECKER	Ingénieur recherche, Safran Aircraft Engines Ingénieur recherche, Institut de Soudure
<i>Directeur de thèse :</i>	Abdelkrim REDJAÏMIA	Professeur, Université de Lorraine
<i>Co-directeur de thèse :</i>	Alain JACQUES	Directeur de recherche CNRS, Institut Jean Lamour

Mis en page avec la classe thesul.

# Remerciements

La thèse est une aventure scientifique mais également humaine. Malgré les épreuves traversées durant ces trois années, je suis parvenue au bout de ce projet grâce au soutien de personnes bienveillantes et professionnelles.

Tout d'abord, je tiens à remercier tous les membres du jury pour l'intérêt qu'ils m'ont accordé et pour les discussions très intéressantes que nous avons eues lors de la soutenance. Je remercie particulièrement Mme Anne-Françoise Gourgues Lorenzo et Mme Muriel Veron pour leur rôle de rapporteur et pour avoir tenu à être présentes à la soutenance dans ce contexte difficile. Merci à Mme Sabine Denis de m'avoir fait l'honneur d'être la présidente du jury et d'avoir animé cette soutenance particulière, ainsi que M Olivier Castelnaud, en tant qu'examinateur, pour la discussion enrichissante.

Je remercie également les personnes et unités qui ont permis la réalisation de ce travail de thèse :

- Le laboratoire Institut Jean Lamour, les équipes 303 et 304 et le staff. Je remercie mes directeurs Abdelkrim Redjaïmia et Alain Jacques pour ce beau projet et pour la confiance qu'ils m'ont accordée.

Je suis infiniment reconnaissante envers les membres du CC3M, Jaafar, Sandrine, Sylvie, Erwan, Mélanie, Christine et Denis. Ils m'ont fait confiance, m'ont soutenu et permis d'être formée sur une multitude d'équipements (ARM, FIB, MEB, dureté...). J'ai passé la majeure partie de ma thèse dans leur équipe et grâce à leur gentillesse, leur convivialité et leur bonne humeur, ce fut un réel plaisir de travailler en leur compagnie. Je remercie également Olivier, Thomas, Jean-Philippe, Alain et Svetlana, pour leur aide précieuse dans la réalisation des essais synchrotron à Hambourg. Merci pour cette aventure épique et très enrichissante. Merci à Guillaume, Mathias et Steve pour leur aide dans le dépouillement des essais synchrotron.

Je remercie une nouvelle fois Olivier Ferry pour les essais en tomographie, pour avoir tout tenté et retenté, même pendant le confinement !

- L'entreprise l'Institut de Soudure, l'ensemble du personnel de la plateforme meco et assemblage. Merci pour votre aide et votre bonne humeur ! C'est toujours un plaisir de venir dans vos locaux. Durant ces trois années, je me suis sentie réellement intégrée et encadrée par le groupe.

Je tiens à remercier mes encadrants Philippe Gressel et également Guillaume Chassaing pour leur soutien. Je les remercie pour leur disponibilité, nos échanges et leur confiance qui m'ont permis d'avancer plus facilement. Merci à tous les techniciens notamment Benoit, Hugo, Jordan, Michel, pour leur assistance sur les machines de fluage ainsi qu'à Hervé pour le soudage ! Merci également à Nicolas, Morgan, Aurélien et Anthony de m'avoir gentiment accordé du temps.

La deuxième partie des remerciements concerne les personnes qui m'ont soutenue moralement et sans qui la réalisation de cette thèse aurait été bien plus difficile. Je ne les ai pas remerciées comme il se doit le jour de la soutenance, sans doute sous le coup de l'émotion, je suis donc heureuse de pouvoir le faire ici.

Tout d'abord les doctorants du laboratoire, pour la bonne ambiance, l'entraide et les pauses : Cécile, Steve, Hélène, Joseph, Raphaël, Hélène, Marc, Roxane, Mathias, Juan, Ivan et tous les autres.

Merci à mes "best" : Léa, Arnaud, Gaël et Jérémy, vous m'avez permis "de trouver le fun" dans la thèse. Merci pour ces bons moments, (les cafés, les repas, les soirées jeux... et les squats)

Merci à mes amis, Julie, Thibault, Zoé, Mathilde, Marie, Justin, Warren, Adrien, Julien, Alexis, Audrey et également Camille et Maëlys, pour ces week-ends et ces vacances passés ensemble durant ces trois années, qui m'ont permis de décompresser.

Merci à ma tante, Eliane, mon oncle Patrick ainsi que mes cousins, Maud et Sébastien, pour avoir suivi ma thèse. Je remercie également la famille Muller-Dare-Thiel pour leur soutien et leurs encouragements.

C'est avec une immense reconnaissance que je remercie mes parents et mon frère pour leur soutien sans faille depuis toujours. Je mesure la chance que j'ai de les avoir et de toujours pouvoir compter sur eux. Ils m'ont donné le goût des sciences, de la curiosité et de l'aventure. Merci pour votre aide, pour les relectures (multiples) et pour avoir bravé les dangers pour assister à ma soutenance. Je suis fier d'avoir pu vous présenter l'aboutissement de mon travail.

Je conclue en remerciant mon chéri Loïs, pour son soutien, sa patience et pour m'avoir rassurée un nombre de fois incalculable. J'ai pu débiter chaque semaine avec plus de vigueur et de détermination grâce à lui. Merci d'avoir été là pendant ces trois années et d'avoir rendu ma soutenance festive dans ce contexte compliqué.

*J'ai appris que la voie du progrès n'était ni rapide ni facile.  
Marie Curie*

*À mes parents,  
À ma grand mère.*

## Avant-propos

Cette thèse CIFRE a été effectuée au laboratoire Institut Jean Lamour (IJL) à Nancy en collaboration avec l'entreprise l'Institut de Soudure à Yutz. L'IJL est une unité mixte de recherche du CNRS et de l'Université de Lorraine. L'Institut de Soudure est le Centre technique industriel du Soudage et membre d'ICÉEL (Institut Carnot Énergie Environnement). Ces travaux ont été co-financés par l'Institut Carnot ICÉEL.



Je tiens à remercier l'association AFFDU Lorraine pour leur soutien.





# Table des matières

<b>Introduction générale</b>	<b>1</b>
<b>Chapitre 1 Étude bibliographique</b>	<b>7</b>
1.1 Le Grade 91 . . . . .	8
1.1.1 Composition chimique . . . . .	8
1.1.2 Traitements thermiques . . . . .	10
1.1.3 Microstructure . . . . .	13
1.1.4 Précipités . . . . .	15
1.2 Le joint soudé . . . . .	20
1.2.1 Procédé de soudage . . . . .	20
1.2.2 Les différentes zones du joint soudé . . . . .	22
1.2.3 Propriétés du joint soudé . . . . .	26
1.3 Le Fluage . . . . .	28
1.3.1 Définition du Fluage . . . . .	29
1.3.2 La rupture en fluage . . . . .	32
1.4 Fluage d'un joint soudé en Grade 91 . . . . .	37
1.4.1 La résistance au fluage . . . . .	37
1.4.2 Les principaux modes d'endommagement du joint soudé en Grade 91 . . . . .	39
1.4.3 Rupture dans la zone fondue ou dans le métal de base . . . . .	40
1.4.4 Rupture dans la ZAT . . . . .	41
<b>Chapitre 2 Méthodologie et techniques expérimentales</b>	<b>49</b>
2.1 Matériau et procédé . . . . .	50
2.1.1 Acier Grade 91 . . . . .	50
2.1.2 Procédé de soudage . . . . .	51
2.1.3 Réalisation du cordon de soudure . . . . .	53
2.1.4 Essais de fluage et normes . . . . .	55
2.2 Détermination des paramètres de fluage . . . . .	59
2.2.1 Limites inférieure et supérieure de la contrainte/température . . . . .	59

2.2.2	Choix de la température d'essai . . . . .	61
2.2.3	Choix de la contrainte d'essai . . . . .	63
2.2.4	Essais interrompus . . . . .	66
2.3	Techniques de caractérisation microstructurale . . . . .	67
2.3.1	Préparation des échantillons . . . . .	67
2.3.2	Micro-dureté . . . . .	68
2.3.3	Caractérisation en microscopie . . . . .	69
2.3.4	Caractérisation <i>in situ</i> en rayon X . . . . .	79
<b>Chapitre 3 Caractérisation du joint soudé en Grade 91</b>		<b>89</b>
3.1	Caractérisation du métal de base . . . . .	90
3.1.1	Caractérisation cristallographique . . . . .	90
3.1.2	Caractérisation microstructurale . . . . .	91
3.1.3	Caractérisation de la sous-structure . . . . .	93
3.1.4	Étude de la précipitation . . . . .	95
3.2	Caractérisation du joint soudé . . . . .	101
3.2.1	Caractéristique de la microstructure . . . . .	101
3.2.2	Analyse statistique de la précipitation . . . . .	108
3.2.3	Micro-dureté . . . . .	111
<b>Chapitre 4 Endommagement au cours du fluage</b>		<b>117</b>
4.1	Courbes de fluage . . . . .	118
4.1.1	Courbes brutes . . . . .	118
4.1.2	Vitesse de déformation moyenne . . . . .	119
4.1.3	Rupture de type IV du Grade 91 sollicité en fluage . . . . .	122
4.1.4	Endommagement par cavitation . . . . .	124
4.2	Caractérisation des cavités . . . . .	125
4.2.1	Analyse au microscope électronique à balayage . . . . .	125
4.2.2	Analyse et identification des conditions optimales en tomographie X de laboratoire . . . . .	130
4.2.3	Résultats de l'analyse en tomographie X . . . . .	135
4.3	Détermination des contraintes internes . . . . .	139
4.3.1	Mesure des contraintes par la méthode des $\sin^2 \Psi$ . . . . .	139
4.3.2	Démarche expérimentale . . . . .	142
4.3.3	Analyse des courbes $-\ln(\sin\theta) = f(\sin^2\Psi)$ le long de l'échantillon . . . . .	147
4.3.4	Détermination des contraintes . . . . .	150
4.3.5	Discussion . . . . .	154

<b>Chapitre 5 Analyse de la ICHAZ au cours du fluage</b>	<b>161</b>
5.1 Évolution de la dureté . . . . .	162
5.2 Analyse des précipités . . . . .	165
5.2.1 Les carbures $M_{23}C_6$ . . . . .	167
5.2.2 Les précipités V(C, N) . . . . .	169
5.2.3 La Phase de Laves . . . . .	170
5.2.4 Comparaison avec le métal de base . . . . .	172
5.2.5 Évolution de la composition chimique des précipités . . . . .	174
5.2.6 Discussion . . . . .	175
5.3 La microstructure de la matrice au cours du fluage . . . . .	177
5.3.1 Analyse de la taille de grains . . . . .	179
5.3.2 Analyse de la désorientation . . . . .	183
5.4 La sous-structure de dislocations . . . . .	187
5.4.1 Analyse du vieillissement thermique d'un joint soudé à 600 °C . . . . .	190
5.5 Discussion sur la chute de résistance en fluage de la ICHAZ . . . . .	190
<b>Chapitre 6 Critère de vieillissement en fluage</b>	<b>197</b>
6.1 Comparaison surface/coeur des paramètres de l'échantillon . . . . .	198
6.1.1 Cavités . . . . .	198
6.1.2 Dureté . . . . .	204
6.1.3 Précipités . . . . .	205
6.1.4 Microstructure de la matrice . . . . .	206
6.2 Discussion sur un facteur de suivi de l'endommagement . . . . .	211
<b>Conclusion générale et perspectives</b>	<b>215</b>
<b>Références</b>	<b>219</b>
<b>Annexe A Analyses complémentaires sur le métal de base en Grade 91.</b>	<b>231</b>
A.1 Rôle des éléments composant le Grade 91 . . . . .	232
A.2 Comparaison du métal de base dans son état pré et post-soudage. . . . .	234
A.3 Caractérisation des précipités au MET . . . . .	235
<b>Annexe B Mécanismes de déformation en fluage</b>	<b>241</b>
B.1 Etat de l'art des mécanismes de déformation en fluage . . . . .	242
B.1.1 Le fluage diffusion . . . . .	242
B.1.2 Le fluage dislocations . . . . .	244
B.2 Analyse de la striction . . . . .	247

B.3	Analyse des cavités en tomographie X . . . . .	248
<b>Annexe C</b>	<b>Analyses complémentaires de la caractérisation du joint soudé flué</b>	<b>249</b>
C.1	Évolution de la dureté au cours du fluage. . . . .	250
C.2	Complément d'analyse des contraintes internes . . . . .	251
C.3	Protocole d'analyse des précipités . . . . .	251
C.4	Analyse EBSD du joint soudé flué. . . . .	255
<b>Annexe D</b>	<b>Analyse du vieillissement thermique d'un joint soudé à 600 °C</b>	<b>261</b>
D.1	Dureté . . . . .	262
D.2	Précipités . . . . .	262
D.3	Sous-structure . . . . .	263
<b>Annexe E</b>	<b>Caractérisation des cavités avec la technique des Répliques</b>	<b>265</b>
E.1	Description de la technique des Répliques . . . . .	266
E.2	Application sur les échantillons flués . . . . .	267

## Notations

---

### Zones du joint soudé :

---

MB / <i>BM</i>	Métal de Base / <i>Base metal</i>
ZAT / <i>HAZ</i>	Zone Affectée Thermiquement / <i>Heat Affected Zone</i>
ZF / <i>WM</i>	Zone Fondue / <i>Welded zone</i>
ICHAZ	Zone intercritique de la zone affectée thermiquement / <i>Inter Critical Heat Affected Zone</i>
FGHAZ	Zone à grains fins de la zone affectée thermiquement / <i>Fine Grained Heat Affected Zone</i>
CGHAZ	Zone à gros grains de la zone affectée thermiquement / <i>Coarse Grained Heat Affected Zone</i>
THAZ	Zone du métal de base affectée par la chaleur  / <i>Temper Heat Affected Zone</i>

---

### Techniques expérimentales :

---

MEB / <i>SEM</i>	Microscope électronique à balayage
MET / <i>TEM</i>	Microscope électronique à transmission
EBSD	Diffraction des électrons rétrodiffusés  / <i>Electron Back-Scatter Diffraction</i>
EDS	Spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie  / <i>Energy-dispersive spectroscopy</i>
FIB	Sonde ionique focalisée / <i>Focused Ion Beam</i>
DRX	Diffraction des rayons X



# Introduction générale

## Contexte scientifique

En France, l'énergie thermique à flamme est la troisième source de production d'électricité, derrière les énergies renouvelables. L'électricité est fabriquée grâce au dégagement de chaleur issus de la combustion d'éléments fossiles (charbon, gaz, pétrole). Les centrales thermiques à gaz représentent, à elles-seules, plus de 62% de la capacité installée.

Une centrale à cycle combiné au gaz naturel (CCG) est composée d'une turbine à combustion et d'une turbine à vapeur. Le principe consiste à faire fonctionner la turbine à combustion, avec le gaz naturel, et la deuxième turbine à vapeur, avec la vapeur produite par les gaz chauds d'échappement de la première turbine. Les deux turbines entraînent ensuite un ou deux alternateurs qui vont produire de l'électricité.

L'objectif d'une meilleure efficacité thermodynamique impose des conditions de service de plus en plus drastiques aux composants des centrales thermiques. L'augmentation progressive des conditions de pression et de température de la vapeur d'alimentation des turbines a pour but d'améliorer l'efficacité énergétique des centrales. Actuellement, les nouvelles exigences en matière de réduction des émissions de  $CO_2$  représentent un enjeu considérable pour l'avenir. Ainsi, en une trentaine d'années, les températures de vapeur dans les centrales ont crû d'environ  $60\text{ }^\circ C$ , pour atteindre actuellement les  $600\text{ }^\circ C$  dans les unités en exploitation les plus récentes. D'après les projections, les températures de vapeur devraient encore augmenter de l'ordre de  $50$  à  $100\text{ }^\circ C$  dans les trente prochaines années.

Cette évolution est rendue possible grâce au développement de nouveaux matériaux capables de résister aux conditions de service toujours plus sévères. Ces matériaux doivent offrir une résistance au fluage toujours croissante, une certaine stabilité microstructurale dans le temps, une bonne résistance à l'oxydation à chaud côté vapeur et une bonne résistance à la corrosion. Cette demande a conduit à l'utilisation de nuances d'aciers martensitiques à 9-12% de chrome, qui combinent les propriétés de la martensite avec un durcissement par solution solide et par précipitation. Les aciers 9-12% de chrome ont été introduits dans l'industrie énergétique dans les années 1936, avec la nuance T9, 9Cr-1Mo.

Leur essor dans le domaine énergétique a permis l'émergence d'un grand nombre de nuances pour répondre aux exigences dans le dimensionnement des matériaux. Ces aciers ont subi des évolutions métallurgiques considérables depuis la première génération de nuances T9 par l'addition d'éléments d'alliage permettant d'accroître la résistance au fluage. Ainsi, dans la catégorie des aciers à 9%Cr, l'addition des éléments Nb, V, N constitue la deuxième génération d'alliage, (Figure 1). Une troisième génération d'alliages a été obtenue par addition du tungstène (W) et du bore (B).

Ces aciers possèdent une bonne conductivité thermique, un faible coefficient de dilatation thermique, une bonne résistance à la corrosion et un faible coût de production, couplés à de bonnes propriétés mécaniques en fatigue/fluage (Kalck, 2013). Ils ont été sélectionnés comme matériaux de structure, notamment pour les tuyauteries, les collecteurs, les chaudières et autres composants des centrales (Abd El-Azim *et al.*, 2013a).

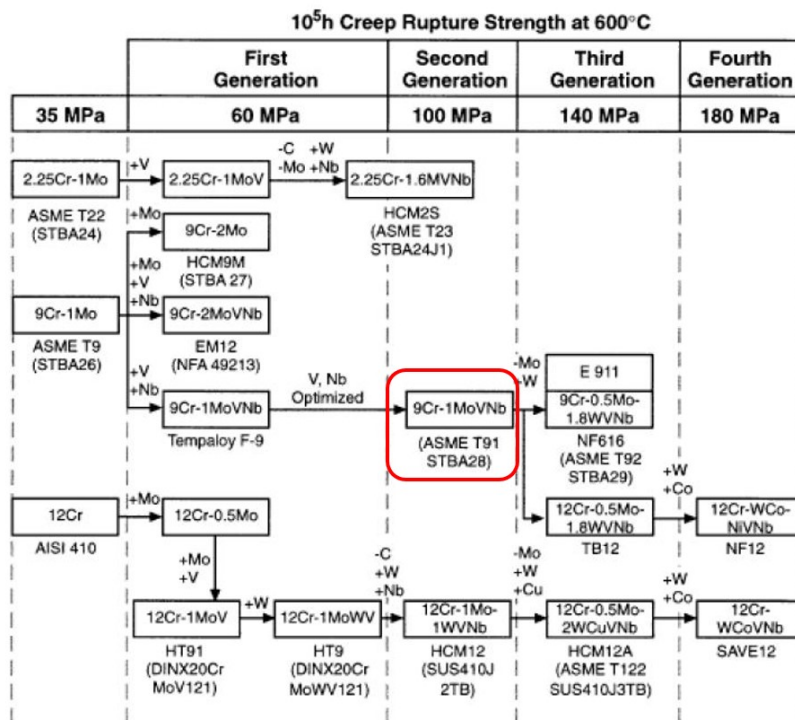


FIGURE 1 – Évolution des matériaux à 9-12%Cr pour les chaudières en centrale thermique, (Masuyama, 2001).

Le Grade 91, ou X10CrMoVNb9-1 dans les normes françaises et européennes, est un acier martensitique développé dans les années 70 à partir de la nuance T9 par l'ajout de vanadium, de niobium et d'azote. Le Grade 91 est nommé ainsi car il est composé d'environ 9% de chrome et 1% de molybdène. Son nom a été attribué par l'ASME (American Society of Mechanical Engineers)



en 1983. Cette nuance a été optimisée pour résister au fluage dans des gammes de température de l'ordre de  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  et avec une limite de contrainte à rupture de l'ordre de  $100\text{ MPa}$  (Sauzay, 2012).

Dans cette étude, nous nous intéressons aux composants en Grade 91 dans les centrales électriques, qui sont majoritairement les tuyauteries reliant les chaudières aux turbines. Ces composants nécessitent la présence de raccords, sous forme de soudure, sur d'autres composants et sur les tuyauteries elles-mêmes. Ces soudures développent, malheureusement, des mécanismes d'endommagement précoces qui sont très difficiles à détecter, notamment avec des contrôles non destructifs. Il importe donc de comprendre et de prédire l'évolution des mécanismes d'endommagement en fluage des soudures en Grade 91.

## Contexte industriel de la thèse

Le Groupe Institut de Soudure a pour mission de développer et de mettre en œuvre des solutions dans le domaine de l'assemblage et des contrôles associés. Il réalise des inspections d'équipements soudés en service, avec la mise en place de méthodes de contrôle non destructif (CND). Ces contrôles permettent la détection de défauts surfaciques et volumiques survenant dans les matériaux métalliques en faisant appel à des techniques telles que la magnétoscopie, la radiographie, les ultrasons *etc.* D'après la détection des défauts, une estimation du niveau d'endommagement et de la durée de vie des pièces peut être réalisée.

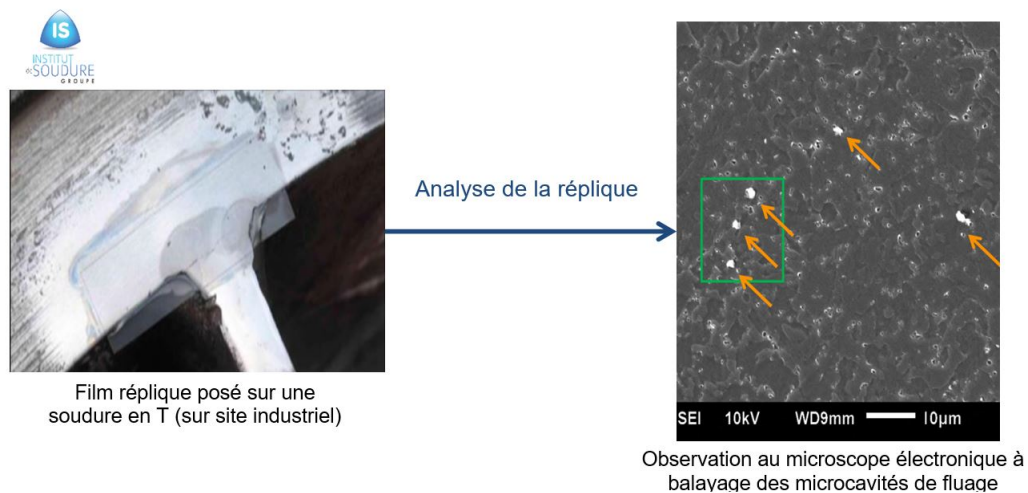


FIGURE 2 – Mesure de la densité de microcavités de fluage sur site industriel, à partir d'une réplique.

L'intégrité des soudures sur les chaudières et tubulures d'une centrale thermique est vérifiée périodiquement, de façon à mesurer l'évolution de l'endommagement avec le temps, et de prévoir un éventuel remplacement des pièces en fin de vie.

Pour le contrôle en fluage des aciers faiblement alliés, l'Institut de Soudure a développé le CND

Réplique. Cette technique consiste à déposer un film réplique en polymère sur la surface de l'assemblage à contrôler. Ce film inscrit la microstructure de la surface sélectionnée, afin de permettre l'observation ultérieure en laboratoire. Une identification des défauts en surface et une détection de l'endommagement en fluage sous forme de micro-cavités est ainsi possible, sans la destruction de l'assemblage, (*cf.* Figure 2).

Néanmoins, ce contrôle ne permet pas d'obtenir des résultats similaires pour les aciers à 9-12% de chrome. Lorsque les micro-cavités sont identifiés sur le film Réplique, l'endommagement au fluage est déjà très avancé, entre 50% et 90% de la durée de vie de l'assemblage. Cette détection trop tardive ne convient pas pour le suivi de l'endommagement en fluage sur site industriel.

## Projet Réplique

Suivant les conditions de service (température - contrainte), les modes d'endommagement au fluage du joint soudé en Grade 91 varient, ce qui entraîne une localisation de la rupture spécifique. Le Grade 91 est utilisé, dans l'industrie, dans une gamme de température de 540 - 610 °C avec une contrainte maximale en service de 89 MPa à 566 °C et 66 MPa à 593 °C. Ces conditions mènent à une rupture localisée dans la ZAT (Zone Affectée Thermiquement), proche du métal de base avec la présence de cavités.

Différentes études apportent des éléments de réponses quant à l'évolution microstructurale induite par le fluage, menant à ce type de rupture. Cependant aucune relation quantitative ne semble avoir été établie entre les modifications observées et la durée de vie. Les liens entre l'évolution de contraintes et les modifications microstructurales, durant le cycle de fluage, restent mal comprises.

C'est dans ce contexte que s'inscrit le projet Réplique d'après une demande de la filière expertise de l'Institut de Soudure pour la filière recherche, sur une problématique de terrain avec des demandes industrielles. La filière recherche de l'Institut de Soudure s'est associée avec le laboratoire Institut Jean Lamour (IJL) à Nancy pour avoir les moyens techniques et les compétences scientifiques pour répondre à la problématique.

Le projet que nous menons a pour objectif l'identification de l'origine et la compréhension de ce mode d'endommagement inhabituel afin de proposer un ou plusieurs facteurs de suivis du temps de vie résiduel d'une soudure en Grade 91. Pour cela, nous avons suivi, au cours du fluage, l'évolution de la microstructure et de l'endommagement dans le métal de base et dans la zone de faiblesse du joint soudé.

Une étude bibliographique a été réalisée afin d'appréhender la problématique de la thèse et de prendre connaissance des études similaires recensées dans la littérature (**Chapitre 1**). Une analyse approfondie des résultats publiés a permis de déterminer les conditions expérimentales optimales pour des essais de fluage accélérés. La contrainte et la température influant fortement

sur les endommagements induits, le choix des paramètres d'essais est l'un des enjeux majeurs de ce travail de recherche (modes d'endommagements induits similaires à ceux rencontrés industriellement) (**Chapitre 2**). Une première caractérisation approfondie du Grade 91 et du joint soudé ont permis de définir l'état de référence pour les analyses qui ont suivi, (**Chapitre 3**).

Dans le cadre de cette thèse, des essais de fluage sur joints soudés ont été réalisés à un niveau de température et de contrainte menant à des endommagements similaires à ceux rencontrés en service. Pour pouvoir déterminer une relation quantitative entre l'endommagement et la durée de vie en fluage, ces essais ont été interrompus à différents stades de fluage.

Les échantillons pré-flués ont été caractérisés par diffraction en rayonnement synchrotron dans les mêmes conditions (contrainte-température), afin d'évaluer l'état des contraintes internes le long du joint soudé pendant le fluage. Les cavités ont également été caractérisées par Tomographie X de laboratoire (**Chapitre 4**).

Les échantillons ont ensuite été finement caractérisés en faisant appel à des techniques de microscopie et de micro-analyse, notamment la microscopie électronique à balayage (MEB) et à transmission (MET), la spectroscopie à rayons X, en mode sélection d'énergie (EDS), la diffraction des électrons en transmission (mode sélection d'aire, SAED) et rétrodiffusés (Electron Back-Scatter Diffraction, EBSD). La caractérisation mécanique a été réalisée par des filiations de micro-dureté (**Chapitre 5**).

Enfin, une comparaison entre la surface et le coeur de l'échantillon a permis de tester différents facteurs de suivi de l'endommagement pour les contrôles non destructifs (**Chapitre 6**).



# Chapitre 1 : Étude bibliographique

*Ce premier chapitre bibliographique, présente le matériau de l'étude Grade 91 et le joint soudé. Des notions de base sur le fluage ainsi que les mécanismes associés sont rappelées. Un exposé des projets de recherche menés par différents auteurs, sur le fluage d'un joint soudé en Grade 91, est présenté en fin de chapitre.*

## Sommaire

---

<b>1.1</b>	<b>Le Grade 91</b> . . . . .	<b>8</b>
1.1.1	Composition chimique . . . . .	8
1.1.2	Traitements thermiques . . . . .	10
1.1.3	Microstructure . . . . .	13
1.1.4	Précipités . . . . .	15
<b>1.2</b>	<b>Le joint soudé</b> . . . . .	<b>20</b>
1.2.1	Procédé de soudage . . . . .	20
1.2.2	Les différentes zones du joint soudé . . . . .	22
1.2.3	Propriétés du joint soudé . . . . .	26
<b>1.3</b>	<b>Le Fluage</b> . . . . .	<b>28</b>
1.3.1	Définition du Fluage . . . . .	29
1.3.2	La rupture en fluage . . . . .	32
<b>1.4</b>	<b>Fluage d'un joint soudé en Grade 91</b> . . . . .	<b>37</b>
1.4.1	La résistance au fluage . . . . .	37
1.4.2	Les principaux modes d'endommagement du joint soudé en Grade 91 . . . . .	39
1.4.3	Rupture dans la zone fondue ou dans le métal de base . . . . .	40
1.4.4	Rupture dans la ZAT . . . . .	41

---

## 1.1 Le Grade 91

### 1.1.1 Composition chimique

Le Grade 91 est un acier martensitique utilisé principalement comme composant dans les centrales thermiques Cycle Combiné Gaz (CCG), notamment pour les tuyauteries destinées au transport de la vapeur entre la chaudière et la turbine. Cet acier martensitique est composé de 9% de chrome et 1% de molybdène, ce qui lui confère son nom de Grade 91. Sa composition est très encadrée et doit respecter les prescriptions des normes françaises et européennes. Elle est détaillée dans le Tableau 1.1, d'après la norme française NF EN 10028-2.

TABLE 1.1 – Composition du Grade 91 d'après la norme (NF EN 10028-2, 2009).

<b>Composition</b> (% mass.)	<b>Cr</b>	<b>Mo</b>	<b>Nb</b>	<b>V</b>	<b>Ni</b>	<b>C</b>	
<b>Norme</b>	8.0 - 9.5	0.85 - 1.05	0.06 - 0.1	0.18 - 0.25	< 0.3	0.08 - 0.12	
<b>Composition</b> (% mass.)	<b>Si</b>	<b>Mn</b>	<b>P<sub>max</sub></b>	<b>S<sub>max</sub></b>	<b>Al</b>	<b>N</b>	<b>Cu</b>
<b>Norme</b>	< 0.50	0.3 - 0.6	0.02	0.005	< 0.04	0.03 - 0.07	< 0.3

Cette composition chimique place le Grade 91, en fonction de ses chrome et nickel équivalents, dans le domaine martensitique du diagramme de Schaeffler, Figure 1.1. Le chrome et le nickel équivalent peuvent être déterminés, en pourcentage massique, avec les équations suivantes :

$$Ni_{eq} = \%Ni + \%Co + 0,5\%Mn + 0,3\%Cu + 30\%C + 25\%N \quad (1.1)$$

$$Cr_{eq} = \%Cr + 6\%Si + 4\%Mo + 11\%V + 5\%Nb + 1,5\%W + 8\%Ti - \%Cu - 40\%C - 30\%N \quad (1.2)$$

L'équation du chrome équivalent est établie pour les aciers avec un taux de chrome inférieur à 9% massique, (Klueh et Harries, 2001).

Dans la composition de l'acier Grade 91, entrent des éléments alpha-gènes et gamma-gènes. Pour rappel, les éléments alphas-gènes (Cr, Mo, Si, *etc.*) sont des éléments qui stabilisent la ferrite alors que les éléments gammagènes (C, N, Cu, Mn, *etc.*) stabilisent l'austénite.

Chaque élément d'addition permet au matériau d'acquérir ses propriétés mécaniques et physiques qui ont été décrites par différents auteurs (Igarachi, Hiroyuki et Kaori, 1997 ; Klueh, 2005 ; Maruyama, Sawada et Koike, 2001b ; Mayer et Masuyama 2008) :

## DIAGRAMME SCHAEFFLER

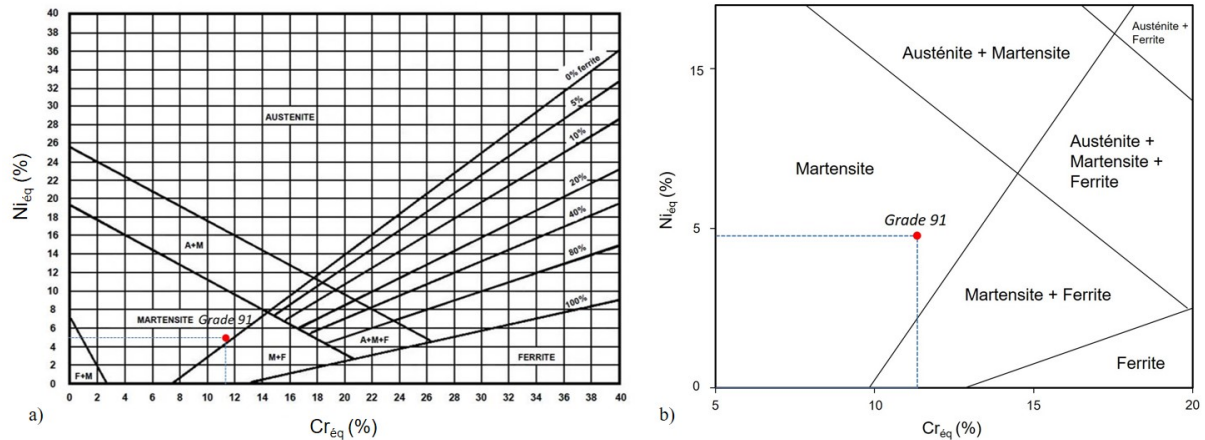


FIGURE 1.1 – a) Diagramme de Schaeffler en fonction du chrome et nickel équivalent, situant le Grade 91 dans le domaine martensitique, b) agrandissement du diagramme dans la zone martensitique, (Klueh et Harries, 2001).

Le chrome (Cr) est un élément alpha-gène, trempant et durcissant, qui diminue la température de transformation martensitique  $M_s$  et augmente la température de transformation austénitique  $AC_1$ . Ainsi, une forte teneur en chrome, au-delà de 12%, favorise la formation de la ferrite. La ferrite, phase fragile, est nuisible pour la résistance au fluage. Par ailleurs, le chrome permet d'assurer une bonne résistance à l'oxydation et à la corrosion et permet d'obtenir de bonnes propriétés mécaniques. En effet, une teneur en chrome supérieure à 8% permet de former des carbures qui retardent la restauration et stabilisent la microstructure. Ainsi, la teneur en chrome doit être comprise entre 9 et 12% pour assurer les bonnes propriétés mécaniques. La teneur à 9% de chrome garantit le meilleur compromis entre résistance au fluage et ténacité des aciers.

Le molybdène (Mo) est un élément alpha-gène qui améliore la résistance au fluage et participe au durcissement par solution solide de la matrice. Cet élément améliore également la résistance par précipitation, en formant des carbures. Néanmoins, une teneur en molybdène trop importante favorise la formation de la ferrite, la phase de Laves (néfaste à la résistance au fluage) et diminue la résistance à l'oxydation. Pour obtenir un effet positif sur la tenue au fluage à long terme, la teneur en molybdène ne doit pas excéder 0.20%.

Le niobium (Nb) et le vanadium (V) sont des éléments qui favorisent la formation de carbures, de nitrures et de carbonitrures, noté MX (avec M un élément métallique et X l'azote ou le carbone). Ces précipités, très stables en température, améliorent la résistance au fluage en limitant le grossissement des grains et en bloquant le mouvement des dislocations par ancrage. Néanmoins, le niobium a un effet négatif sur la soudabilité du matériau en favorisant la fissuration à chaud et la formation de certaines particules de phase de Laves. La teneur en vanadium, optimale pour la formation des carbures, doit être comprise entre 0.1 et 0.5%, et celle en niobium entre 0.01 et 0.15 %.

Le carbone (C) est le principal élément gamma-gène. Il stabilise l'austénite et est nécessaire à la formation des précipités, notamment les carbures. Sa teneur exige également d'être optimisée, car une trop forte concentration en carbone limite la soudabilité et accélère la coalescence des carbures. Par ailleurs, une trop faible teneur en carbone réduit la résistance au fluage. Il est préférable d'avoir une teneur en carbone entre 0.06 et 0.12% pour éviter les effets néfastes.

Le silicium (Si) est un élément alpha-gène qui permet la désoxydation du métal fondu. Sa teneur doit être minimisée et ne doit pas excéder 1% pour ne pas diminuer la ténacité et pour ne pas favoriser la précipitation des phases de Laves.

Les rôles des autres éléments, secondaires, sont présentés dans l'Annexe-A.

### 1.1.2 Traitements thermiques

Différents traitements thermiques sont mis au point pour obtenir la microstructure du Grade 91. La structure martensitique est obtenue grâce à une normalisation suivie d'une trempe. Le matériau trempé subit un traitement de revenu lui permettant d'acquies un meilleur compromis entre résistance au fluage, ductilité et ténacité. Deux états de livraison existent pour ce matériau : l'état normalisé-revenu (NT) et l'état trempé-revenu (QT). L'état QT est généralement utilisé pour des tôles de fortes épaisseurs. En effet, le Grade 91 est un acier auto-trempant, c'est-à-dire qu'une trempe à l'air ambiant est suffisante, si les épaisseurs ne sont pas trop importantes, pour former de la martensite. L'état normalisé-revenu est l'état de livraison le plus couramment utilisé dans l'industrie.

Afin de réaliser correctement les traitements thermiques, il est important de connaître les températures de transformation de phases du matériau.

Il est bien établi que les éléments d'alliage jouent un rôle important sur les températures de transformation austénitique. Les éléments alpha-gènes augmentent la température d'austénitisation  $AC_1$  au chauffage, alors que les éléments gamma-gènes diminuent la température  $AC_1$ . Les formules empiriques d'Andrews définissent les températures caractéristiques de début et de fin de transformation austénitique,  $AC_1$  et  $AC_3$  au chauffage. Ces formules sont exprimées en fonction de la teneur massique des éléments d'alliage et sont valables pour une valeur de carbone inférieure à 0.6% (M. Hantcherli, 2010) :

$$AC_1 = 723 - 10,7Mn - 16,9Ni + 29,1Si + 16,9Cr + 6,38W + 290As \quad (wt \cdot \%) \quad (1.3)$$

$$AC_3 = 912 - 203\sqrt{C} - 15,2Ni + 44,7Si + 104V + 31,5Mo + 13,1W - 30Mn \quad (wt \cdot \%) \quad (1.4)$$

Les températures  $AC_1$  et  $AC_3$ , exprimées en degrés Celsius ( $^{\circ}C$ ) sont également dépendantes de la vitesse de chauffage. Ainsi, il peut exister un écart entre les valeurs théoriques et les valeurs réelles. Klueh estime pour les aciers à 9-12% de chrome, une température de  $AC_1$  entre 760-850  $^{\circ}C$  et  $AC_3$  entre 870-960  $^{\circ}C$ , (Klueh et Harries, 2001). Finkler détermine lui une tem-



pérature  $AC_1$  entre 810-820 °C et  $AC_3$  entre 870-885 °C pour le Grade 91, (Finkler et Schirra, 1996). Enfin, les aciers produit par Vallourec sont caractérisés par des températures  $AC_1$  entre 800-830 °C et  $AC_3$  entre 890-940 °C.

Il existe également une formule d'Andrews pour estimer la valeur de la température de transformation martensitique ( °C ) :

$$M_s = 539 - 423C - 30,4Mn - 17,7Ni - 12,1Cr - 7,5Mo \text{ (wt. \%)} \quad (1.5)$$

La formule de Beres est une autre relation qui estime la valeur de la température de transformation martensitique. Elle a été déterminée pour les aciers martensitiques à haut niveau de chrome et prend en compte plus d'éléments d'alliage (Béres *et al.*, 2001) :

$$M_s = 454 - 210C + \frac{4,2}{C} - 27Ni - 7,8Mn - 9,5(Cr + Mo + V + W + 1,5Si) - 21Cu \text{ (wt. \%)} \quad (1.6)$$

Klueh estime, pour les aciers 9-12% de chrome, une température de Ms entre 250-350 °C et Mf entre 80-190 °C, (Klueh et Harries, 2001). Finkler détermine une température Ms entre 385-400 °C et Mf entre 100-120 °C, (Finkler et Schirra, 1996) et enfin Vallourec estime, pour ses aciers, des température Ms d'environ 400 °C et Mf d'environ 100 °C.

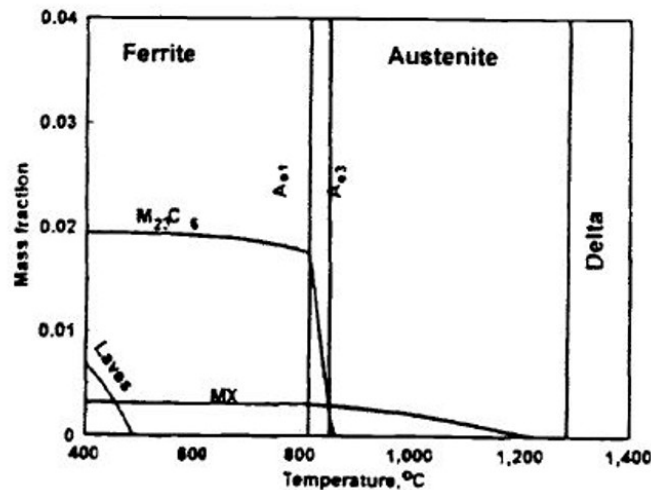


FIGURE 1.2 – Diagramme ThermoCalc© de stabilité des phases à l'équilibre pour le P91, (Klueh et Harries, 2001).

Le premier traitement thermique effectué sur la matière brute de livraison, est la normalisation. Ce traitement permet l'homogénéisation de la microstructure dans le domaine monophasé austénitique, avec une dissolution d'une majorité de carbures et de nitrures. La température de normalisation doit être supérieure à 900 °C pour avoir une dissolution complète des carbures

$M_{23}C_6$  et partielle des précipités MX (Figure 1.2). Par ailleurs, cette température ne doit pas être trop élevée pour éviter, d'une part, la croissance des grains ( $\geq 1125\text{ }^\circ\text{C}$ ), (Orr, Burton et Rasche, 1993) et d'autre part, la formation de la ferrite delta dont la présence à partir de  $1300\text{ }^\circ\text{C}$  est néfaste pour les propriétés d'usage, (Figure 1.2). Les normes françaises fixent la température de normalisation entre  $1040\text{ }^\circ\text{C}$  et  $1080\text{ }^\circ\text{C}$  (A335/A335M-10, 2009). La normalisation permet de déterminer la taille moyenne des grains austénitiques, qui possèdent une influence sur la morphologie de la martensite après trempe (Brachet, 1991).

La transformation de l'austénite en martensite s'opère pendant la trempe par un mécanisme displacif. La Figure 1.3 présente la courbe TRC (Transformation en Refroidissement Continu), pour l'acier Grade 91. D'après cette figure, pour obtenir de la martensite, il faut une vitesse de trempe supérieure à  $4\text{ }^\circ\text{C}/\text{mn}$ , (Finkler et Schirra, 1996). Le Grade 91 est qualifié d'acier auto-trempant. Les normes ne préconisent pas de limite de vitesse de refroidissement, (A335/A335M-10, 2009 ; McGehee et Coleman, 2003).

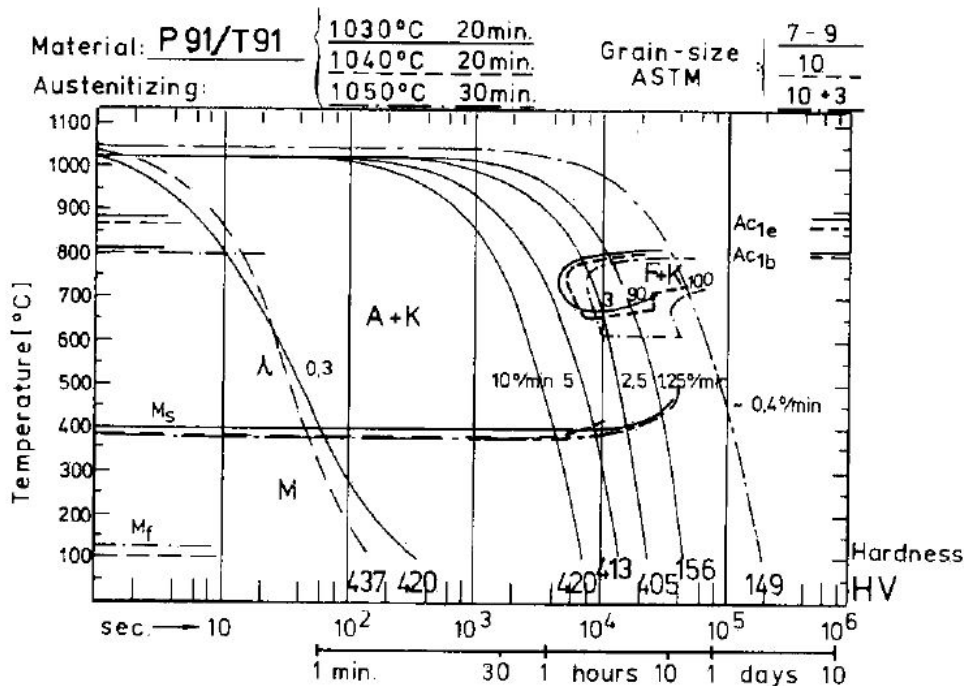


FIGURE 1.3 – Diagramme TRC (Transformation en Refroidissement Continu) de l'acier Grade 91, (Finkler et Schirra, 1996).

Le revenu est un traitement permettant la restauration de la martensite, c'est-à-dire un réarrangement de la structure vers un état plus stable grâce à la diffusion du carbone. Il engendre un adoucissement du matériau, qui est très dur suite à la transformation martensitique. Le phénomène de restauration entraîne la formation de sous-grains séparés par des réseaux de dislocations, (Ennis *et al.*, 2000 ; Hald, 2008). Le revenu permet également une précipitation contrôlée en taille, donnant ainsi des précipités fins et dispersés dans la matrice. La température de revenu ne doit pas dépasser  $A_{c1}$  pour ne pas former de l'austénite. Les normes européennes



$$\{111\}_\gamma // \{110\}_{\alpha'}$$

$$\langle 110 \rangle_\gamma // \langle 111 \rangle_{\alpha'}$$

Selon ce système de relations d'orientation de Kurdjumov-Sachs (K-S), il existe 4 possibilités de plans denses de l'austénite pour la famille de plan  $\{111\}_\gamma$ , qui ont chacun 3 possibilités de directions denses  $\langle 110 \rangle_\gamma$ , associés à 2 possibilités d'être en coïncidence avec une direction dense de la martensite  $\langle 111 \rangle_{\alpha'}$ . Ce système donne en tout 24 possibilités, soit 24 variants théoriques de Kurdjumov-Sachs (K-S).

Les lattes d'un même paquet peuvent avoir 6 variants d'orientation différente (V1 à V6) autour d'un plan même d'accrolement  $\{110\}_{\alpha'} // \{111\}_\gamma$ , illustré sur la Figure 1.5.

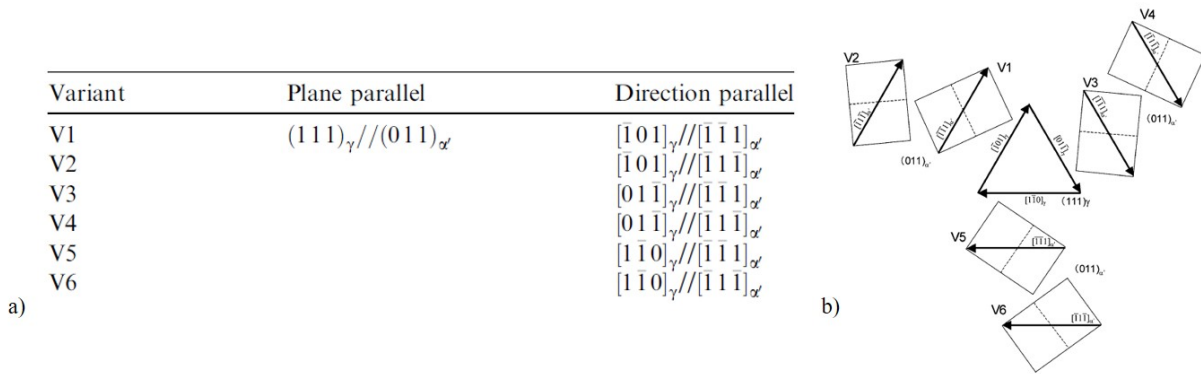


FIGURE 1.5 – Relation d'orientation de Kurdjumov-Sachs entre la martensite et l'austénite mère donnant 1 groupe de 6 variants, (Kitahara *et al.*, 2006).

Un bloc est formé d'un ensemble de 5 à 10 lattes parallèles de même orientation, (Brachet, 1991). Il est possible, au sein d'un bloc, d'avoir une combinaison de deux variants, avec une faible désorientation entre eux, estimée à environ  $10.5^\circ$ , définissant les joints de lattes. Les lattes appartenant au même variant d'un bloc vont former un sous-bloc.

D'après Morito (Morito *et al.*, 2003a), il existe trois types de combinaison entre des blocs adjacents d'un même paquet, par rapport à la désorientation autour des axes de type  $\langle 110 \rangle_{\alpha'}$  :

1 : V1-V3, V3-V5, V5-V1, V2-V4, V4-V6 et V6-V2 avec une désorientation autour de  $\langle 110 \rangle_{\alpha'}$  de  $60^\circ$ ,

2 : V1-V6, V3-V2 et V5-V4 avec une désorientation autour de  $\langle 110 \rangle_{\alpha'}$  de  $49.5^\circ$ ,

3 : V1-V2, V3-V4 et V5-V6 avec une désorientation autour de  $\langle 110 \rangle_{\alpha'}$  de  $70.5^\circ$ , soit  $60^\circ$  autour de  $\langle 111 \rangle_{\alpha'}$ .

Ainsi les blocs sont délimités par des joints de fortes désorientations autour d'un axe commun de type  $\langle 111 \rangle_{\alpha'}$ .

La Figure 1.6 représente une courbe de fréquences des désorientations angulaires pour la martensite déterminée d'après une cartographie EBSD, (Ben Haj Slama, 2018). L'auteur observe

des pics de désorientation vers 53 et 60 ° qui représentent les joints de blocs et une augmentation de la fréquence vers les faibles désorientations, qui représentent les sous-blocs. La différence de mesures des désorientations angulaires par rapport à la théorie (K-S) serait dues aux contraintes locales et/ou à la restauration.

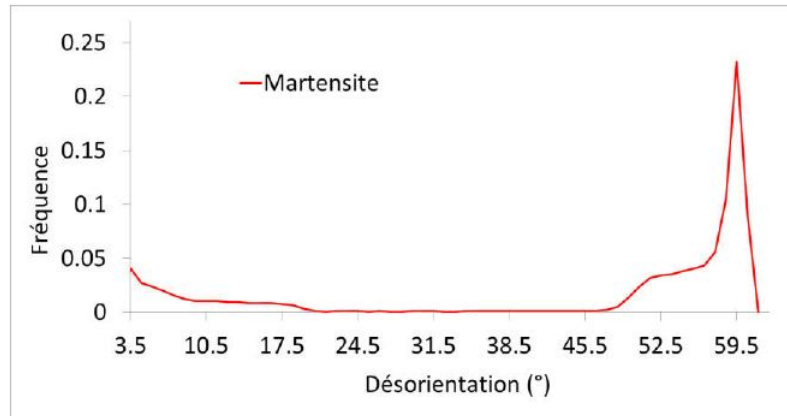


FIGURE 1.6 – Histogramme de désorientation angulaire pour la martensite, avec des fréquences plus élevées en dessous de 10 ° et au-dessus de 50 °, (Ben Haj Slama, 2018).

La martensite est un état métastable qui subit, pendant le revenu ou en service à haute température, une restauration vers un état ferritique, plus stable. Cette restauration va "nettoyer" la microstructure pour ne laisser que les sous-blocs. D'après certains auteurs, le terme de lattes n'est plus approprié pour cette microstructure (Pesicka *et al.*, 2004). Cette restauration, s'accompagnant d'un réarrangement des dislocations, conduisant à des sous-joints de très faible désorientation qui vont délimiter la sous-structure dans les sous-blocs (Ennis *et al.*, 2000 ; Hald, 2008).

#### 1.1.4 Précipités

La microstructure du Grade 91 est décorée par de nombreux précipités. Le Grade 91 est le siège de la précipitation de trois phases à l'équilibre : les  $M_{23}C_6$ , les MX et la phase de Laves. Certains auteurs rapportent également la présence de la phase Z, apparaissant au cours d'un vieillissement très long.

Les carbures  $M_{23}C_6$ , riches en chrome, précipitent le long des joints de lattes, de blocs, de paquets et des anciens grains austénitiques. Le M de  $M_{23}C_6$  désigne le métal, comme le chrome, le niobium, le vanadium, le fer et/ou le molybdène. D'après le diagramme des phases (Figure 1.2) ces précipités sont stables en température jusqu'à environ 900 °C. Ainsi lors du traitement de normalisation, ils sont entièrement dissous et précipitent de nouveau lors du revenu. Après le revenu, ce sont des précipités relativement de grande taille, dont les plus gros (200 nm) sont présents sur les joints de forte désorientation (paquets, blocs, anciens grains austénitiques) et

les plus petits (50-100 nm) sont localisés sur les joints de faibles désorientations (lattes). Cette différence de taille suivant la nature du joint est causée par la diffusion des éléments d'addition qui est facilitée le long des joints de fortes désorientations, qui sont des chemins de diffusion préférentiels. De plus, au cours du refroidissement, des précipités peuvent se former à partir de 900 °C sur les joints austénitiques, alors que les autres interfaces se forment à des températures plus faibles,  $T < M_s$  ((Figure 1.2); Klueh et Harries, 2001; Maruyama *et al.*, 2001).

Ces précipités permettent la stabilisation des joints de grains, de blocs et de paquets, essentiels pour le maintien à l'équilibre de la microstructure, lors de sollicitations thermiques et/ou mécaniques.

Les précipités MX sont des précipités soit riches en vanadium soit riches en niobium. Le M désigne le vanadium ou le niobium et le X le carbone ou l'azote. Ces précipités sont très stables en température, jusqu'à environ 1300 °C (Figure 1.2), et ne sont donc pas entièrement dissous lors de traitements d'austénitisation. Cette non-dissolution permet le contrôle de la taille des grains austénitiques lors de l'austénitisation. Lors du revenu, les anciens MX grossissent et de nouveaux précipités apparaissent à l'intérieur des lattes de martensite. Ce sont des précipités majoritairement fins (20-50 nm), qui sont des éléments essentiels à la résistance au fluage. Ils permettent de bloquer le mouvement des dislocations et d'empêcher le déplacement des joints de la sous-structure (Klueh et Harries, 2001; Abe *et al.*, 2007; Maruyama *et al.*, 2001). La coalescence des MX est lente par rapport à celle du  $M_{23}C_6$ , créant une barrière stable et efficace contre le mouvement des dislocations (Lee *et al.*, 2015). D'après la littérature, les précipités MX sont classés en trois catégories (Yamada *et al.*, 2001; Panait *et al.*, 2010; Maruyama *et al.*, 2001) :

Les précipités de type I sont des MX riches en niobium Nb(C, N) de diamètre compris entre 30 et 50 nm et de forme sphérique ou cuboïdale (Figure 1.10). Ces précipités ont une grande stabilité thermique et apparaissent avant l'austénitisation. Les plus gros ne sont pas dissous et grossissent pendant le revenu.

Les précipités de type II sont des MX riches en vanadium V(C, N), qui ont une forme de tige ou de plaque, de longueur environ 60 nm et de largeur environ 20 nm (Figure 1.10). Ces précipités apparaissent au moment du revenu et sont répartis de manière homogène. Ils permettent d'assurer une bonne tenue mécanique au matériau, en faisant barrière aux mouvements des dislocations.

Les précipités de type III sont formés lors de la seconde précipitation des VN sur les Nb(C, N). Ce sont des précipités métastables qui mesurent entre 40 et 110 nm. Ces précipités, nommés V-Wings, évoluent fortement avec la température de revenu et diminuent l'homogénéité des VN dans la matrice. Ils ont tendance à disparaître durant le fluage.

D'autres précipités métastables, de type  $M_2X$ ,  $V_4C_3$ ,  $M_6X$ ,  $M_7C_3$  peuvent parfois être observés. Deux autres phases, la phase de Laves et la phase Z, néfastes pour les propriétés d'usage,

peuvent également apparaître dans le Grade 91 suite à un vieillissement thermique ou à des sollicitations en fluage.

La phase de Laves est un composé intermétallique  $Fe_2Mo$  avec du silicium, (Figure 1.10). Cette phase précipite aux joints de grains et de sous-grains et est observable pour des temps de maintien à haute température très longs. La germination de cette phase appauvrit la matrice en molybdène, élément durcissant, provoquant une diminution de la résistance par solution solide. La phase de Laves est également un site préférentiel de germination des cavités et d’amorçage de fissures. Il existe deux stades d’évolution de la phase de Laves : la germination et la croissance/coalescence. Lors de son apparition, cette phase est très fine et est capable, initialement, de participer à la résistance au fluage (65 – 130 nm). Malgré cela, sa croissance étant très rapide et conséquente, sa formation accélère la déformation en fluage. Sa taille à l’équilibre dépend de la température et du temps de vieillissement, pouvant atteindre jusqu’à 1000 nm, (Tamura *et al.*, 1988 ; Korcakova *et al.*, 2001 ; Panait *et al.*, 2010b ; Klueh et Harries 2001 ; Hald, 2008). Hald a étudié l’évolution de la taille des phases de Laves dans le P92 en fonction de la température et du temps de maintien, (Figure 1.7). Il observe que la température a une forte influence sur l’évolution des phases de Laves, avec une taille de précipités 60% plus importante à 650 °C qu’à 600 °C.

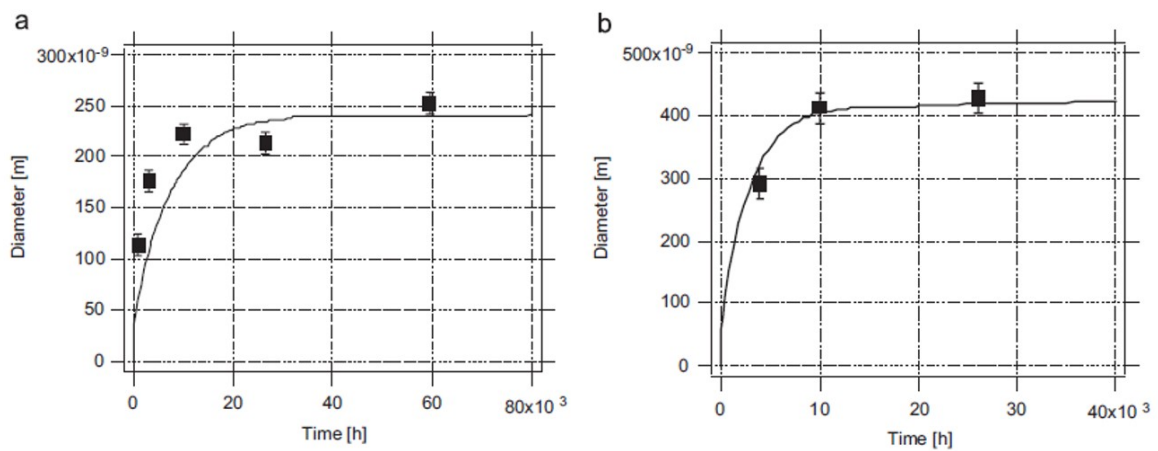


FIGURE 1.7 – Évolution de la taille des phases de Laves dans le P92 à a) 600 °C et b) 650 °C, en fonction du temps de revenu, (Hald, 2008).

La phase Z, un complexe nitruré Cr(V,Nb)N, est issue d’une transformation graduelle des précipités MX par l’absorption du chrome. Elle possède une structure cristallographique tétragonale (Danielsen et Hald, 2009 ; Klueh et Harries, 2001). Cette phase n’est pas observée par tous les auteurs dans la littérature due à sa cinétique de formation très lente. Il est difficile de définir un temps d’apparition de la phase Z, car cette dernière dépend des paramètres d’essais, mais également des paramètres du matériau, comme l’élaboration, la composition et les traitements thermiques. Selon Lee et Abe, cette phase apparaît pour des temps d’exposition supérieurs à 10 000 h à 650 °C, (Lee *et al.* 2015 ; Abe, Taneike et Sawada, 2007a). Différentes hypothèses existent sur la formation de la phase Z, comme celle proposée par Cippola, par l’enrichissement

graduelle en chrome des précipités MX, (Figure 1.8 et Figure 1.9).

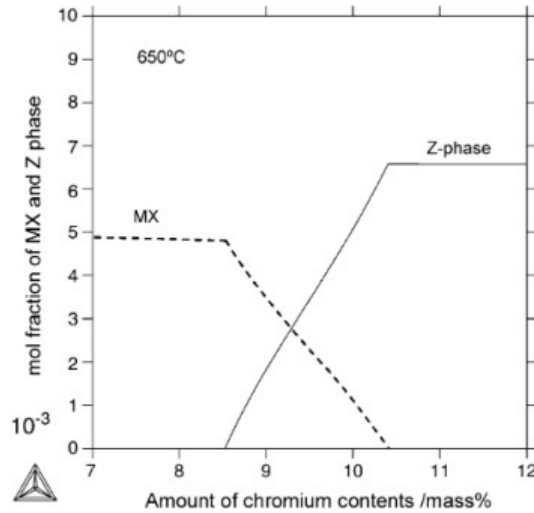


FIGURE 1.8 – Fraction molaire des phases MX et Z en fonction de la concentration du chrome dissous, calculée par ThermoCalc© sur un acier 9-12% Cr (Yoshizawa, *et al.*, 2008).

Néanmoins, après la période de germination, la phase Z grossit rapidement. Elle possède une taille allant de 250 à 750 nm et se développe aux anciens joints de grains austénitiques, Panait *et al.* 2010). Au vu de sa taille et de sa position, elle ne contribue pas au renforcement du matériau par précipitation. Elle est, de plus, responsable de la dégradation du matériau par la dissolution des MX. Enfin, les précipités de la phase Z sont des sites préférentiels de germination des cavités lors du fluage. Ainsi, la phase Z est considérée comme l'un des facteurs principaux d'instabilité de la tenue en fluage des aciers 9-12% de chrome, (Maruyama *et al.*, 2001 ; Hald, 2008 ; Klueh et Harries, 2001 ; Lee *et al.*, 2015 ; Strang et Vodarek, 1996).

Le tableau donné par la Figure 1.10 est un récapitulatif des caractéristiques des précipités dans le Grade 91 ainsi que leurs sites d'apparition.

Les inclusions sont présentes en très faible proportion dans le Grade 91, avec une fraction volumique de  $5 \cdot 10^{-4}$ , (Zhang, Noble et Eyre, 1991). Elles sont de petites tailles (de 1-3  $\mu\text{m}$ ) et sont composées principalement des éléments Al, Cu, Mn, O, Si, Nb et Mg. La formation des inclusions est majoritairement liée à l'élaboration du matériau, comme l'emprisonnement de l'oxygène. Le rôle des inclusions, d'après certains auteurs, est négligeable en sollicitation en fluage par rapport à celui des précipités et des phases (Gaffard, 2004).



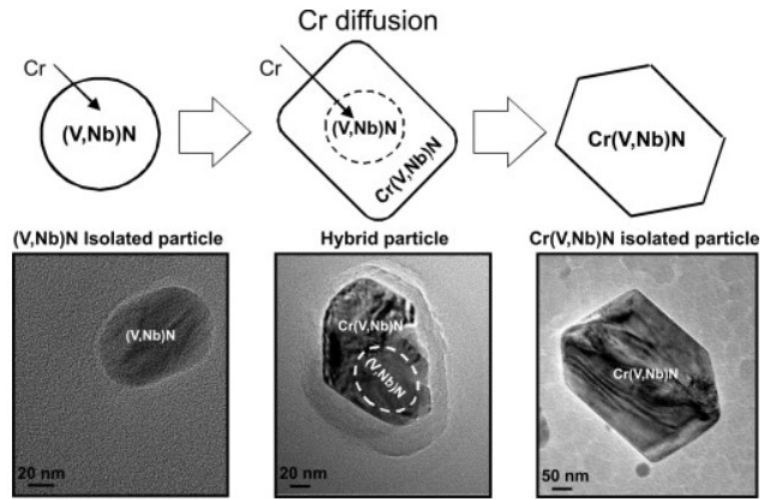


FIGURE 1.9 – Formation de la phase Z analysée par microscopie électronique en transmission en mode champ clair, à différents temps de vieillissement thermique : 0, 300h et 3 000h à 650 °C (Cipolla *et al.*, 2010).

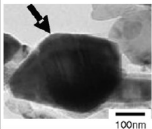
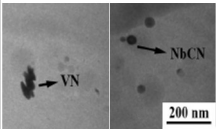
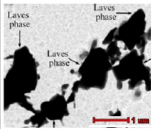
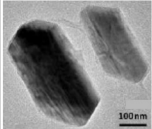
Précipités	Structure cristalline <i>(Kluwe et Harries 2001)</i>	Taille moyenne	Germination	Zone de précipitation	Micrographie MET
$M_{23}C_6$	fcc a= 1,066 nm	50-200 nm	Revenu, Fluage	Ancien joint de grains austénitiques, joint de paquets, de blocs et de sous-grains de la martensite	 <i>(Abe, Taneike, et Sawada 2007)</i>
MX	fcc a= 0,444 - 0,447 nm	30-70 nm	Austénitisation, Revenu, Fluage	Sous-joint et dans les sous-grains de martensite	 <i>(Marzocca, Luppò, et Zalazar 2015)</i>
Phase de Laves	Hexagonal a=0,4744 nm c= 0,7725 nm	200-400 nm	Fluage/ Vieillissement	Ancien joint de grains austénitiques, joint de paquets, de blocs et de sous-grains de la martensite	 <i>(Panait et al. 2010)</i>
Phase Z	Tétragonal a=0,286 nm c= 0,739 nm	250-750 nm	Fluage/ Vieillissement	Ancien joint de grains austénitiques	 <i>(Cipolla et al. 2010)</i>

FIGURE 1.10 – Tableau donnant les caractéristiques cristallographiques, morphologiques des phases secondaires du Grade 91 ainsi que leurs sites de précipitation.

## 1.2 Le joint soudé

### 1.2.1 Procédé de soudage

Le soudage est une opération qui permet d'établir une continuité définitive entre des parties à assembler. Lors du soudage à chaud, trois mécanismes sont possibles :

- la diffusion, avec la création d'une zone d'alliage,
- l'édification d'une orientation cristalline commune par recristallisation ou épitaxie,
- le rapprochement par effort mécanique.

Différentes interventions sont nécessaires au procédé de soudage : l'utilisation d'un métal d'apport, d'une pression sur les pièces à assembler ou d'une variation de température à l'interface. La nature de l'énergie nécessaire à l'activation de la continuité est diverse, créant une grande variété de procédés de soudage. Une partie de ces procédés est répertoriée sur la Figure 1.11 (Taylor et Guesnier). L'opération de soudage aborde à la fois la thermique, la chimie et la thermo-mécanique. Ces différents aspects en font une technique complexe dans la conception, la fabrication et le suivi. Dans le cadre de cette thèse, nous aborderons principalement le suivi après l'opération soudage.

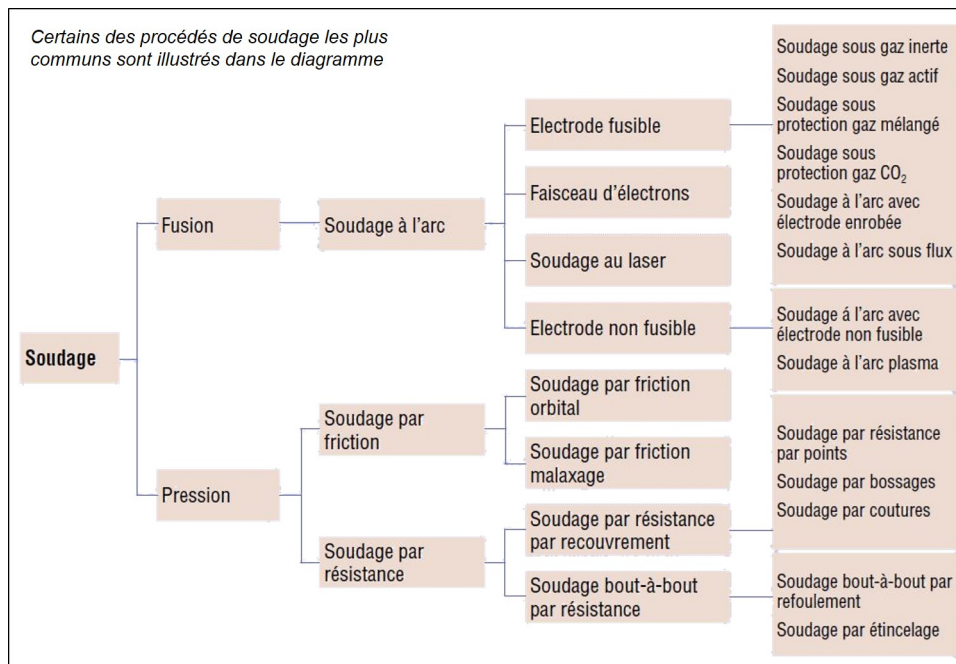


FIGURE 1.11 – Arborescence des différents procédés de soudage (Taylor et Guesnier).

Le Grade 91 possède un faible coefficient de dilatation thermique par rapport aux aciers austénitiques classiques ( $12,6 \cdot 10^{-6} \cdot K^{-1}$  pour le Grade 91 contre  $17-20 \cdot 10^{-6} \cdot K^{-1}$  pour les aciers austénitiques) et une bonne conductivité thermique (de l'ordre de  $30 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$  pour le Grade 91 contre  $19-23 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$  pour les aciers austénitiques). Ces deux propriétés lui permettent d'avoir plus de stabilité structurelle et de réduire les gradients thermiques dans la

matière donc de diminuer, par conséquent, les contraintes thermiques (Yin et Faulkner, 2008). Ceci permet au Grade 91 d'avoir de bonnes propriétés de soudabilité. Néanmoins, l'opération de soudage crée de fortes contraintes résiduelles lors de la solidification. La soudure est également le siège de nombreuses fissures réduisant fortement la résistance à la fatigue et au fluage.

De manière générale, il existe deux types de fissures créées par le procédé de soudage : la fissuration à chaud et la fissuration à froid, (« La soudabilité des aciers », 2004 ; Taylor et Guesnier) :

- La fissuration à froid est un phénomène provoqué par la présence d'hydrogène dissous dans le métal fondu. Lors de la transformation martensitique, la solubilité de l'hydrogène décroît, créant des bulles d'hydrogène, plusieurs heures après le soudage, puis apparition de fissures fines, non oxydées et perpendiculaires aux directions des contraintes principales.
- La fissuration à chaud se produit par la présence d'un film liquide entre les grains pendant le retrait à la solidification. Ce film, composé de sulfures de fer ou de phosphore, ne s'adapte pas aux contraintes internes et crée une fissure. La composition joue un rôle important dans la fissuration à chaud, par exemple, le niobium favorise la création du film liquide. Ces fissures sont larges, perpendiculaires aux vagues de solidification et généralement oxydées à l'intérieur.

Suite au procédé de soudage, un traitement thermique de détensionnement est appliqué. Le traitement de détensionnement ou PWHT (*Post-Weld-Heat-Treatment*) permet d'homogénéiser les différentes zones du joint soudé et de relaxer les contraintes résiduelles induites par le procédé. En effet, à cause des températures atteintes lors du soudage, une différence de microstructure, de dureté et de résistance se manifeste entre la soudure et le métal de base. Pour l'obtention de bonnes tenues en service, la soudure doit présenter des propriétés mécaniques similaires à celles du métal de base. Ainsi, le traitement de détensionnement minimise la différence de la dureté entre ces deux parties et réalise un revenu de la martensite fraîchement formée. Le traitement de détensionnement est réalisé à des températures comprises entre 750 °C et 760 °C avec un temps de maintien dépendant de l'épaisseur du matériau (Merchant, 2015 ; Parker et Siefert, 2013).

Le traitement de détensionnement possède une grande influence sur la tenue en fluage. Li, (Li *et al.*, 2016), a étudié son influence sur le temps à rupture en fluage, (Figure 1.12). Il remarque que lorsque la température du traitement dépasse les 760 °C, le temps à rupture diminue de façon non négligeable. Le temps à rupture est de 388 heures pour un PWHT à 840 °C pendant 2 heures et de 942 heures pour un PWHT de 600 °C pendant 2 heures.

Le temps de maintien joue également un rôle dans la tenue en fluage. L'auteur montre que le temps à rupture à 650 °C et 69 MPa, pour un PWHT de 840 °C pendant 2 heures est de 388 heures contre 205 heures pour un maintien de 8 heures. Cette différence diminue avec les températures en dessous de 760 °C, avec 942 heures pour une PWHT de 600 °C pendant 2 heures et 925 heures pour une PWHT de 600 °C pendant 8 heures, (Figure 1.12).

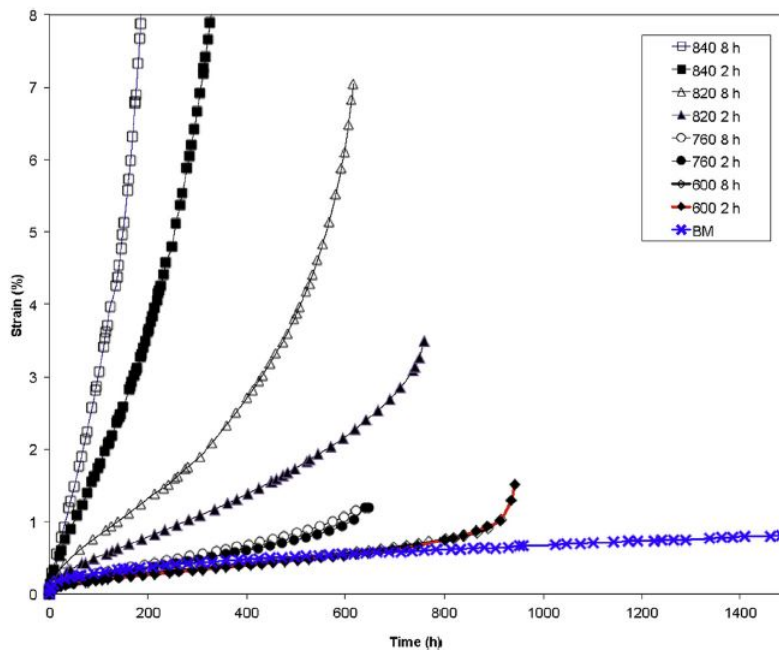


FIGURE 1.12 – Étude de l'influence du traitement PWHT sur le Grade 91 : courbe de fluage à 650 °C et 69 MPa en fonction des températures et temps de maintien du PWHT, (Li *et al.*, 2016). BM signifie la zone du métal de base.

### 1.2.2 Les différentes zones du joint soudé

Toutes les zones du matériau ne subissent pas le même trajet thermique au cours du soudage suivant la distance au métal fondu. Ce gradient de température engendre une microstructure hétérogène qui compose le joint soudé. De manière théorique, le joint soudé est défini par le métal de base, le métal d'apport (appelé zone fondue) et par la Zone Affecté Thermiquement (ZAT). Ces différentes parties du joint soudé sont illustrées par les Figures 1.13, 1.14, 1.15.

**La Zone Fondue :** La température subie dans cette zone est supérieure à la température de fusion. Ainsi le métal d'apport est entièrement liquide lors de l'opération puis se solidifie rapidement. Suite à une passe de soudage, des grains germent à l'interface liquide-métal et croissent suivant le gradient de température, créant des grains colonnaires, dont la taille est de l'ordre du millimètre, avec des joints de forte désorientation, (Figure 1.15). Lorsque le procédé de soudage est multipasse, alors la microstructure colonnaire est partiellement refondue lors d'une passe supplémentaire, créant une microstructure secondaire de petits grains équiaxes avec des joints de faibles désorientations, lors du refroidissement. La microstructure de la zone fondue avec le procédé multipasse est donc composée de grains colonnaires et de petits grains équiaxes aux frontières entre deux passes de soudage, (Mythili *et al.*, 2003 ; Reed et Bhadeshia, 1994).

Les techniques de soudage multicouches offrent plus de temps de diffusion pour compenser les processus de ségrégation et permettent une transformation complète et homogène de la ferrite delta en austénite. Ainsi peu de ferrite est observée dans la zone fondue, (Cerjak et Mayr, 2008).

Suite au traitement de détensionnement, après soudage, la microstructure de la zone fondue est entièrement martensitique et similaire à celle du métal de base. Néanmoins, elle possède de petits sous grains, avec une forte densité de dislocations et des petits précipités, (Eggeler *et al.*, 1994).

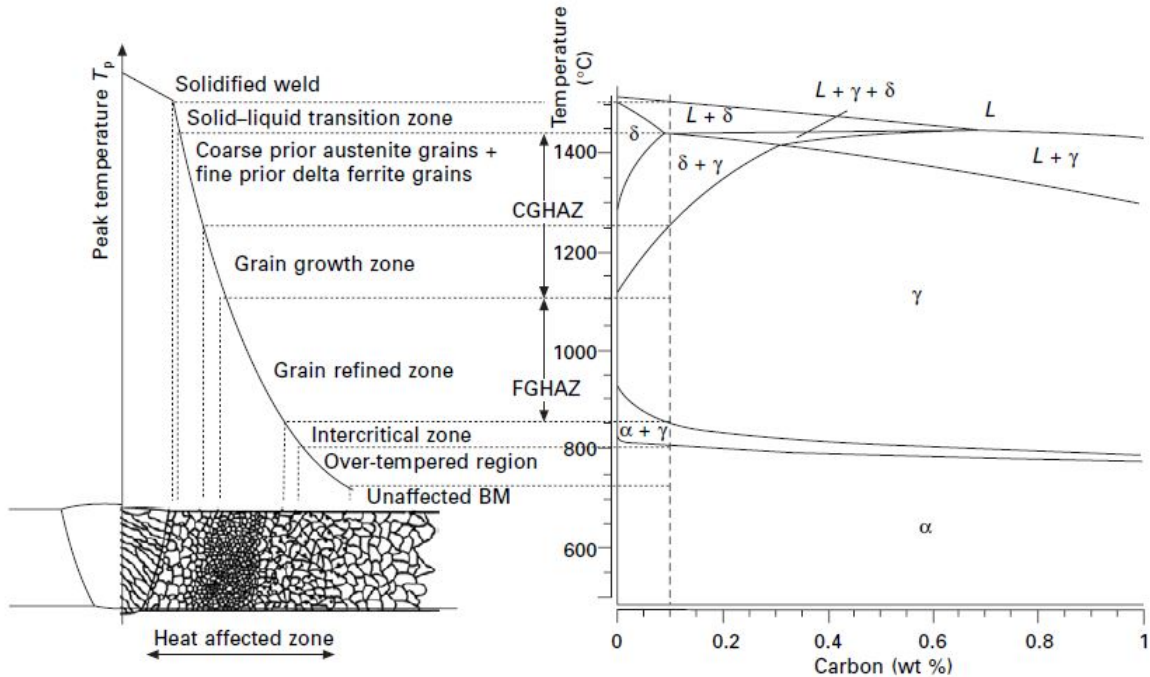


FIGURE 1.13 – Représentation schématique des zones du joint soudé associées aux températures subies lors du soudage, (Cerjak et Mayr, 2008).

La ligne de fusion est la frontière qui sépare la zone fondue de la zone affectée thermiquement (ZAT).

La Zone Affectée Thermiquement (ZAT) : Au cours du soudage, cette zone subit des températures comprises entre  $A_{c1}$  (Température de début de transformation en austénite) et la température de fusion. De nombreuses transformations microstructurales se produisent dans la ZAT qui mesure environ 3 à 5 mm et se décompose, généralement, en trois parties, (Figure 1.14) :

- la zone à gros grains (CGHAZ, *Coarse Grain Heat affected Zone*),
- la zone à grains fins (FGHAZ, *Fine Grain Heat Affected Zone*),
- la zone intercritique (ICHAZ, *Inter Critical Heat Affected Zone*).

La zone à gros grains, (CGHAZ : *Coarse Grained Heat Affected Zone*) :

Cette zone est soumise à une température supérieure à la température de transformation austénitique  $A_{c3}$  (Température de fin de transformation de la ferrite en austénite, au cours du chauffage). Ainsi, toute la zone est réausténitisée avec une dissolution quasi-complète des pré-

pités. Lors du refroidissement, de la martensite fraîche est formée, possédant une taille d'anciens grains austénitiques importante (40 et 60  $\mu\text{m}$ ). En effet, les précipités ayant été dissous, la croissance des grains n'est pas gênée par ces derniers. Lors du traitement de détensionnement, la martensite subit son premier revenu et des petits précipités germent. La CGHAZ possède la fraction la plus faible de gros précipités et une densité de dislocations élevée, causée par la transformation complète de la martensite (Vidyarthi et Dwivedi, 2018; Cerjak et Mayr, 2008; Wang *et al.*, 2016).

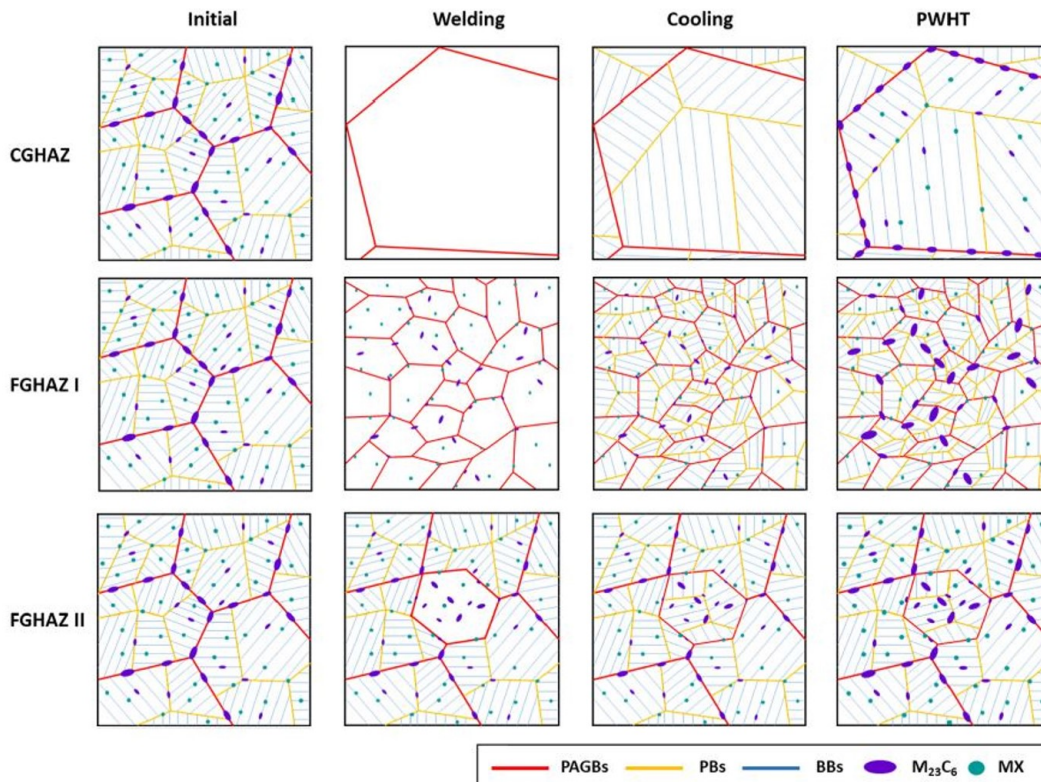


FIGURE 1.14 – Représentation schématique de la distribution des précipités dans chaque zone de la HAZ, avec la FGHAZ II contenant la ICHAZ et la THAZ, (Seo *et al.*, 2020).

La zone à grains fins, FGHAZ (*Fine Grained Heat Affected Zone*) :

Cette zone, d'environ 2 mm d'épaisseur, subit une température environ égale à  $A_{c3}$ . Le matériau est réausténité mais avec une dissolution partielle des précipités. Pendant le cycle de soudage, la température imposée permet la dissolution des petits carbures mais pas des gros carbures situés sur les anciens joints de grains austénitiques. Ainsi, la martensite, fraîchement formée lors du refroidissement, est limitée par la présence des précipités. La microstructure résultante est une structure équiaxe à grains fins, avec une taille de grain d'environ 10-15  $\mu\text{m}$ .

La FGHAZ est donc composée d'une fraction importante de gros précipités et d'une faible fraction de fins carbures, (Figure 1.14) (Abd El-Azim *et al.*, 2005; Seo *et al.*, 2020; Cerjak et Mayr, 2008; Vidyarthi et Dwivedi, 2018; Wang *et al.*, 2016).

La zone intercritique, ICHAZ (*Inter Critical Heat Affected Zone*) :

Cette zone est la plus fine de la ZAT. Comme l'indique son nom, c'est une zone qui fait la liaison entre la ZAT et le métal de base. Les températures ressenties sont comprises entre  $A_{c1}$  et  $A_{c3}$ . Ainsi, la zone est partiellement réausténitisée et les précipités sont partiellement dissous. La microstructure, après refroidissement, est donc composée d'anciens gros grains martensitiques initiaux (20-40  $\mu\text{m}$ ) et de nouveaux grains fins équiaxes de martensite fraîche (5-10  $\mu\text{m}$ ). Après le traitement de détensionnement, la microstructure est un mélange de martensite à gros grains sur-revenue et de martensite à grains fins revenue. À cause de la dissolution partielle des précipités et des températures atteintes pendant le soudage et le traitement de détensionnement, la ICHAZ est composée de gros carbures  $M_{23}C_6$  et de MX, (Figure 1.14).

Une forte baisse de la densité de dislocations est également relevée par différents auteurs, créant un adoucissement dans cette zone. De manière globale, la structure en lattes de martensite tend à disparaître au profit d'une sous-structure en cellule de dislocations polygonales. Les auteurs notent une coalescence des carbures sur les joints et les sous-joints de grains, pouvant atteindre jusqu'à 200 nm de diamètre ainsi qu'une précipitation de fins carbonitrides et nitrures de vanadium dans les sous-grains, (Figure 1.17). Le cumul des deux structures en fait une zone de faiblesse du joint soudé. (Cerjak et Mayr, 2008, Gaffard *et al.*, 2005 ; Pandey *et al.*, 2017 ; Vidyarthi et Dwivedi, 2018 ; Wang *et al.*, 2016).

La zone affectée par la chaleur, THAZ (*Temper Heat Affected Zone*) : cette zone est située dans le métal de base à la frontière avec la ICHAZ. Les températures perçues par le matériau sont comprises entre 650 °C et  $A_{c1}$ . La microstructure ne subit donc pas de modification, seulement un sur-revenu accompagné d'un grossissement des précipités. La taille des anciens grains austénitiques dans le métal de base est d'environ 40-60  $\mu\text{m}$  (Cerjak et Mayr, 2008 ; Wang *et al.*, 2016).

*Il est important de noter que certains auteurs ne prennent pas en considération l'existence de la zone intercritique. Ainsi, cette dernière est comprise dans la zone FGHAZ lors de leurs analyses.*

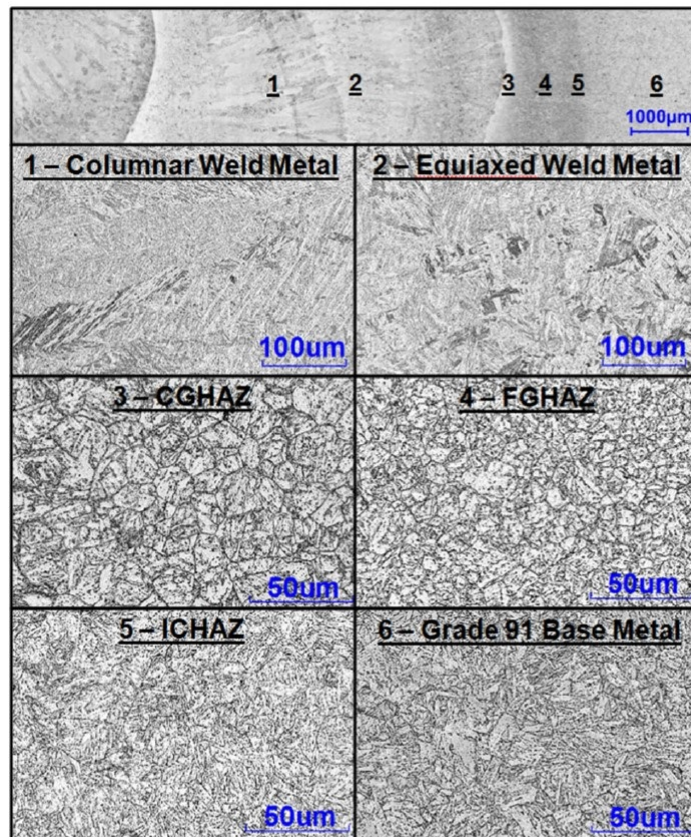


FIGURE 1.15 – Série de micrographies obtenues au microscope électronique à balayage (MEB-SE), montrant la microstructure du joint soudé en Grade 91 (Parker et Siefert, 2013)

### 1.2.3 Propriétés du joint soudé

L'essai de microdureté est un outil qui permet de mettre en évidence l'hétérogénéité de résistance de la microstructure. La Figure 1.16, illustre la variation de dureté à travers un joint soudé avant et après le traitement de détensionnement. La ligne de fusion est indiquée sur la figure par un trait vertical.

Sur la Figure 1.16, les différences de dureté, avant le traitement de détensionnement, définissent les zones du joint. La dureté de la zone fondue est supérieure à la dureté du métal de base, (350-400 à environ 250 HV3), car sa microstructure et sa composition est différente de celle du métal de base. La dureté varie fortement dans la ZAT à cause de l'hétérogénéité de la microstructure. La dureté la plus élevée se situe proche de la ligne de fusion, ce qui correspond à la zone à gros grains CGHAZ. Une forte chute de dureté est ensuite enregistrée jusqu'au métal de base, pour les zones FGHAZ et ICHAZ. La zone de dureté la plus faible correspond à la zone intercritique ICHAZ, proche du métal de base. La limite entre la ICHAZ et le métal de base reste néanmoins difficile à définir (Sireesha *et al.*, 2001 ; Chandravathi *et al.*, 2001 ; Laha *et al.*, 1995 ; Eggeler *et al.*, 1994).



Sireesha a réalisé le même profil de dureté après deux traitements de détensionnement différents, l'un à  $730\text{ }^{\circ}\text{C}$  pendant 2 heures et l'autre à  $760\text{ }^{\circ}\text{C}$  pendant 6 heures, (Figure 1.16). Le traitement de détensionnement a une forte influence sur les propriétés mécaniques, en homogénéisant la microstructure et adoucissant de manière globale le joint. Ce phénomène est plus prononcé avec un traitement de détensionnement de  $760\text{ }^{\circ}\text{C}$  pendant 6 heures. L'adoucissement est expliqué par différents facteurs : diminution de la densité de dislocations, disparition des lattes de martensite, développement d'une polygonisation conduisant à des cellules de dislocations, diminution de la résistance par solution solide et coalescence des précipités, (Sireesha *et al.*, 2001).

Les variations de dureté à travers le joint soudé possèdent, néanmoins, les mêmes tendances que pour le profil avant le traitement de détensionnement, mais elles sont moins prononcées. Le minimum de dureté reste localisé dans la zone ICHAZ. Ainsi, la zone intercritique semble être la zone de faiblesse du joint soudé. Par ailleurs, l'overmatching, c'est-à-dire que les propriétés de la zone fondue sont supérieures aux propriétés du métal de base, est encore un peu présent après le traitement de détensionnement. Ce phénomène peut être un point faible lors des sollicitations mécaniques du joint soudé (DeWitte et Coussement, 1991 ; Chandravathi *et al.*, 2001 ; Gaffard *et al.*, 2005).

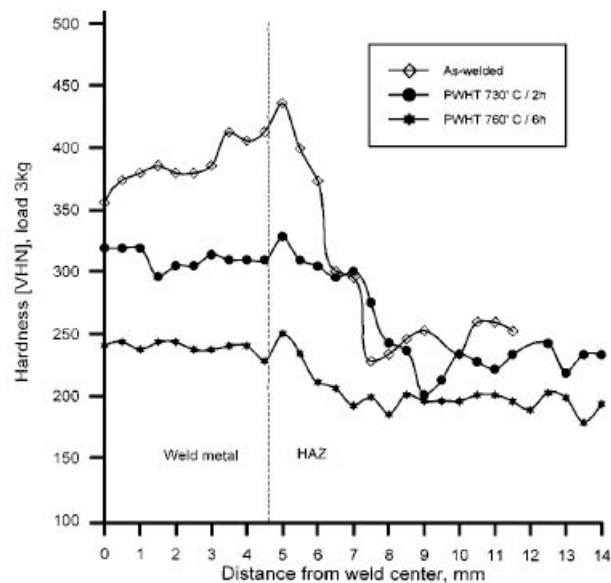


FIGURE 1.16 – Profil de dureté HV3 d'un joint P91 soudé avec un fil P91 avant et après le traitement PWHT (2h à  $730\text{ }^{\circ}\text{C}$  et 6h à  $760\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) (Sireesha *et al.*, 2001).

Gaffard suggère que la faible dureté de l'ICHAZ est due, en plus des phénomènes d'adoucissement, à la dissolution partielle des précipités lors du procédé de soudage. Cette dissolution partielle a pour conséquence la faible teneur de carbone en solution solide. Or la transformation austénitique ayant lieu, la martensite fraîchement créée lors du refroidissement possède moins de carbone (Gaffard *et al.*, 2005).

La densité de dislocations dans le métal de base varie par rapport à celle du métal coulé, à cause de la polygonisation conduisant à la formation de cellules de dislocations. Ce phénomène, dû aux traitements thermiques, permet le glissement (cisaillement) et la montée des dislocations (Jandova et Kasl, 2014; Abd El-Azim *et al.*, 2005). La densité de dislocations varie également d'une zone du joint à une autre. Jandova a mesuré au MET la densité de dislocations dans un joint soudé en Grade 91, (Jandova et Kasl, 2014). Il déduit une densité moyenne de dislocations dans le métal de base de  $2,7 \cdot 10^{14} m^{-2}$ . Cette densité est légèrement plus élevée dans la zone CGHAZ, avec une densité moyenne entre  $2,7 \cdot 10^{14} m^{-2}$  et  $6,4 \cdot 10^{14} m^{-2}$ . La densité de dislocations dans le métal fondu est plus faible, avec une densité moyenne entre  $1,0 \cdot 10^{14} m^{-2}$  et  $3,5 \cdot 10^{14} m^{-2}$ . Il note que la densité de dislocations la plus faible se situe dans la zone FGHAZ (Jandova et Kasl, 2014). Abd-El-Azim confirme ces observations en mesurant une densité de dislocations de  $6,3 \cdot 10^{13} m^{-2}$  (Abd El-Azim *et al.*, 2013a). Il est important de noter que les valeurs de densité de dislocations sont très proches les unes des autres, au vu des incertitudes, non précisées par les auteurs, mais connu pour être autour d'un facteur 2. Une analyse de la microstructure au MET montre une disparition de la sous-structure et une coalescence des précipités de façon hétérogène dans la FGHAZ par rapport au métal de base (Figure 1.17). L'évolution de la précipitation a une répercussion sur la densité de dislocations et donc sur la dureté de la zone. En effet les précipités permettent de faire obstacle aux mouvements des dislocations et d'épingler les joints de grains et ceux de la sous-structure (Jandova et Kasl, 2014).

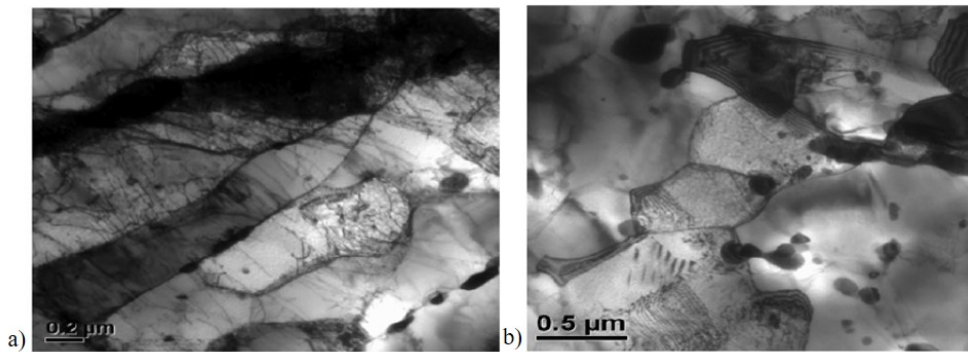


FIGURE 1.17 – Micrographies électroniques en champ clair obtenues au microscope électronique en transmission (MET), faisant le parallèle entre la microstructure du métal de base a) et celle de la FGHAZ b) après le traitement PWHT (Abd El-Azim *et al.*, 2013a).

### 1.3 Le Fluage

Les soudures en Grade 91 sont réalisées généralement sur des tuyauteries qui transportent de la vapeur d'eau. Elles sont donc soumises à des sollicitations thermo-mécaniques de type fluage. Dans cette partie, nous présentons le fluage et les analyses réalisées par différents auteurs sur le fluage des soudures en Grade 91.

### 1.3.1 Définition du Fluage

Le fluage, déformation lente et continue, est fonction du temps, de la température et de la contrainte appliquée ; c'est une déformation thermiquement activée, qui se produit pour des températures suffisamment élevées, c'est-à-dire pour des températures supérieures à 30-50% de la température de fusion, suivant les matériaux. La courbe de déformation en fluage en fonction du temps est définie par trois stades de déformation, Figure 1.18 :

- le fluage primaire ou transitoire (stade I), se distingue par la diminution de la vitesse de déformation avec le temps. Ce stade correspond au temps d'adaptation de la microstructure à la déformation. Cela se traduit par une augmentation de la résistance du matériau.
- le fluage secondaire ou stationnaire (stade II), possède une vitesse de déformation au fluage constante. Ce stade représente un équilibre où la microstructure s'est adaptée à la déformation.
- le fluage tertiaire (stade III) est caractérisé par une augmentation de la vitesse de fluage qui mène à la rupture. Pendant ce stade les phénomènes de striction, de cavitation et de fissuration peuvent être observables.

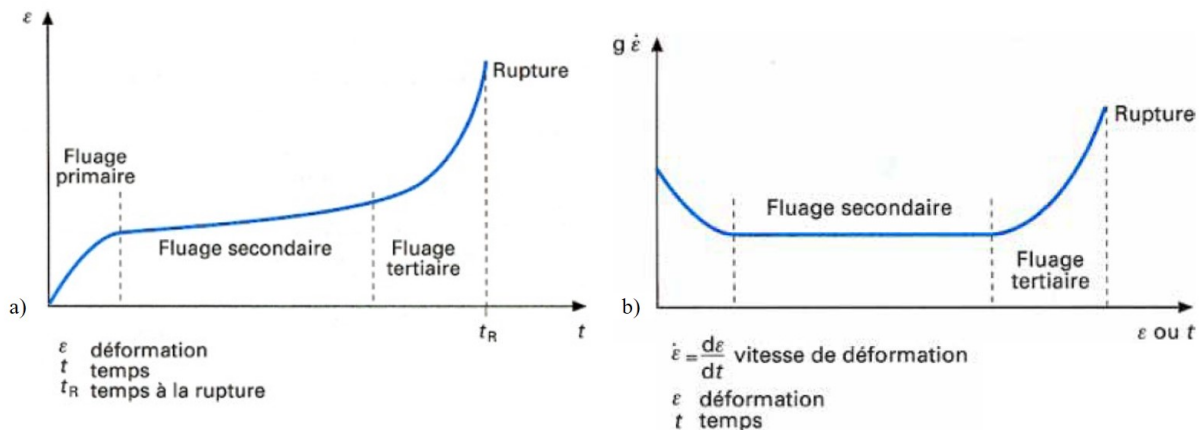


FIGURE 1.18 – a) Représentation schématique d'une courbe de fluage donnant l'évolution de la déformation,  $\sigma$ , en fonction du temps,  $t$ , b) courbe de la vitesse de déformation en fonction du temps pour une température et une contrainte imposée, (Saint-Antonin, 1995).

La déformation en fluage est provoquée par différents mécanismes, suivant la contrainte et la température. De nombreux auteurs ont étudié ces mécanismes pour définir et prédire le comportement en fluage. Ashby a répertorié sur des abaques de déformation les mécanismes en fonction des paramètres de fluage pour différents matériaux, (un exemple est illustré sur la Figure 1.19 pour un acier à 1% Cr Mo V, (Ashby, 1972)). Il en définit 4 grands domaines de déformation :

- la déformation élastique qui intervient pour des contraintes et températures faibles,
- la déformation plastique qui opère pour de faibles températures et des contraintes supérieures à la limite d'élasticité. Elle est principalement assurée par le mouvement des dislocations,

- le fluage diffusion pour de faibles contraintes et de hautes températures,
- le fluage dislocation pour de hautes températures et des contraintes élevées.

La température et la contrainte ne sont pas les seuls paramètres qui ont une influence sur la vitesse de déformation. D'autres facteurs influencent la vitesse qui peut être définie comme une fonction de ces différents facteurs :

$$\dot{\epsilon} = f(T, \sigma, m_1, m_2) \quad (1.7)$$

avec,

- T : la température,
- $\sigma$  : la contrainte,
- $m_1$  : les facteurs intrinsèques, comme le module de cisaillement G ou des variables cristallographiques,
- $m_2$  : les facteurs de structure, comme la taille de grain, les défauts et l'historique thermomécanique.

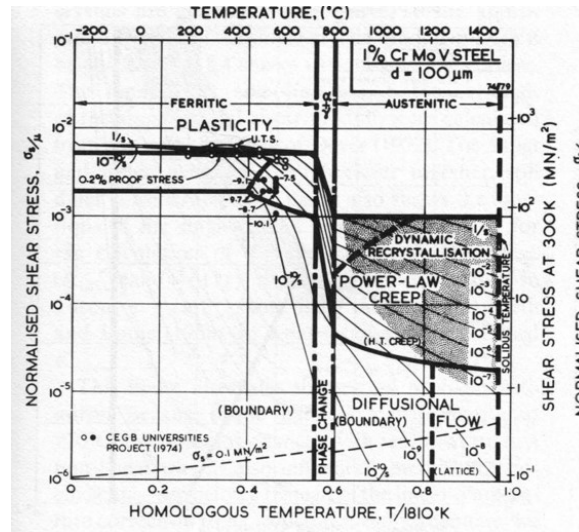


FIGURE 1.19 – Abaque de fluage pour l'acier 1% Cr Mo V (Ashby, 1972).

D'après certains auteurs, (Sherby *et al.*, 1957 ; Mukherjee *et al.*, 1968 ; Dorn 1955 ; Riedel, 1987), la vitesse de déformation du stade secondaire,  $\dot{\epsilon}_s$ , est donnée par :

$$\dot{\epsilon}_s = C\sigma^n \quad (1.8)$$

avec,

$$C = C' \times \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1.9)$$

où

- $\dot{\epsilon}_s$  : la vitesse de déformation secondaire,

- $Q$  : l'énergie d'activation ( $J \cdot mole^{-1}$ ),
- $R$  : la constante molaire des gaz parfait ( $8,314 J \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1}$ ),
- $T$  : la température (K),
- $C'$  : un paramètre de dimensionnement ( $s^{-1}$ ),
- $C$  : un paramètre matériau et  $n$  l'exposant de Norton, dépendant du matériau et des mécanismes de déformation.

Sklenicka a étudié l'influence de l'historique thermique du matériau sur la vitesse de déformation du Grade 91. Il a observé que la vitesse de déformation en fluage était plus élevée pour un matériau vieilli thermiquement que non vieilli, comme l'illustre la Figure 1.20, (Sklenicka *et al.* 2003). Cette étude nous confirme une dépendance à l'historique thermomécanique du matériau.

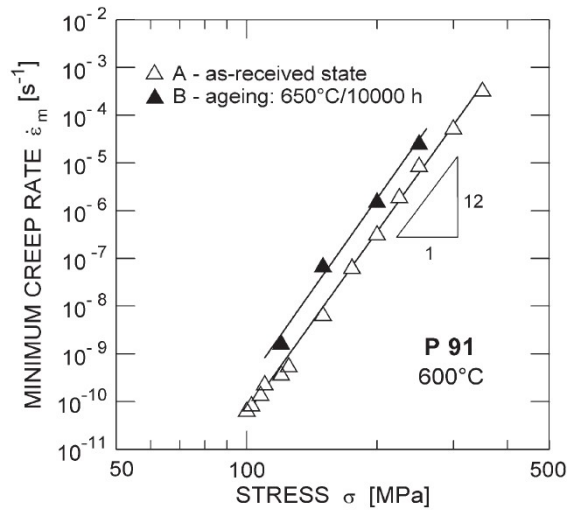


FIGURE 1.20 – Comparaison de la vitesse de fluage pour un acier P91 dans son état de réception et vieilli thermiquement, (Sklenicka *et al.*, 2003).

En partant des équations 1.8 et 1.7, certains auteurs, (Mukherjee *et al.*, 1968 ; Ruano et Sherby, 1988 ; Amin *et al.*, 1970 ; Mohamed et Langdon, 1974 ; Maruyama 2008) suggèrent une forme semi-empirique de la vitesse de déformation en fluage secondaire, donnée par :

$$\dot{\epsilon} = \left( \frac{ADGb}{kT} \right) \cdot \left( \frac{\sigma}{G} \right)^n \cdot \left( \frac{b}{d} \right)^p \quad (1.10)$$

avec,

- $A$ ,  $n$ ,  $p$  : des constantes dépendantes du matériau et du mécanisme de déformation en fluage,
- $D$  : le coefficient de diffusion,
- $k$  : la constante de Boltzman,
- $\sigma$  la contrainte appliquée,
- $d$  : la taille de grains,

- $G$  : le module de cisaillement,
- $b$  : le vecteur de Burgers.

Cette relation est valable pour plusieurs mécanismes de fluage dont le fluage de diffusion et le fluage de dislocation, détaillés en Annexe-B.

Le fluage diffusion opère pour des températures élevées, généralement supérieures à  $0,7T_f$ , dont l'énergie d'activation est gérée par le coefficient d'auto-diffusion. La déformation en fluage est due à la diffusion des lacunes dans le réseau ou le long des joints de grains. Dans la suite de cette partie, nous allons présenter les mécanismes de déformation les plus courants.

À des températures et contraintes relativement élevées, le phénomène mis en jeu est appelé le fluage dislocation ou le fluage en loi puissance. La déformation est contrôlée par le mouvement des dislocations.

Il existe donc plusieurs mécanismes de déformation pour un matériau, présentant une dépendance différente envers la vitesse de fluage avec la contrainte, la température et la taille des grains. Sur une certaine plage de températures et de contraintes, tous les mécanismes fonctionnent simultanément et le plus rapide contrôle le fluage.

La détermination du mécanisme reste donc difficile à prédire malgré les cartes de fluage de (Ashby, 1972), (Figure 1.19).

*Ce dernier point met en avant le fait que la prédiction de la durée de vie en fluage n'est pas simple et que la comparaison des résultats rapportés par différents auteurs est à réaliser avec beaucoup de précaution.*

### 1.3.2 La rupture en fluage

La rupture en fluage se produit à l'issue du stade III et présente différents mécanismes. Ashby a également créé des abaques de mécanismes de rupture pour des aciers de structures cubiques à faces centrées. Deux grands domaines de rupture se distinguent pour des conditions de fluage, la rupture transgranulaire et intergranulaire. Pour les fortes contraintes, la rupture est transgranulaire et pour les faibles contraintes, elle est intergranulaire (Ashby *et al.*, 1983; Abe *et al.*, 2008).

Shinya a construit cet abaque pour un acier non soudé, 1Cr-1Mo-0.25V, se rapprochant de notre acier d'étude, utilisé pour la fabrication de rotors de turbine, (Figure 1.21). Cette carte présente les mécanismes de rupture suivant la contrainte  $\sigma$  en fonction de la température  $T$ , associés au temps à rupture. Elle permet d'identifier que la rupture à long terme est intergranulaire pour des températures relativement faibles et transgranulaire à court terme pour des températures relativement élevées (Shinya *et al.*, 2006).

Il existe deux mécanismes principaux de rupture en fluage : l'apparition de cavités et de fissures. La formation des cavités, se déroule en trois étapes :

- la germination,
- la croissance,
- la coalescence.

Pour des essais à faible température ( $< 0,3 T_f$ ), le mécanisme d'endommagement est ductile et l'apparition des cavités est transgranulaire. Le phénomène de consolidation du matériau, qui intervient lors du stade primaire en fluage, crée de nombreuses dislocations ainsi que l'initiation de glissements multiples dans des plans denses et non denses. Les bandes de glissement peuvent alors se retrouver bloquées par des obstacles, tels que les précipités, les inclusions ou les empilements de dislocations. Les inclusions concentrent alors des contraintes qui vont augmenter la déformation plastique jusqu'à ce que l'inclusion se détache. La croissance des trous est due à la plasticité.

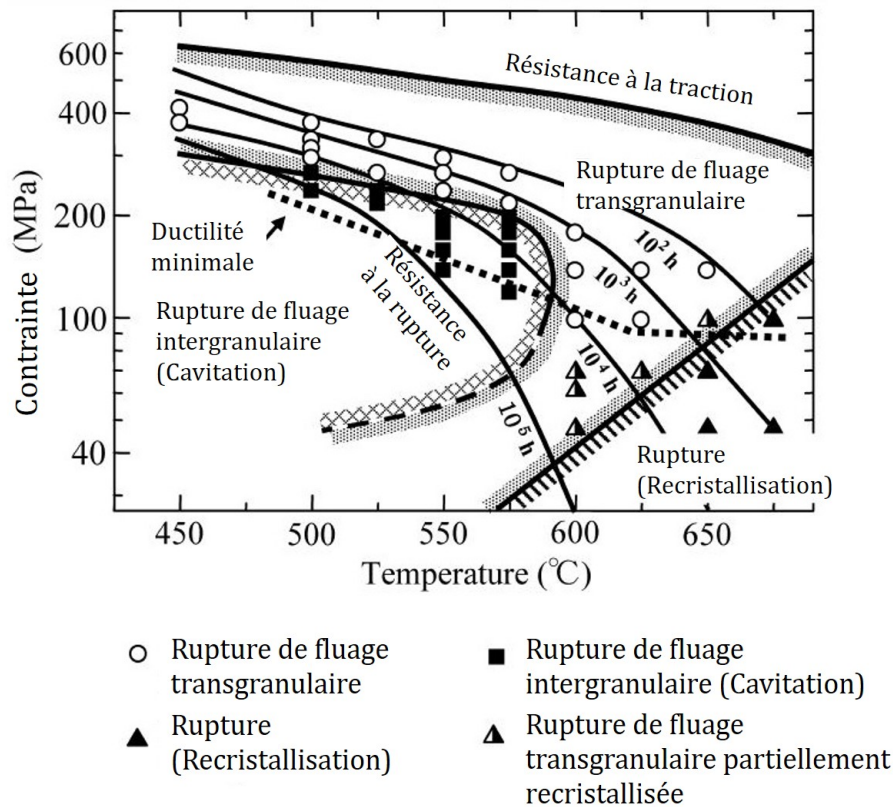


FIGURE 1.21 – Abaque de mécanismes de rupture en fluage de la contrainte en fonction de la température, pour un acier 1Cr-1Mo-0.25V, associé au temps à rupture (Shinya *et al.*, 2006).

Les trous sphériques vont concentrer les contraintes et grossir, en s'allongeant dans le sens de sollicitation, pour prendre une forme ellipsoïdale. À partir d'une certaine déformation plastique, les trous coalescent pour former des fissures. Les phénomènes de striction et de cisaillement localisés peuvent favoriser le développement et la croissance des trous. Néanmoins, la dépendance du fluage à la vitesse de déformation peut stabiliser la croissance et retarder la coalescence des trous. Ce mécanisme est illustré par Ashby (Figure 1.22), (Ashby *et al.*, 1983 ; Riedel, 1987).

La rupture ductile suit généralement un trajet transgranulaire. Mais si la densité des inclusions est plus élevée sur les joints de grains qu'elle ne l'est dans les grains, alors la rupture peut être intergranulaire fibreuse.

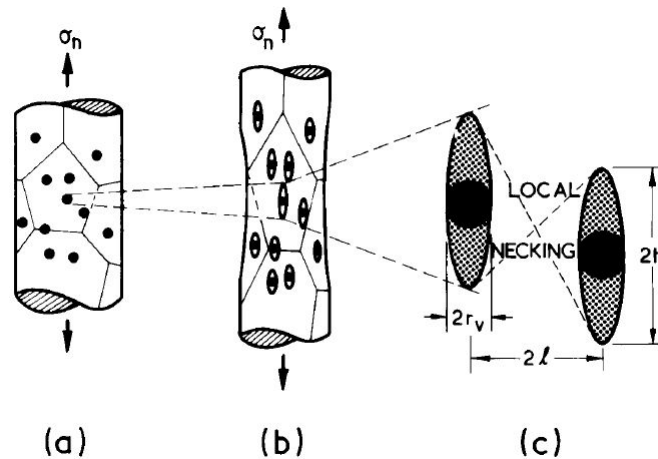


FIGURE 1.22 – Représentation schématique de la croissance des cavités intragranulaires pendant le fluage, (Ashby *et al.*, 1983)

Lorsque le temps à rupture est long, avec des contraintes relativement faibles et des températures élevées ( $> 0,3 T_m$ ), le mécanisme de rupture est fragile, avec l'apparition de cavités intergranulaires. Débutant dès le stade II, la germination des cavités est contrôlée par le fluage en loi puissance (Riedel, 1987). Les principaux mécanismes sont l'interaction entre une bande de glissement et un joint de grain, l'empilement des dislocations au niveau des joints de grains et des précipités, le glissement des joints de grains, la concentration de contraintes aux points triples, la décohesion des inclusions (VGB TW 507, 2005 ; Riedel, 1987). Ces mécanismes sont illustrés sur les micrographies de la Figure 1.23.

La croissance des cavités se développe par le couplage entre la diffusion locale et le fluage diffusion en loi puissance. La diffusion locale crée un champ de diffusion, autour de la cavité, qui s'étend sur moins de la moitié que le champ de diffusion de la cavité suivante, de sorte qu'il reste de la matière entre les cavités. Chaque trou est contenu dans une "cage" de matière et sa déformation en fluage diffusion contrôle le taux de croissance des cavités, (Figure 1.24, (Ashby *et al.*, 1983).

Il arrive que les champs de diffusion autour des trous, après la phase de croissance, se chevauchent. Il s'ensuit une croissance contrôlée seulement par la diffusion, pouvant provoquer le phénomène de coalescence. Ce mécanisme entraîne la fusion des cavités et la création de fissures de cavités, (Ashby *et al.*, 1983).



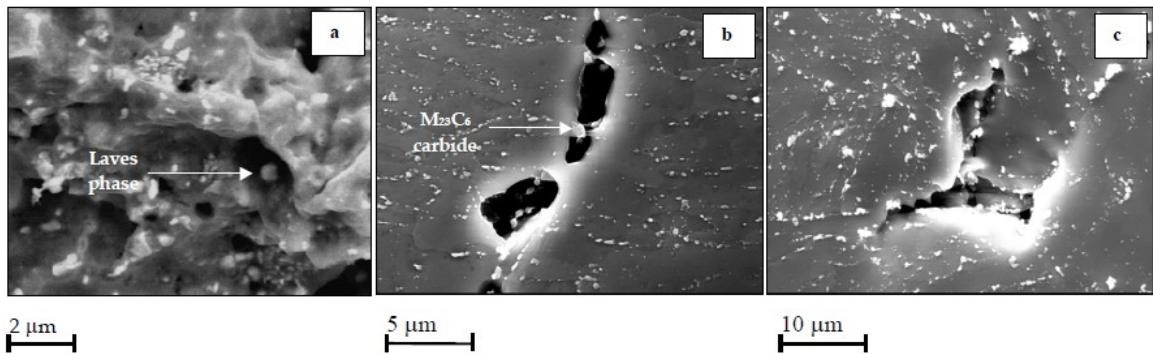


FIGURE 1.23 – Micrographies électroniques obtenues au microscope électronique à balayage (MEB-SE), montrant la germination des cavités autour a) d'une phase de Laves, b) d'un précipité ou c) à un point triple (Gaffard, 2004).

La Figure 1.25 résume le phénomène de cavitation intergranulaire au niveau de la microstructure pendant le fluage. La cavitation est décrite par la germination et la croissance de cavités. Leur alignement le long des joints de grains entraînent la coalescence de ces dernières, formant des microfissures intergranulaires qui se transformeront en fissures macroscopiques.

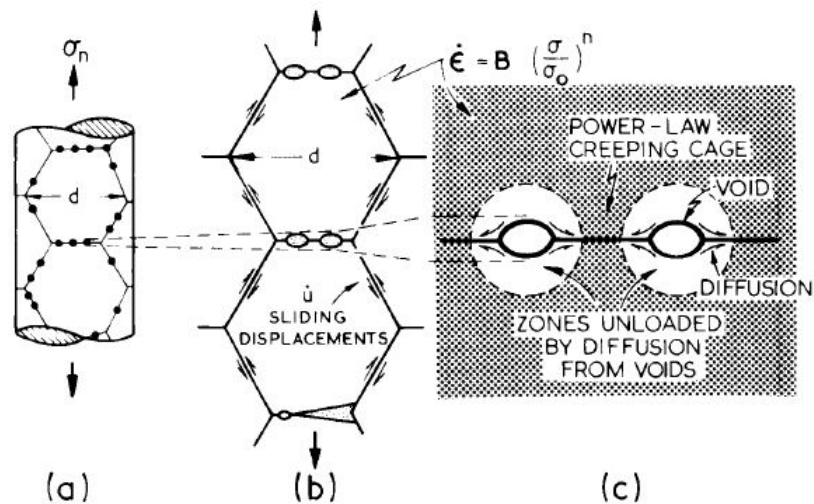


FIGURE 1.24 – Représentation schématique de la croissance des cavités suite à la combinaison des phénomènes de diffusion et du fluage en loi puissance (Ashby *et al.*, 1983).

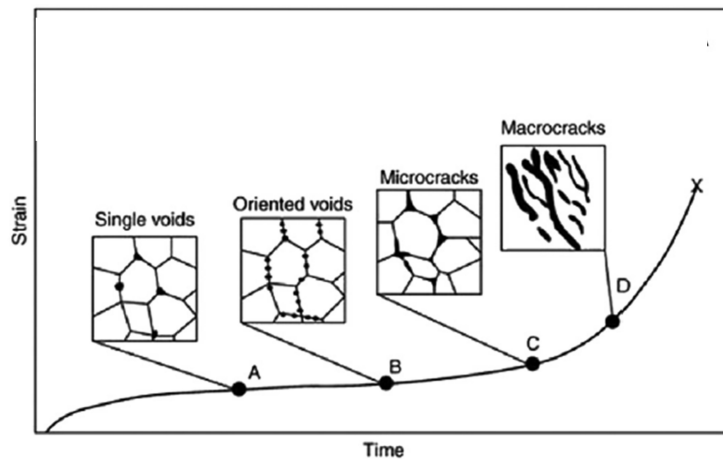


FIGURE 1.25 – Représentation schématique de l'évolution de la cavitation pendant le fluage (Siefert et Parker, 2016).

### 1.3.2.1 Codification des ruptures dans le joint soudé

La rupture en fluage peut intervenir dans différentes zones du matériau soudé. La localisation de la rupture est primordiale car elle dépend généralement du mécanisme mis en jeu en service. Une classification a été réalisée pour ordonner les ruptures suivant leur localisation. Cette classification est schématisée sur la Figure 1.26.

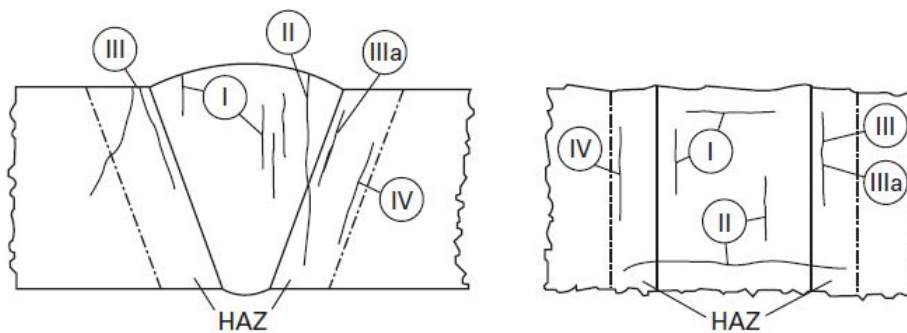


FIGURE 1.26 – Codification des ruptures dans le joint soudé, (Cerjak et Mayr, 2008, original par Schüller *et al.*).

- La rupture de type I, localisée dans le métal fondu,
- La rupture du type II, débutant dans le métal fondu et se terminant dans la HAZ,
- La rupture de type III, s'initiant dans la ZAT, près de la ligne de fusion, et se terminant soit près de la ligne de fusion, soit près du métal de base (IIIa), (Brett, 2004),
- La rupture de type IV localisée dans la ZAT, près du métal de base, et se propageant de manière parallèle à la ligne de fusion.

Les ruptures de type I et II se produisent dans la zone fondue, causée généralement par des fissures apparues pendant le procédé de soudage. Ce type de rupture a fortement diminué dans

l'industrie ces dernières années, dû au renforcement chimique du métal fondu. Néanmoins, il reste encore fréquent pour des soudures multicouches qui possèdent une microstructure hétérogène, avec une microstructure équiaxe qui peut s'apparenter à une ZAT, (Cerjak et Mayr, 2008).

Les ruptures de type III sont généralement intergranulaires dans la ZAT (CGHAZ) ou dans le métal de base. Elles se produisent lorsque la soudure est soumise à de fortes températures (pendant le PWHT ou en service) et que la déformation pendant la relaxation dépasse la ductilité locale du matériau. La composition chimique joue un rôle très important pour ce type de rupture. Dans la CGHAZ, le soudage permet la dissolution complète des précipités qui re-précipitent sur et dans les joints de grains. La relaxation des contraintes se localise alors autour des joints de grains, ce qui peut engendrer la rupture, (Cerjak et Mayr, 2008).

La rupture de type IV est située dans une petite partie de la ZAT (la ICHAZ ou la FGHAZ), zone de faiblesse du joint soudé. C'est une rupture relativement fragile ou à faible ductilité, avec des déformations inférieures à 10%. La rupture de type IV est gouvernée par le phénomène de cavitation, (Cerjak et Mayr, 2008, Watanabe *et al.*, 2006).

De manière générale, un joint soudé résiste moins bien au fluage que le métal de base. Dans l'industrie, les ruptures intervenant sur les tuyauteries de Grade 91 soudées, sont généralement de type IV, donc localisées dans la ZAT, (DeWitte et Coussement, 1991; Wu *et al.*, 2004; Watanabe *et al.* 2006; Hyde *et al.*, 2001).

## 1.4 Fluage d'un joint soudé en Grade 91

Des ruptures prématurées sont détectées dans les soudures de Grade 91 lors de sollicitations en fluage. Cette défaillance est due à l'hétérogénéité de la microstructure au niveau du joint soudé qui induit des champs de contraintes complexes.

### 1.4.1 La résistance au fluage

Il est bien établi que le fluage est une déformation du matériau qui se traduit par le mouvement des dislocations. Ainsi, tout obstacle au mouvement des dislocations favorise la résistance au fluage. Dans le cas du Grade 91, différents paramètres de la microstructure permettent de retarder le fluage.

La chimie du matériau ainsi que les changements microstructuraux (précipitation de phases secondaires, défauts de structures, (joints de grains, dislocations, *etc.*)) induisent, à des degrés différents, des durcissements du matériau. Il convient donc de rappeler les principaux durcissements pour pouvoir identifier par la suite ceux qui seraient les plus opérationnels au cours du fluage du Grade 91.

Parmi les principaux mécanismes de durcissement éligibles pour le Grade 91, on peut citer le durcissement par :

- solution solide (éléments en insertion (C, N, B, *etc.*) et élément en substitution (Cr, Mo, Ni, *etc.*) :

$$\Delta\tau = \mu b \sqrt{C_s} \epsilon^{2/3} \quad (1.11)$$

- précipitation (ou durcissement structural) (cisaillement et/ou contournement des particules de précipitation) :

$$\Delta\tau_{\text{cisaillement}} = \frac{\pi\gamma r}{bL} = \sqrt{\frac{3k^3}{2\pi}} \mu \sqrt{\frac{f_v r}{b}} \propto \sqrt{r} \quad (1.12)$$

$$\Delta\tau_{\text{contournement}} = \frac{\mu b}{l} = \mu b \sqrt{\rho} \approx 0,7 \mu b \frac{\sqrt{f_v}}{r} \propto \frac{1}{r} \quad (1.13)$$

- écoulement (densité de dislocations) :

$$\tau = \tau_0 + \alpha \mu b \sqrt{\rho} \quad (1.14)$$

$$\Delta\sigma = \alpha M \mu b (\sqrt{\rho} - \sqrt{\rho_0}) \quad (1.15)$$

- affinement des grains, (loi de Hall-Petch) :

$$\sigma = \sigma_0 + k_{HP} d^{-1/2} \quad (1.16)$$

E : Module de Young	b : Vecteur de Burgers
$\gamma$ : Energie de surface	k : Constante
d=Taille des grains	r : Rayon des particules
$\rho$ : Densité de dislocations	M=Facteur de Taylor (3.1)
$C_s$ : Concentration du soluté	$\epsilon$ : Déformation induite dans le réseau par l'addition des solutés
$l=L-2r$ : Distance entre particules (r), bord à bord	L : Distance entre particules (r), coeur à coeur
$\alpha$ : Constante,(=0.1 ; 0.2- CFC ; 0.4- CCC)	$f_v$ : Fraction volumique des particules
$\tau_0$ : Friction du réseau (monocristal)	$\sigma_0$ : Friction du réseau (polycristallin)
$\mu$ : coefficient de cisaillement (G)	$k_{HP}$ : constante de Hall-Petch

Certains auteurs estiment que le paramètre majeur de la tenue en fluage est la précipitation de particules dont le rôle est d'épingler les dislocations et les joints de grains. Les particules de précipitation sont plus efficaces si elles sont fines, homogènes dans le matériau et stable en

température. Les précipités MX présents dans la sous-structure font obstacles aux mouvements des dislocations, aux changements de plan de glissement et ralentissent ainsi la restauration de la sous-structure par ancrage des sous-joints de grains. Ils permettent alors un maintien du renforcement par les dislocations. Les particules  $M_{23}C_6$  permettent principalement la stabilité des joints de grains mais également de la sous-structure, (Maruyama, Sawada, et Koike 2001 ; Hald 2008 ; Vivier 2009).

Le retard de la migration des joints de grains est donc possible grâce aux précipités, mais également grâce au renforcement par solution solide. La formation de nuage de solutés interstitiels (C, N) autour des dislocations gêne leur mobilité. Néanmoins, le renforcement avec ces solutés interstitiels est limité, car la majorité a précipité sous forme de carbures et carbonitrides  $M_{23}C_6$  et MX. En revanche, le molybdène est présent en substitution dans le Grade 91, ce qui consiste à substituer un atome de la matrice hôte par un atome de molybdène qui possède une taille atomique plus grande. Ce renforcement par solution solide est efficace en début de sollicitation au fluage. Pour des temps d'exposition longs, le molybdène en solution solide diminue au profit de la précipitation des phases de Laves (*cf.* paragraphe I.5.) (Abe, Taneike et Sawada, 2007 ; Vivier, 2009 ; Touboul, 2013 ; Hald, 2008 ; Maruyama, Sawada et Koike, 2001).

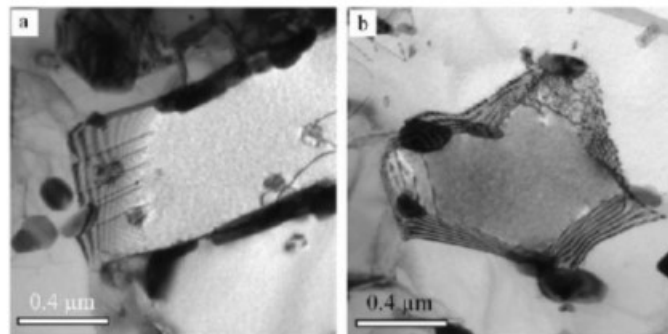


FIGURE 1.27 – Effet d'épinglage des dislocations libres par les précipités (Kostka *et al.*, 2007).

Ainsi, l'un des principaux facteurs de l'amélioration de la résistance au fluage est le ralentissement de la migration des joints de grains et de la sous-structure. Un acier résiste mieux à un essai de fluage de longue durée s'il peut maintenir une densité de dislocations élevée (Eggeler, 1994).

Pour conclure sur la résistance au fluage, pour des essais de courte durée, l'état structural du matériau joue un rôle majeur dans la résistance au fluage ( $< 10000h$ ). Inversement, à haute température, pour des essais de longues durées, la taille et la répartition des précipités ont un rôle prépondérant (interaction précipité/dislocations) (Touboul, 2013).

#### 1.4.2 Les principaux modes d'endommagement du joint soudé en Grade 91

Les mécanismes d'endommagement en fluage dépendent des paramètres d'essai (voir la partie sur le fluage paragraphe 1.3. et Annexe B). Néanmoins, la rupture en fluage peut intervenir dans

différentes zones du joint soudé, comme la ZAT, la zone fondue ou encore le métal de base. Cerjak remarque que les ruptures à fortes contraintes se localisent de manière aléatoire dans le métal de base, la ZF ou la ZAT. A l'inverse, les ruptures à faibles contraintes se localisent de manière systématique dans la ICHAZ ou FGHAZ, (Cerjak et Mayr, 2008). Kalck identifie le même phénomène à faibles contraintes et une rupture généralement de type III pour des fortes contraintes, (Kalck *et al.*, 2010).

Cette partie a pour objectif de recenser les caractéristiques des joints soudés en Grade 91, dans le premier cas à haute contrainte et basse température et dans le deuxième cas à basse contrainte et haute température. La deuxième partie se rapproche des conditions sur site, donc des paramètres qui intéressent les utilisateurs sur sites.

### 1.4.3 Rupture dans la zone fondue ou dans le métal de base

Les conditions d'essais en fluage, menant majoritairement à des ruptures dans la zone fondue et dans le métal de base, sont pour des contraintes élevées ( $> 200$  MPa) et des basses températures ( $< 500$  °C). Ces conditions conduisent à des mécanismes d'endommagement plastiques et visco-plastiques, présentant des faciès de rupture ductile.

Il est possible d'observer des mécanismes similaires rapportés par certains auteurs pour des hautes températures et des contraintes élevées (650 °C et 80/100 MPa pour (Abd El-Azim *et al.*, 2013b, Watanabe *et al.*, 2005)), conduisant à des temps à rupture relativement courts ( $<$  à 1000 heures environ). Le matériau rompu présente généralement une striction importante, (Figure 1.28), avec un taux de déformation à la rupture très élevée, (Vivier, 2009; Abd El-Azim *et al.*, 2013b). Les faciès de rupture révèlent une rupture ductile transgranulaire à cupules, (Figure 1.28). Les cupules intragranulaires résultent de la formation et de l'accumulation de lacunes entre les particules secondaires et la matrice, (Abd El-Azim *et al.*, 2013b).

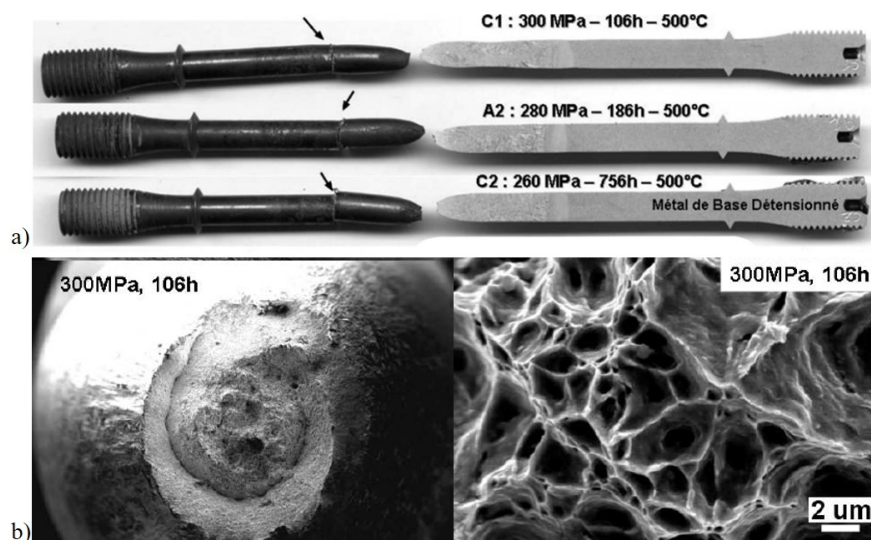


FIGURE 1.28 – a) Photographie des éprouvettes rompues après fluage à 500 °C, b) Micrographies obtenues au MEB-SE montrant un faciès de rupture d'un joint soudé Grade 91 rompu à 500 °C 300 MPa (Vivier, 2009).

Gaffard observe des cavités de fluage de forme sphérique, loin de la surface de rupture, et de forme ellipsoïdale suivant l'axe de chargement, proche de la surface de rupture. Ces modifications de forme des cavités sont dues à la déformation de la matrice (Gaffard, 2004). Les auteurs remarquent également que la microstructure n'évolue pas ou peu après fluage, (Kimura *et al.*, 2010). Ils n'observent pas de grossissement de précipités, de coalescence ou de présence de phases néfastes, telles que la phase de Laves et la phase Z, (Abd El-Azim *et al.*, 2013b; Vivier, 2009).

Le matériau Grade 91 n'est pas mis en service dans ces conditions. Ainsi, il est rare d'observer des endommagements visco-plastiques sur site.

#### 1.4.4 Rupture dans la ZAT

Les conditions d'essais en fluage menant majoritairement à des ruptures dans la ZAT sont pour des basses contraintes ( $< 200$  MPa) et des hautes températures ( $> 600$  °C). Ces conditions mènent à des temps à rupture relativement longs ( $> 1000$  heures) avec un endommagement par cavitation et une rupture fragile.

Watanabe a analysé la microstructure d'un joint soudé après une sollicitation en fluage à  $600$  °C et  $80$  MPa. Cet échantillon présente une rupture de type IV après  $12414$  heures, soit environ  $17$  mois. Il observe la formation de micro-vides dans la zone de dureté la plus faible, c'est-à-dire dans la zone intercritique (Figure 1.29 c).

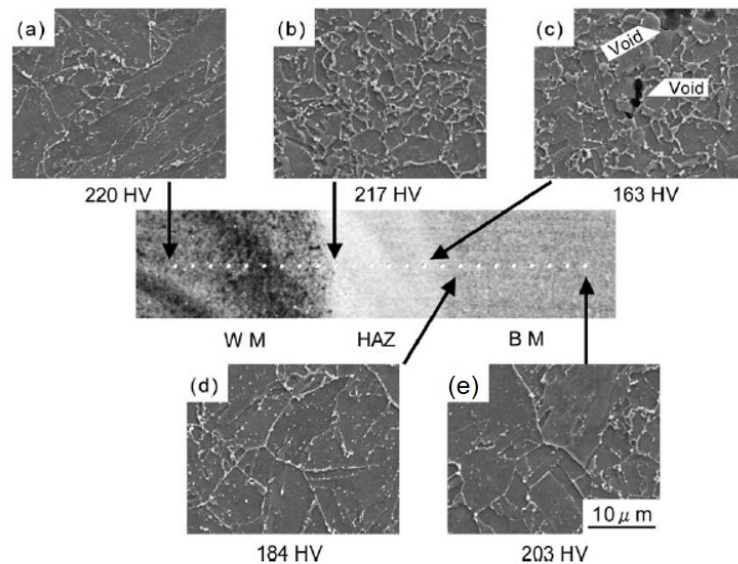


FIGURE 1.29 – Série de micrographies obtenues au microscope électronique à balayage (MEB-SE) montrant les différentes zones du joint soudé après fluage à  $600$  °C et  $80$  MPa (Watanabe *et al.*, 2006).

Pour le fluage à haute température et basse contrainte, l'endommagement en fluage dans le Grade 91 est caractérisé par le phénomène de cavitation. Les cavités ont une forme sphérique

au niveau des anciens joints de grains austénitiques ou des joints de grains de la sous-structure. La formation de fissures provient de l'interconnexion des cavités qui forment des micro puis des macro-fissures (Siefert et Parker, 2016 ; Parker, 2012).

Les auteurs observent au microscope optique une bande de cavités, de densité supérieure, dans la zone de la ZAT proche du métal de base (Figure 1.30 a). Les premières cavités semblent apparaître vers 20% de la durée de vie. Le nombre de cavités augmente jusqu'à environ 70% de la durée de vie du matériau, puis les cavités coalescent vers 80% de la durée de vie pour former des fissures. Siefert et Parker estiment, qu'à la fin de la durée de vie du Grade 91, la densité de cavités est supérieure à  $700 \text{ cavités}/\text{mm}^2$  sur une bande de  $750 \mu\text{m}$  de largeur, localisée dans la ZAT, (Siefert et Parker, 2016). Néanmoins, la technique de microscopie optique n'est pas une méthode quantitative. En effet, la densité de cavités observées en microscopie optique augmente lorsque le grandissement est plus important.

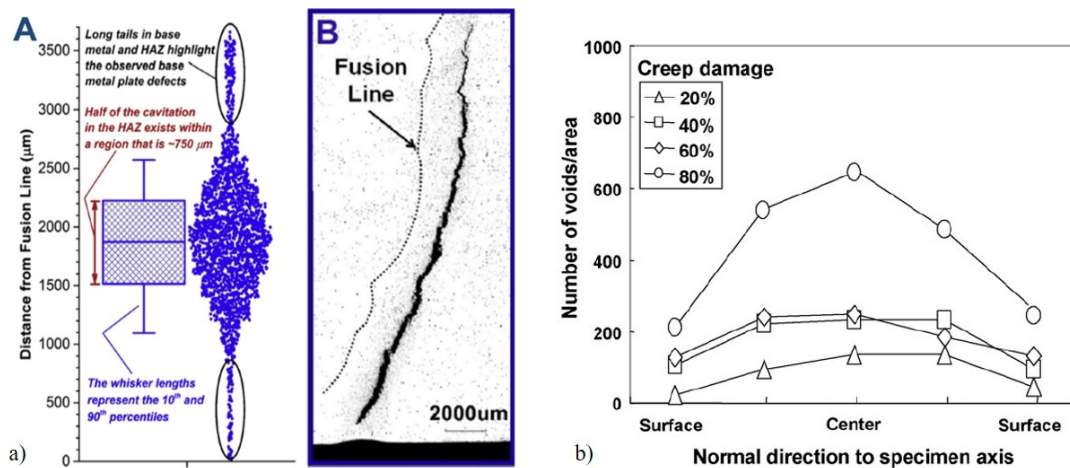


FIGURE 1.30 – Evaluation de la densité de cavités en fluage en fonction de la localisation dans le joint soudé en Grade 91, a) par rapport à la ligne de fusion (Siefert et Parker, 2016), b) par rapport à la surface (Ogata *et al.*, 2009)

Ogata a étudié la différence de densité de cavités entre la surface et le centre d'un tube, (Ogata *et al.*, 2009). Cette analyse révèle une densité, en nombre de cavités, au centre de l'éprouvette, plus importante qu'en surface, (Figure 1.30 b). Cette différence de densités entre la surface et le centre est d'autant plus marquée que l'endommagement en fluage est avancé. Ainsi, les cavités se développent de façon importante à mi-épaisseur du tuyau. Il analyse également la formation des fissures et note que l'initiation de la macro-fissure se situe au milieu de l'épaisseur d'un tuyau et se propage le long de la direction radiale, c'est-à-dire vers la surface. Ainsi lorsque la macro-fissure atteint la surface, toute l'épaisseur du tuyau est endommagée.

*Au travers de cette étude Ogata conclue que l'endommagement en fluage se fait préférentiellement au centre de l'éprouvette et que l'utilisation de la technique des répliques ne convient pas pour détecter ce type d'endommagement (Ogata et al., 2009).*



L'analyse de la micro-dureté relevée sur les joints soudés, après fluage, permet d'avoir un aperçu des variations microstructurales sous sollicitations. Watanabe constate que la dureté diminue de manière globale dans chaque zone du joint soudé après une sollicitation en fluage, par rapport au joint sans sollicitation (courbe avec les marqueurs en croix sur la Figure 1.31), (Watanabe *et al.*, 2005). Néanmoins la diminution de la dureté est plus marquée dans la ZAT et la zone fondue que dans le métal de base. Ainsi, une dégradation des propriétés mécaniques s'opère lors des sollicitations en fluage. De plus, une chute de la dureté est observée dans la zone adjacente au métal de base à environ 2 mm de la ligne de fusion. Cette diminution est d'autant plus marquée que le temps d'essai est long. Par exemple, le minimum de dureté de la courbe, pour un temps à rupture de 12414,8 h, est d'environ 160 HV, alors que la courbe avec un temps à rupture de 421,2 h, est d'environ 175 HV.

Enfin, la localisation de la dureté la plus faible évolue lors d'une sollicitation en fluage. Avant le fluage la courbe, marqueurs en croix, présente un minimum de dureté dans le métal de base alors que pour les courbes après fluage, le minimum se situe dans la ZAT. Ce déplacement est d'autant plus marqué que les temps d'essai sont longs (Watanabe *et al.*, 2006 ; Abd El-Azim *et al.*, 2013a).

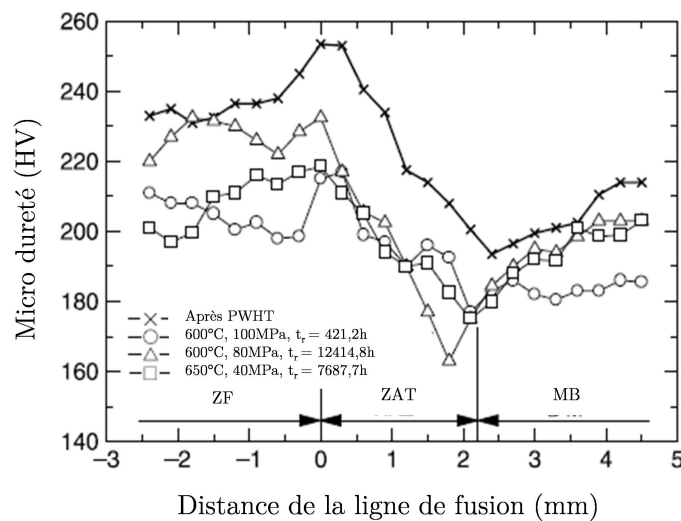


FIGURE 1.31 – Profil de dureté d'un joint soudé avant fluage et après différentes sollicitations en fluage (Watanabe *et al.*, 2005).

Une forte restauration a lieu pendant la sollicitation en fluage. La sous-structure tend à disparaître et la microstructure évolue en grains équiaxes grossiers. Cette restauration, qui n'est pas observable pour de fortes contraintes, est le facteur majeur d'endommagement en fluage dans ces conditions (Maruyama *et al.*, 2001). Elle est hétérogène créant des régions restaurées avec peu de fins carbures par rapport aux régions non restaurées. Abd el-Azim explique que l'interface des sous-grains restaurés avance en absorbant les excès de dislocations provoquant ainsi, l'isolation des carbures en dehors des grains, (Abd El-Azim *et al.*, 2005). Watanabe illustre sur la Figure

1.32, une comparaison de l'évolution de la microstructure avant et après fluage suivant trois zones différentes, le métal de base, la zone adjacente au métal de base et le métal fondu, (Watanabe *et al.*, 2006). Il observe que la zone adjacente au métal de base présente la restauration de la sous-structure de dislocations la plus importante avec une diminution majeure de la densité de dislocations et une forte coalescence des carbures (évolution de l'image b) à l'image e) sur la Figure 1.32). La faible dureté de la zone adjacente au métal de base, (Figure 1.31) est expliquée par la restauration et la forte diminution de la densité de dislocations dans cette zone.

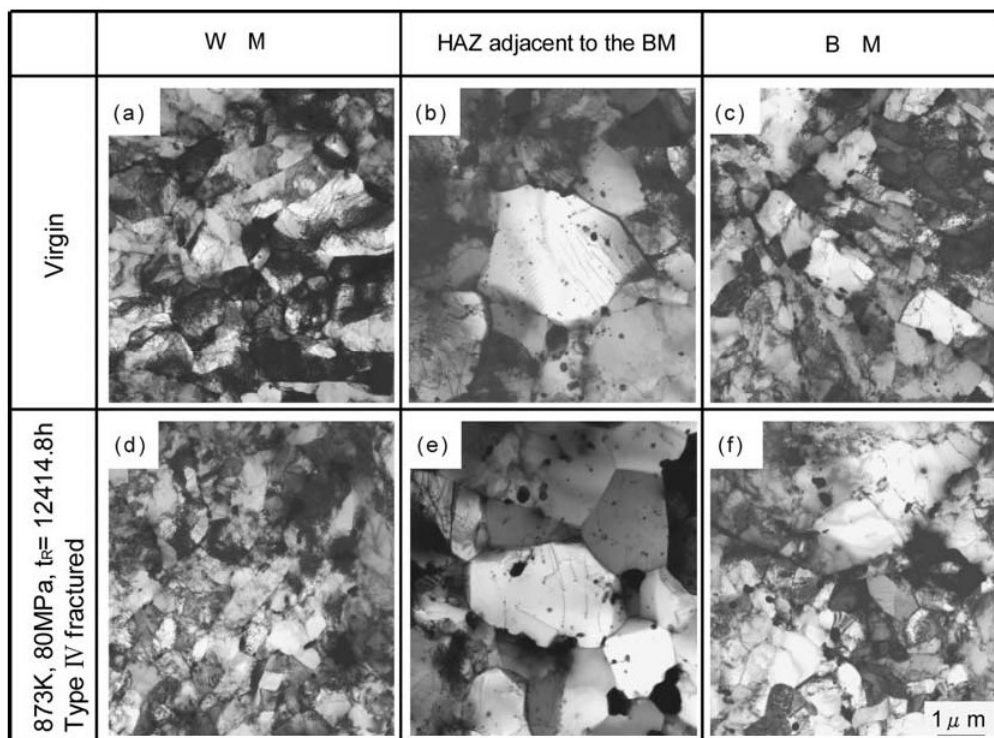


FIGURE 1.32 – Série de micrographies obtenues en champ clair au microscope électronique en transmission (MET) faisant le parallèle entre les microstructures avant et après fluage (Watanabe *et al.*, 2005).

Après une sollicitation en fluage à haute température et faible contrainte, la précipitation évolue en s'accroissant. Watanabe a étudié l'évolution des précipités après fluage dans la zone adjacente au métal de base, (Watanabe *et al.*, 2006). Ses observations montrent une augmentation de la densité des carbures dans l'échantillon flué (comparaison entre l'image c sans fluage et l'image f après fluage, sur la Figure 1.33). La taille des précipités a augmenté, de façon plus importante aux niveaux des joints de grains, et plusieurs d'entre eux ont coalescé. Les carbures  $M_{23}C_6$  étant moins stables en température, leur croissance et leur coalescence sont plus marquées après fluage, que pour celles des MX. De plus, les auteurs observent l'apparition de nouvelles phases, la phase de Laves et la phase Z qui viennent dégrader les propriétés en fluage du matériau (*cf.* paragraphe 1.1.5), (Figure 1.33 f). Abd El Azim a mesuré l'évolution de la taille des précipités, Tableau 1.2,

après le PWHT et après un essai de fluage à 650 °C et 40 MPa, (Abd El-Azim *et al.*, 2005). Ce tableau illustre bien la croissance des précipités, l'apparition des phases néfastes ainsi que la disparition des MX riches en niobium.

Taille des Précipités (nm)	$M_{23}C_6$	MX riche en V	MX riche en Nb	Phase de Laves	Phase Z
Après PWHT	158	57	61	Pas présent	Pas présent
Après fluage à 650 °C et 40 MPa	173	70	Pas présent	775	279

TABLE 1.2 – Évolution de la taille moyenne des précipités après un essai de fluage à 650 °C et 40 MPa du Grade 91 (Abd El-Azim *et al.*, 2013a).

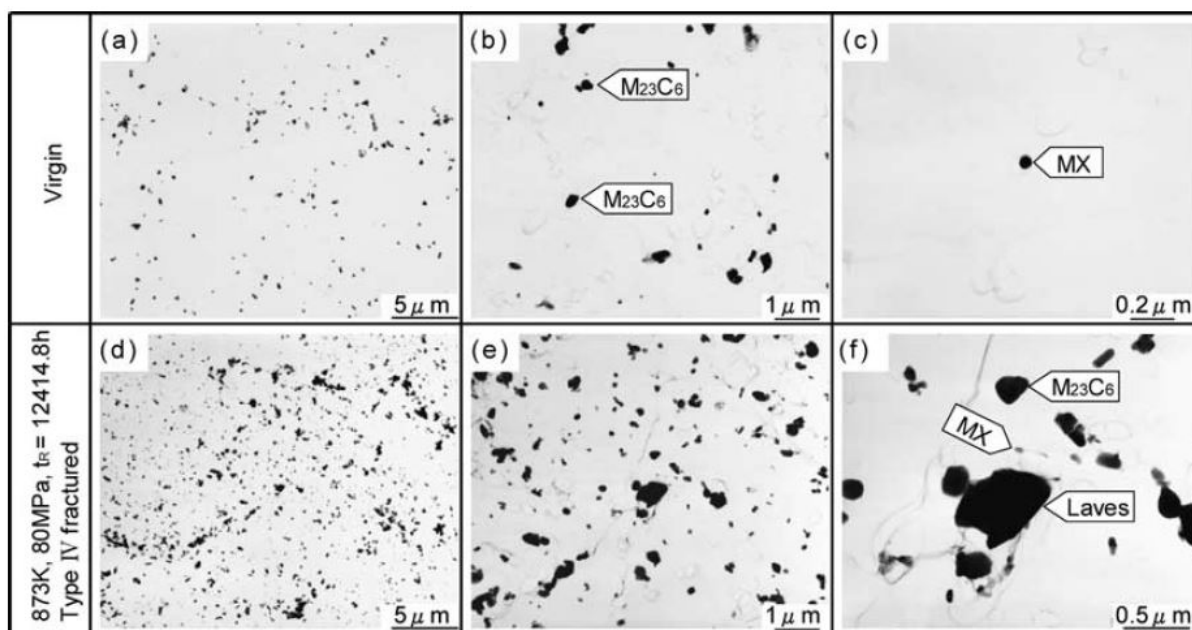


FIGURE 1.33 – Série de micrographies obtenues en champ clair au microscope électronique en transmission (MET), sur réplique de Carbone, montrant l'évolution des précipités dans la zone adjacente au métal de base avant (a, b et c) et après fluage (d, e et f) (Watanabe *et al.*, 2005).

---

## Synthèse Chapitre 1

---

Ce projet étudie l'acier martensitique Grade 91, composé de 9% de chrome et 1% de molybdène. Le Grade 91 possède une microstructure complexe avec plusieurs niveaux imbriqués, les anciens grains austénitiques, les paquets, les blocs, les lattes de martensite et la sous-structure en cellules de dislocations.

La microstructure complexe est stabilisée par la présence de nombreux précipités. Les deux types de précipités sont les carbures  $M_{23}C_6$ , présents sur les joints de grains et de sous-joints, et les carbonitrures MX, présents dans les lattes de martensite. Deux phases néfastes peuvent apparaître après de longs temps de sollicitation : la phase de Laves et la phase Z. Ces phases grossières dégradent les propriétés du matériau, en favorisant la cavitation et en diminuant la présence des petits précipités.

Le soudage est une opération qui permet d'établir une continuité entre les parties à assembler. Le Tungsten Inert Gas (TIG) est une technique de soudage à l'arc, avec une électrode non fusible en tungstène, en présence d'un gaz inerte et utilisant un métal d'apport.

Le joint soudé se décompose en trois parties : la zone fondue, la ZAT et le métal de base. La ZAT (Zone Affectée Thermiquement) est une zone hétérogène qui se découpe en trois parties principales : la CGHAZ (zone à gros grains), la FGHAZ (zone à grains fins) et la ICHAZ (la zone intercritique). La zone intercritique, de par sa microstructure complexe, mélangeant des gros grains sur-revenus et des grains fins revenus, est généralement la zone de faiblesse du joint soudé.

Le fluage est une déformation lente, fonction du temps, de la température et de la contrainte appliquée. Le fluage se décline en trois étapes : le fluage primaire, secondaire et tertiaire.

La rupture au fluage se produit lors du stade tertiaire. La rupture est intragranulaire pour les basses températures et les fortes contraintes, avec une apparition de striction et une coalescence des cavités intragranulaires. La rupture est, par contre, intergranulaire pour les hautes températures et les faibles contraintes, avec une coalescence des cavités intergranulaires. Les mécanismes de rupture sont l'apparition de cavités et de fissures. Dans ces conditions, une bande de cavités semble apparaître à partir de 20% de la durée de vie, dans la ZAT, proche du métal de base et à coeur du matériau. Cette bande évolue jusqu'à 80% de la durée de vie pour former des fissures.

La perte de résistance au fluage est causée par une évolution microstructurale dans le temps : chute de la dureté dans la ZAT, restauration de la microstructure en grains équiaxes grossiers, diminution de la densité de dislocations, grossissement des précipités et apparition de la phase néfaste de Laves.

Cette étude bibliographique nous a permis d'identifier les modifications microstructurales qui se développent sur le joint soudé flué, notamment :

- les cavités,
- la dureté,
- les grains (taille, forme, joints de grains),
- les dislocations,
- les précipités.

Néanmoins, ces modifications microstructurales, exceptées pour les cavités, ont été déterminées après la rupture de l'échantillon. Aucune relation quantitative ne semble avoir été établie entre ces modifications et la durée de vie. Ainsi, l'objectif de ce projet est de caractériser ces modifications microstructurales au cours des sollicitations en fluage, pour pouvoir déterminer un facteur de suivi de la durée de vie.

Pour cela, nous allons reproduire l'endommagement des soudures dans les conditions de mise en service industrielle, puis de suivre les facteurs microstructuraux à différents stades de la durée de vie en fluage. Nous allons également essayer de comprendre la formation et la localisation des cavités. Certains auteurs se sont intéressés à la répartition des contraintes pour expliquer le phénomène de cavitation, (Abd El-Azim, El-Desoky, *et al.*, 2013 ; Watanabe *et al.*, 2005 ; Ogata *et al.*, 2010). Nous réaliserons des essais sur grand instrument (synchrotron, Tomographie X) pour tester la véracité des hypothèses avancées.



# Chapitre 2 : Méthodologie et techniques expérimentales

*Ce chapitre présente la démarche adoptée pour la thèse, avec l'introduction du matériau et du procédé de soudage choisi, mais également la détermination des paramètres expérimentaux pour les essais de fluage. Les techniques expérimentales employées pour caractériser les échantillons de l'étude sont détaillées dans la dernière partie du chapitre.*

## Sommaire

---

<b>2.1</b>	<b>Matériau et procédé . . . . .</b>	<b>50</b>
2.1.1	Acier Grade 91 . . . . .	50
2.1.2	Procédé de soudage . . . . .	51
2.1.3	Réalisation du cordon de soudure . . . . .	53
2.1.4	Essais de fluage et normes . . . . .	55
<b>2.2</b>	<b>Détermination des paramètres de fluage . . . . .</b>	<b>59</b>
2.2.1	Limites inférieure et supérieure de la contrainte/température . . . . .	59
2.2.2	Choix de la température d'essai . . . . .	61
2.2.3	Choix de la contrainte d'essai . . . . .	63
2.2.4	Essais interrompus . . . . .	66
<b>2.3</b>	<b>Techniques de caractérisation microstructurale . . . . .</b>	<b>67</b>
2.3.1	Préparation des échantillons . . . . .	67
2.3.2	Micro-dureté . . . . .	68
2.3.3	Caractérisation en microscopie . . . . .	69
2.3.4	Caractérisation <i>in situ</i> en rayon X . . . . .	79

---

## 2.1 Matériau et procédé

### 2.1.1 Acier Grade 91

L'objectif de la thèse est d'évaluer l'endommagement en fluage du Grade 91 sur site. Le matériau doit donc être représentatif des fabrications industrielles et doit respecter les normes en vigueur. Pour notre projet, des plaques de Grade 91 ont été fournies par le fabricant Dillinger Hüttenwerke. La composition chimique du matériau de l'étude (Tableau 2.1) a été déterminée d'après un certificat matière 3.1. Cette dernière respecte les indications des normes françaises et européennes.

TABLE 2.1 – Composition chimique (% mass.) du Grade 91 d'après la norme (NF EN 10028-2, 2009), le certificat matière 3.1 délivré par Dillinger ainsi que celle obtenue par spectroscopie par étincelage réalisée en interne à l'Institut de Soudure.

Composition (% mass.)	Cr	Mo	Nb	V	Ni	C	
<b>Norme</b>	8.0 - 9.5	0.85-1.05	0.06-0.1	0.18-0.25	< 0.3	0.08-0.12	
<b>Certificat matière Dillinger</b>	8.53	0.97	0.072	0.201	0.04	0.105	
<b>Spectroscopie par étincelage</b>	8.7	0.99	0.07	0.22	0.12	0.11	
Composition (% mass.)	Si	Mn	$P_{max}$	$S_{max}$	Al	N	Cu
<b>Norme</b>	< 0.50	0.3-0.6	0.02	0.005	<0.04	0.03-0.07	< 0.3
<b>Certificat matière Dillinger</b>	0.308	0.51	0.0076	0.0022	0.0011	0.04	0.026
<b>Spectroscopie par étincelage</b>	0.36	0.48	0.008	0.001	0.006	0.0445	0.1

Un diagramme de phase a été établi via le logiciel ThermoCalc© (Base TCFE7), avec la composition de notre matériau afin de vérifier la présence des phases à l'équilibre du Grade 91. La présence des  $M_{23}C_6$ , MX, phase de Laves et phase Z sont bien confirmées, (Figure 2.1).

Sur le diagramme ThermoCalc© les températures caractéristiques à l'équilibre de transformation obtenues sont  $AC_1 = 812 \text{ }^\circ\text{C}$  et  $AC_3 = 837 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Les formules empiriques d'Andrews, décrites dans le Chapitre 1 paragraphe 1.1.2., ont été utilisées pour calculer les températures de transformation de phases pour notre composition d'étude.



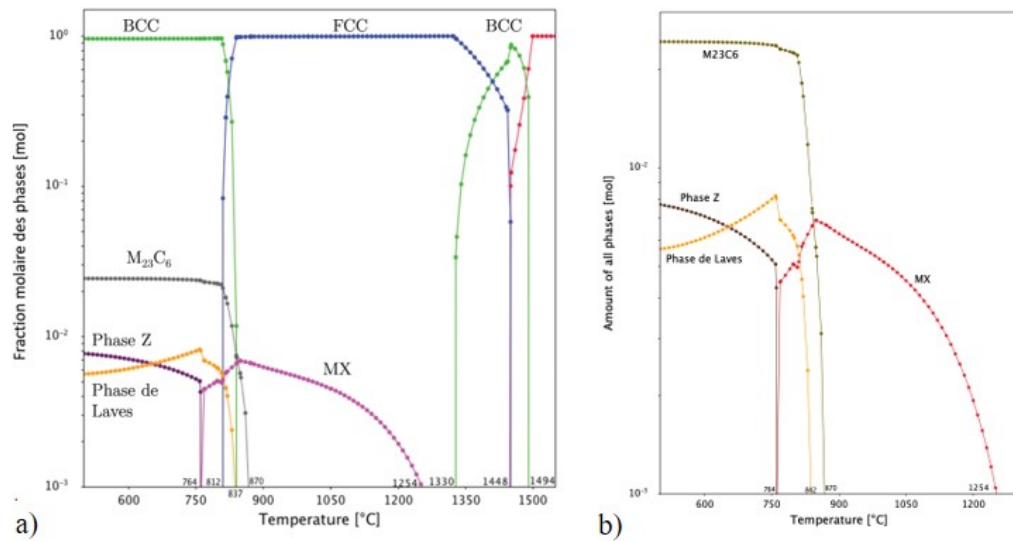


FIGURE 2.1 – Diagramme des phases à l'équilibre pour la composition : Fe-0.1C-0.03N-0.4Mn-0.2Si-0.13Ni-8.5Cr-0.95Mo-0.2V-0.075Nb (Thermocalc© (Base TCFE7)).

Les températures de transformation austénitique calculées avec la formule d'Andrews sont  $AC_1 = 870\text{ }^\circ\text{C}$  et  $AC_3 = 896\text{ }^\circ\text{C}$  et la valeur de la température caractéristique  $M_s$  est de  $368\text{ }^\circ\text{C}$ .

La formule de Beres est une autre méthode d'estimation de la valeur de la température de transformation martensitique. Avec cette formule, la température  $M_s$  de l'étude est de  $360\text{ }^\circ\text{C}$ . Il existe ainsi un écart d'une dizaine de degrés entre les températures  $M_s$  calculées avec les formules de Andrews et de Beres. Bien que la formule ait été testée sur plusieurs aciers martensitiques, elle reste empirique et peut présenter des écarts avec la réalité.

Les plaques de Grade 91, délivrées par Dillinger mesurant 30 mm d'épaisseur, ont subi plusieurs traitements thermiques chez le fabricant afin d'obtenir le matériau dans les conditions souhaitées. Les plaques brutes de livraison ont subi un traitement de normalisation à  $1060\text{ }^\circ\text{C}$  pendant 60 minutes suivi d'une trempe à l'air et enfin un revenu à  $785\text{ }^\circ\text{C}$  pendant 60 minutes. Les plaques ont été refroidies à l'air après le revenu (voir paragraphe 1.1.3.)

### 2.1.2 Procédé de soudage

La procédé de soudage choisi pour ce projet est le TIG (pour Tungsten Inert Gas), technique de soudage à l'arc, schématisé sur la Figure 2.2, avec une électrode non fusible en tungstène, en présence d'un gaz inerte et utilisant un métal d'apport si nécessaire. Le principe consiste à former un arc électrique entre l'électrode et un chanfrein usiné dans la pièce à souder, ce qui va élever la température de la pièce jusqu'à la température de fusion. Le métal d'apport fondu est ensuite déposé dans le chanfrein. Les cordons de soudure ont été réalisés en multi-passes, c'est-à-dire que plusieurs passes de soudage ont été nécessaires pour réaliser la soudure complète, (Figure 2.3).

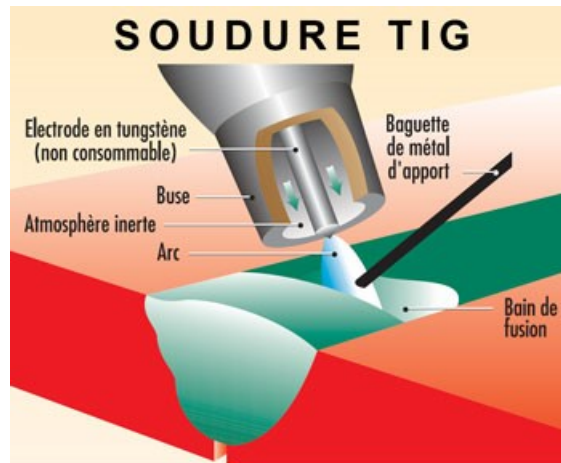


FIGURE 2.2 – Principe du soudage TIG, (<http://www.outiland.fr/le-poste-a-souder-a-l-arc-mma-mag-mig-tig.html>).

Le procédé TIG peut utiliser un métal d'apport qui doit posséder une composition très proche de celle du métal de base. La composition du métal d'apport est normée et dépend de la technique de soudage choisie. Le fil d'apport utilisé pour ce projet est le fil THERMANIT MTS 3 de Böhlér dont la composition est présentée dans le Tableau 2.3. Ce fil possède plus de nickel (0,07 à 0,4% massique) que le métal de base car il permet d'améliorer la résistance à la flexion, à la fissuration et permet également d'augmenter la ténacité, (VALLOUREC & MANNESMANN TUBES). Ses propriétés mécaniques sont résumées dans le Tableau 2.2. La dimension du fil d'apport pour le projet est de 1 mm de diamètre.

Afin d'éviter l'oxydation de l'acier, un gaz inerte permet de protéger l'arc de l'atmosphère. Le gaz utilisé et recommandé par l'ASME (*American Society of Mechanical Engineers*) est l'Argon, (ASME II-PartD, 2013).

TABLE 2.2 – Comparaison des propriétés mécaniques du métal d'apport Thermanit MTS 3 avec le Grade 91 de l'étude en sens transverse et de laminage.

	$R_{p0,2}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	A (%)	Énergie de rupture (kJ/J)
Métal d'apport	> 410	> 620	> 16	> 50
Grade 91 RD	483	643	30	43.91
Grade 91 TD	477	643	30	44.16

Ce procédé de soudage a été choisi pour l'étude, car il est représentatif des pratiques industrielles et permet de minimiser les défauts de soudage. La majorité des défauts lors du soudage sont des soufflures, c'est-à-dire de petites porosités créées lorsque du gaz reste emprisonné dans le métal en fusion. Le gaz utilisé en TIG est un gaz inerte, ainsi, très peu de ces défauts sont observables. Le soudage TIG peut être robotisé pour permettre une homogénéité sur tout le

matériau ainsi qu'une meilleure répétabilité. Ainsi, ce procédé permet d'obtenir un ensemble d'éprouvettes identiques, afin de s'affranchir de tous défauts de compacité pouvant impacter la tenue en fluage du joint soudé.

TABLE 2.3 – Composition du métal d'apport Thermanit MTS 3.

Composition (% mass.)	Cr	Mo	Nb	V	Ni	C	
<b>ASME A 5.28</b>	8.0 - 10.5	0.85-1.2	0.02-0.1	0.15-0.3	0.8	0.07-0.13	
<b>Fil Thermanit</b>	8.7	0.93	0.06	0.19	0.4	0.10	
<b>Grade 91</b>	8.53	0.97	0.072	0.201	0.07	0.105	
Composition (% mass.)	Si	Mn	P <sub>max</sub>	S <sub>max</sub>	Al	N	Cu
<b>ASME A 5.28</b>	0.15-0.5	1.20	0.01	0.01	0.04	0.03-0.07	0.2
<b>Fil Thermanit</b>	0.29	0.50	0.006	0.002	-	0.04	0.03
<b>Grade 91</b>	0.308	0.51	0.0076	0.0022	0.0011	0.04	0.026

### 2.1.3 Réalisation du cordon de soudure

Nous avons choisi de réaliser deux soudures sur les éprouvettes pour pouvoir analyser l'influence des sollicitations thermiques et mécaniques sur l'endommagement au fluage.

- La première étude permet d'observer l'endommagement sous sollicitation thermo-mécanique, grâce à une soudure centrée sur la zone utile de l'échantillon.
- La deuxième étude porte sur l'apport thermique à l'endommagement au fluage, via l'étude d'une deuxième soudure dans la tête d'amarrage de l'échantillon. En effet, le cœur de la tête d'amarrage ne subit pas la contrainte appliquée mais est soumis à la même température que celle de la zone utile.

La localisation des soudures est présentée sur la Figure 2.9 b dans le paragraphe 2.1.4.1.

L'opération de soudage a été réalisée au sein du groupe de l'Institut de Soudure, en utilisant l'équipement présenté sur la Figure 2.4. Initialement, deux chanfreins ont été usinés dans la plaque du Grade 91 brute de livraison, pour être situés l'un dans la zone utile de l'éprouvette et l'autre dans la tête d'amarrage (cf. paragraphe 2.1.4.1). A la suite de l'usinage, les deux chanfreins ont été soudés avec le procédé TIG.

Plusieurs traitements thermiques sont associés à la réalisation du cordon de soudure. Les principaux traitements sont le pré-chauffage, le post-chauffage et le traitement de détensionnement. Ces traitements sont nécessaires pour améliorer la ténacité et la résistance au fluage du matériau soudé et sont résumés sur la Figure 2.5 a.

Le pré-chauffage est effectué avant l'opération de soudage. Il permet de limiter les vitesses de refroidissement pendant le cycle de soudage et les risques de fissuration à froid. Il n'existe pas de normes pour ce traitement, mais la littérature suggère une température comprise entre 200 °C et 250 °C (Coleman and Newell, 2007). Nous avons effectué un traitement de pré-chauffage à 200 °C avant le soudage, (Figure 2.5).

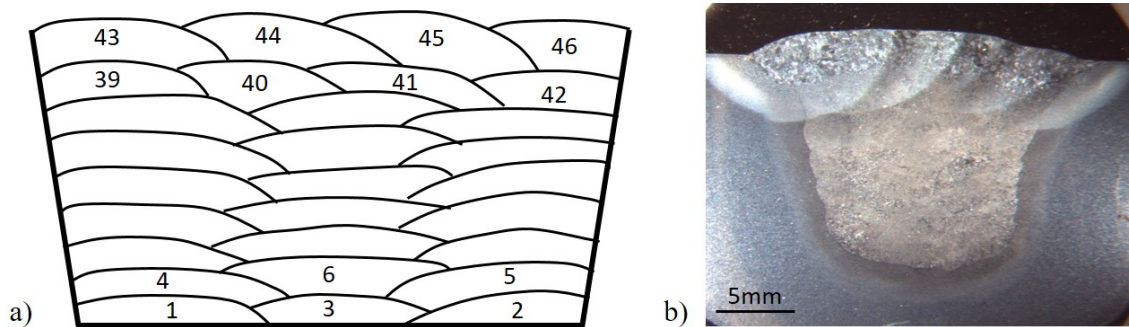


FIGURE 2.3 – a) Représentation schématique des passes de soudage d'après le descriptif du mode opératoire de l'Institut de Soudure et b) Micrographie optique d'une coupe de soudure réalisée pour le Grade 91.

Les passes de soudage doivent respecter une température minimale et maximale entre chaque passe. La température minimale inter-passe ne doit pas être inférieure à la température de pré-chauffage, pour éviter la fissuration à froid (*cf.* paragraphe 1.2.1). La température maximale inter-passe, d'après la littérature, est fixée à 300 °C et ne peut pas excéder 370 °C (Coleman and Newell, 2007). Cette limite permet également d'éviter la fissuration à chaud, causée par la présence de silicium et de niobium (*cf.* paragraphe 1.2.1).

La température inter-passes a été bornée entre 200 °C et 300 °C et maintenue grâce à des résistances électriques (en blanc sur la Figure 2.4 c). L'application de 46 passes de soudage a été nécessaire pour remplir le chanfrein. Les 38 premières passes ont été réalisées avec un courant de 180 A et les 8 dernières passes, les passes de finition, ont été élaborées avec un courant de 160 A. La vitesse de soudage a été fixée à 8 cm par minute. Les passes sont schématisées sur la Figure 2.3 a et sont également visibles sur l'image optique de la soudure finale sur la Figure 2.3 b.

Un traitement thermique de post-chauffage est possible après le soudage. Le post-chauffage permet de faire diffuser l'hydrogène pour éviter la fissuration à froid. La littérature suggère une température de post-chauffage équivalente à la température de préchauffage. (VALLOUREC & MANNESMANN TUBES). Le traitement de post-chauffage a été appliqué en prévention à 250 °C pendant 2 heures, car le procédé TIG limite la présence d'hydrogène, (Figure 2.5).

Des contrôles TOFD (*Time-of-Flight Diffraction*), utilisant le phénomène de diffraction des ultrasons, sont appliqués suite au soudage pour inspecter le joint soudé et la présence de défauts. Aucun défaut majeur de plus de 1 mm n'a été relevé après ces contrôles.

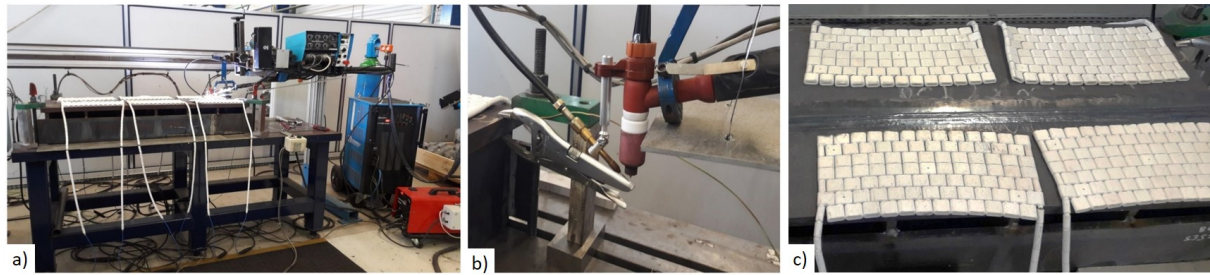


FIGURE 2.4 – Photographies de la machine automatique TIG à l’Institut de Soudure à Yutz, a) en fonctionnement, b) Élargissement sur la pointe en tungstène et le fil d’apport, c) Élargissement sur les résistances de maintien en température lors du procédé de soudage TIG.

La dernière étape de l’élaboration du joint soudé est le traitement de détensionnement (PWHT pour *Post Weld Heat Treatment*). Ce traitement est un revenu réalisé après le soudage qui entraîne la relaxation des contraintes résiduelles engendrées par le procédé. Il permet également d’homogénéiser la microstructure entre la soudure et le matériau de base. Ce dernier est réalisé à  $760\text{ }^{\circ}\text{C}$  pendant 2 heures, avec une vitesse de montée en température de  $100\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{h}$  et une vitesse de descente de  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$  par heure jusqu’à  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ , suivi d’un refroidissement à l’air, illustré sur la Figure 2.5 b.

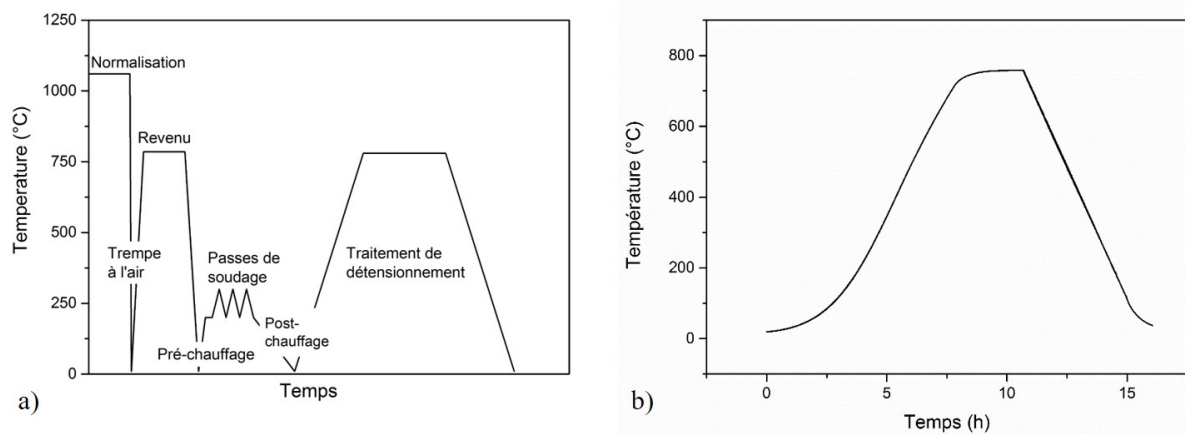


FIGURE 2.5 – a) Représentation schématique des différents traitements thermiques du Grade 91, b) Courbe expérimentale (température – temps) du traitement thermique de détensionnement de la plaque du Grade 91.

#### 2.1.4 Essais de fluage et normes

Au cours d’un essai de fluage, une éprouvette est soumise à une force (ou une contrainte) constante, à une température donnée. La courbe de fluage est la déformation mesurée en fonction du temps.

Pour notre projet, les machines de fluage utilisent une contrainte de traction constante, ce qui signifie que le rapport entre la force de traction et la section transversale instantanée de l’éprou-

vette reste constant pendant l'essai. Pour cela, un moteur permet de maintenir la contrainte souhaitée. Les essais sont normalisés et doivent suivre une procédure précise expliquée par la norme (NF EN ISO 204, 2009), relative aux essais de fluage uniaxial en traction. Cette norme fournit des indications sur les paramètres de chauffe, les mesures de déformation, la forme des éprouvettes ainsi que sur le mode opératoire. Un résumé de chaque partie est présenté dans ce paragraphe en rapport avec les conditions du projet. Les machines sont illustrées par la Figure 2.6.

Concernant le chauffage sur les machines de fluage, les écarts admissibles entre la température mesurée et la température d'essai est de  $\pm 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Les variations de température de l'air au voisinage de la machine ne doivent pas dépasser  $\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ . L'utilisation de trois thermocouples est recommandée pour une éprouvette de plus de 50 mm de longueur.

Pour notre projet, trois thermocouples sont placés dans le four, sur le centre de l'éprouvette et dans les têtes d'amarrage (Figure 2.6) afin de pouvoir garantir une homogénéité de la température sur les éprouvettes. La Figure 2.7 illustre les variations de température des trois thermocouples pour l'échantillon à rupture, soit un relevé de 5200 heures. Nous pouvons remarquer que nous avons en moyenne des variations de  $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ , respectant les normes des essais. Néanmoins, nous pouvons remarquer sur la Figure 2.7 une baisse de la température à 2500 heures provoquée par une panne d'une résistance du four durant quelques minutes qui a provoqué une baisse de la température de  $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Suite à cette panne, la régulation a été améliorée avec une variation moyenne de  $\pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$  sur le thermocouple du centre de l'éprouvette. Nous supposons que les variations de température relevées sur l'ordinateur de contrôle sont en majorité dues au bruit de mesure, car nos relevés directs sur la machine ne variaient quasiment pas.

L'allongement doit être mesuré avec un extensomètre, qui peut être directement placé sur l'éprouvette. Ce dernier ne doit pas avoir une longueur de base inférieure à 10 mm et doit être étalonné tous les 3 ans. Il est recommandé de mesurer l'allongement sur les deux faces opposées de l'éprouvette.

Nos machines possèdent un suivi de déformation numérisé, avec deux extensomètres et capteurs de déplacements de chaque côté de l'échantillon, (Figure 2.6). Les extensomètres ont été étalonnés en début de thèse et mesurent la déformation de la zone utile de 50 mm.

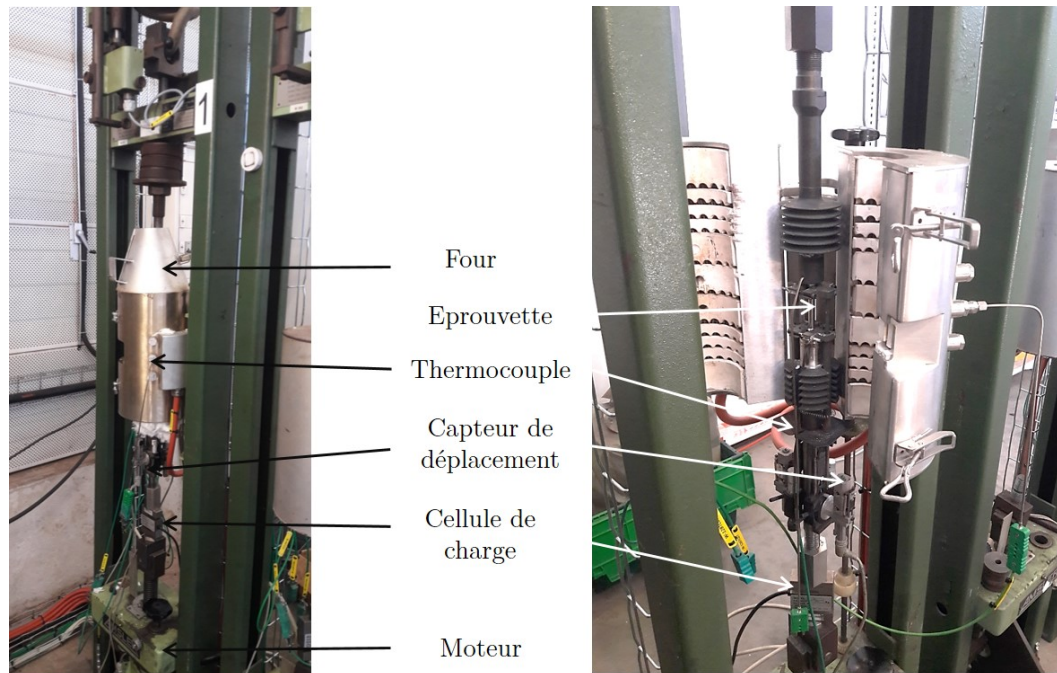


FIGURE 2.6 – a) Photographie donnant une vue d'ensemble de la machine de fluage de l'Institut de Soudure (IS), b) photographie éclatée des différentes parties de chauffage et de déformation de la machine de fluage.

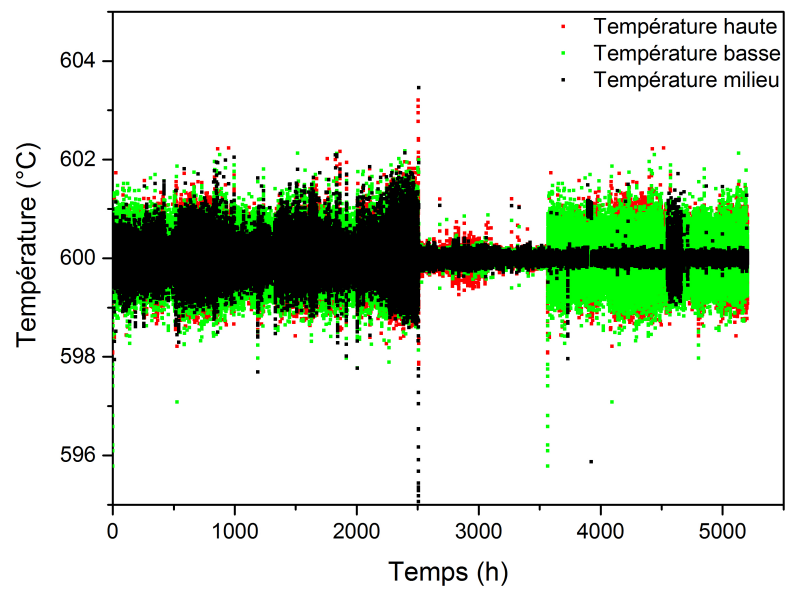


FIGURE 2.7 – Variation de la température donnée par le thermocouple au centre de l'éprouvette à rupture durant l'essai de fluage.

### 2.1.4.1 Géométrie d'éprouvette

La géométrie de l'éprouvette doit respecter également des indications paramétriques précises, (Figure 2.8). La longueur initiale de référence est définie par l'équation suivante :

$$Lr0 = k\sqrt{S_0} \quad (2.1)$$

$$\text{et } Lr0 \geq 5D$$

Avec  $S_0$  l'aire initiale de la section transversale,  $S_0 \geq 7\text{mm}^2$ ,  $D$  le diamètre de la section transversale,  $k$  le coefficient de proportionnalité doit être supérieur à 5,65.

Afin de respecter les normes et les contraintes des machines de fluage, les éprouvettes du projet incorporant le joint soudé, ont été dimensionnées suivant la Figure 2.9 a. La dimension totale des échantillons est de 120 mm avec une zone utile de 50 mm de longueur et de 8 mm de diamètre, contenant le joint soudé.

Avec ces dimensions d'échantillon, les paramètres de l'équation 2.1 de la norme, sont bien respectés :

$$S_0 = \pi \times 4^2 = 50,27\text{mm}^2 \geq 7\text{mm}^2$$

$$Lr0 = 50\text{mm} \geq 5 \times 4$$

$$k = 7,05 > 5,65$$

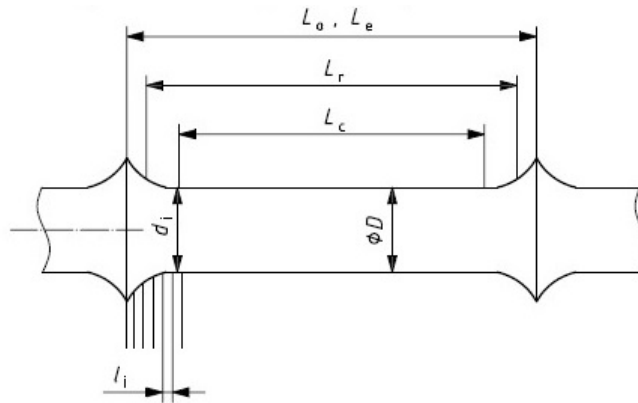


FIGURE 2.8 – Schéma d'une éprouvette de fluage avec collerette.

D'après la norme, les têtes d'amarrage doivent avoir le même axe que la partie utile calibrée de l'éprouvette. Les congés de raccordement doivent avoir un rayon compris entre 0.25  $D$  et 1  $D$ . L'usinage des éprouvettes doit minimiser les déformations résiduelles et respecter une tolérance de forme de 0.03 mm pour un rayon de 8 mm.

Le diamètre des têtes d'amarrage du projet est de 12 mm. Les congés de raccordement ont un rayon de 3 mm, respectant la norme comprise entre 2 et 8 mm (correspondant à 0,25  $D$  et 1  $D$ ). Les éprouvettes prévues pour ces études sont schématisées sur la Figure 2.9.



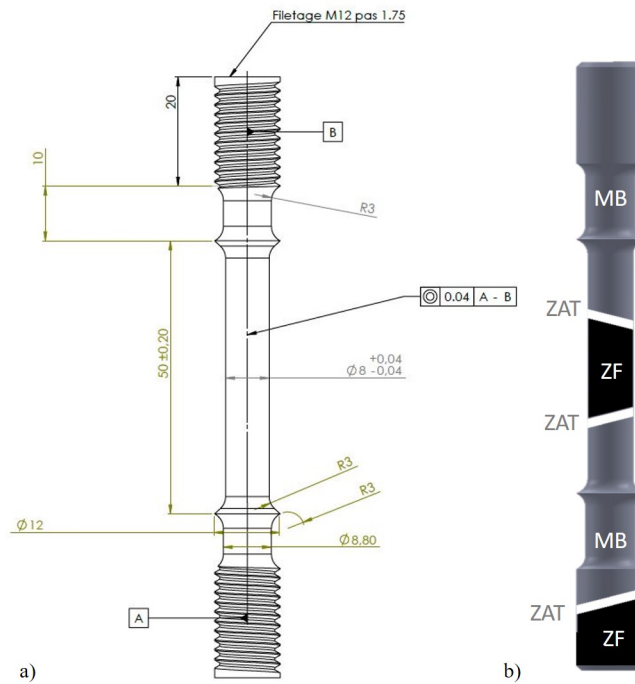


FIGURE 2.9 – a) Mise en plan sur Solidwork des échantillons pour la thèse. b) Schématisation des joints soudés sur les échantillons.

## 2.2 Détermination des paramètres de fluage

### 2.2.1 Limites inférieure et supérieure de la contrainte/température

Un des objectifs de ce travail doctoral est de comprendre l'endommagement au fluage, des joints soudés en Grade 91 dans un environnement industriel. Pour cela, il est important de respecter les conditions d'utilisation sur site.

En industrie, des tuyauteries en Grade 91 transportent des vapeurs d'eau à des températures comprises entre  $540\text{ }^{\circ}\text{C}$  et  $610\text{ }^{\circ}\text{C}$ , avec une valeur moyenne de  $565/570\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Sur la surface des tuyaux, au contact de la vapeur, se développe une couche d'oxydes  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  et  $(\text{Fe}, \text{Cr}, \text{Mn})_3\text{O}_4$ . Cette couche crée une différence entre la température de la vapeur et la température ressentie du tuyau. Ainsi, il est estimé que le Grade 91 subit des températures inférieures à  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  en milieu industriel (Ennis et Czyska-Filemonowicz, 2003).

Au niveau des contraintes appliquées sur les tuyauteries, la gamme varie beaucoup suivant les installations. Dans la littérature, Ennis relève une pression de 25/30 MPa, Shrestha et Ogata estiment une pression d'utilisation de 24 MPa, Gaffard note une pression qui peut atteindre les 30 MPa et Vivier indique une pression de 7/8 MPa pour un tube de liaison dans une VHTR (Very High Temperature Reactor) (Ogata *et al.*, 2010; Ennis et Czyska-Filemonowicz, 2003; Vivier, 2009; Gaffard, 2004; Shrestha *et al.*, 2016). Les valeurs maximales admissibles par les

normes ASME sont alors de bons indicateurs sur les gammes d'utilisation possibles du matériau (ASME II\_PartD 2013). Pour des épaisseurs de parois supérieures à 3 mm, le matériau a été dimensionné pour une contrainte maximale de 89 MPa à 566 °C ou 66 MPa à 593 °C (Tableau 2.4).

TABLE 2.4 – Tableau indiquant la contrainte admissible maximale en fonction de la température sur le Grade 91, d'épaisseur supérieure à 3 mm. Figure de VALLOUREC & MANNESMANN TUBES, issue de la norme (ASME II-PartD, 2013).

°C	371	399	427	454	482	510	538	566	593	621	649
MPa	158	153	147	140	132	123	112	89	66	48	30

Le Grade 91 est dimensionné, dans la conception des centrales électriques, pour résister pendant des dizaines d'années. Au niveau expérimental, certains auteurs ont réalisé des essais longs, pour se rapprocher des conditions industrielles, comme Watanabe avec des essais à 600 °C et 80 MPa et un temps à rupture  $t_R$  de 12414 h soit plus de 17 mois d'essai, ou Jandova avec les mêmes paramètres d'essai et une rupture après 25818 h soit presque 3 ans d'essai (Jandova et Kasl 2014; Watanabe *et al.*, 2006). Dans le contexte de la thèse, de tels essais ne sont pas réalisables. Pour pallier ce handicap, nous avons opté pour l'accélération des essais de fluage, sans modifier le mode d'endommagement du Grade 91 dans le contexte industriel.

L'accélération peut se faire en augmentant soit la contrainte appliquée soit la température des essais. Dans les conditions industrielles, le mode d'endommagement semble être le fluage diffusion avec une rupture de type IV, c'est-à-dire dans la ZAT. Néanmoins, pour une contrainte ou une température plus élevée, le mode d'endommagement se trouve modifié.

Un travail de recensement des différentes conditions de fluage, issues de la littérature, a été réalisé dans cette partie, illustré par la Figure 2.10, (Li *et al.*, 2009; Jandová et Kasl, 2014; Watanabe *et al.*, 2006; Siefert et Parker, 2016; Abd El-Azim *et al.*, 20013a; Abd El-Azim *et al.*, 20013b; Li *et al.*, 2016; Vivier, 2009; Gaffard, 2004). Cette figure représente le type de rupture en fonction de la contrainte et de la température d'essai. Les symboles rouges représentent une rupture dans la ZAT, les bleus une rupture dans la zone fondue et les verts une rupture dans le métal de base.

Il apparaît, comme le confirme la littérature dans le chapitre 1, que la localisation de la rupture varie en fonction des paramètres de fluage. Pour les plus fortes contraintes et les températures les plus faibles, la rupture a lieu dans le métal de base. Pour des contraintes et températures intermédiaires, la rupture se localise dans la zone fondue, alors que pour les plus faibles contraintes et les plus fortes températures, la rupture est principalement localisée dans la ZAT. Des zones mixtes existent également entre ces zones de rupture localisées. Ces ensembles mixtes laissent penser que le changement de mode d'endommagement n'est pas clairement défini et dépend d'autres paramètres comme la technique de soudage et la qualité de réalisation, le traitement de détensionnement ainsi que l'élaboration du matériau. Il est donc important d'éviter de choisir

des paramètres d'essai dans la limite de la zone d'endommagement souhaitée.

Sur la Figure 2.10, les conditions industrielles d'un suivi réalisé par l'Institut de Soudure sur un collecteur de sortie de chaudière EDF a été rajouté (carré noir). Ces conditions confirment bien que les paramètres d'essai recherchés, pour les essais de fluage accélérés de la thèse, doivent être dans la zone de rupture de type IV. Cette zone semble être comprise entre 575 et 650 °C et entre 50 MPa et 200 MPa.

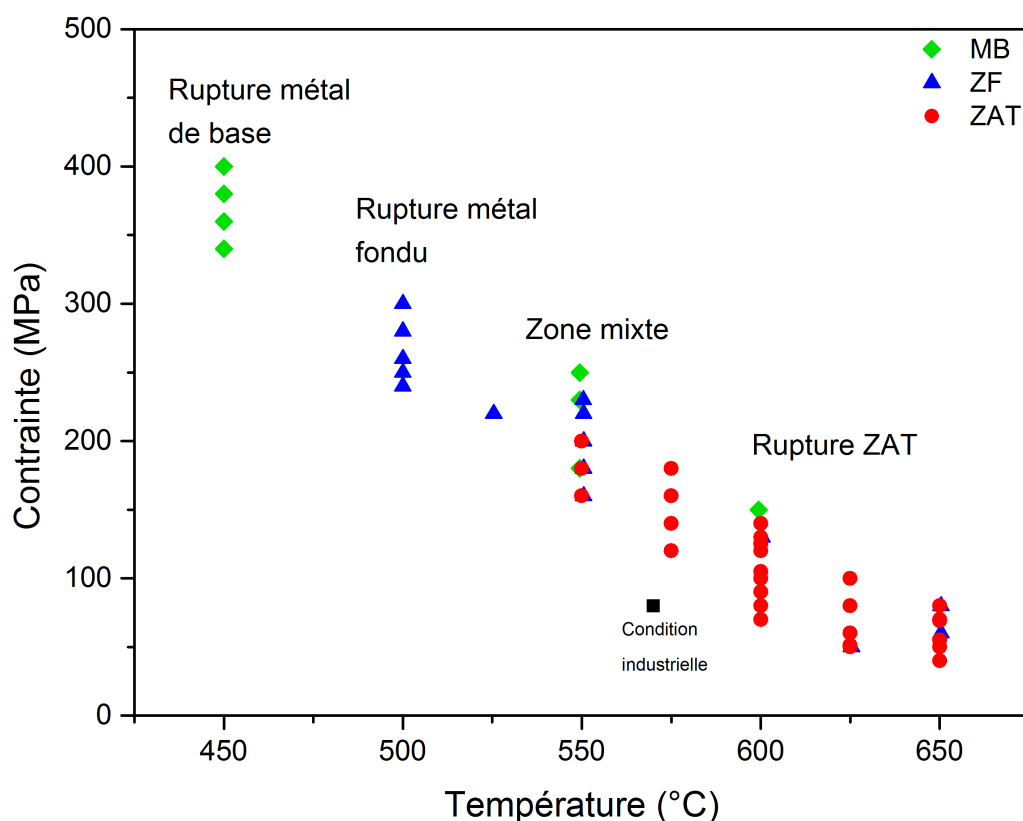


FIGURE 2.10 – Carte d'endommagement en fonction des paramètres de fluage (Contrainte-Température) issus de la littérature.

### 2.2.2 Choix de la température d'essai

La Figure 2.11 donne, pour les ruptures dans la ZAT, la contrainte en fonction de la durée de vie pour différentes températures d'essais. Les températures d'essais, pré-sélectionnées, sont codées par couleurs : bleue pour 575 °C, orange pour 600 °C, violette pour 625 °C et noire pour 650 °C. L'analyse des courbes montrent que la contrainte en fonction du temps de rupture semble être ajustée par une loi puissance, et ce pour chaque température d'essai. Nous avons ajouté sur le graphique les contraintes maximales des normes industrielles pour chaque température. Pour les températures pré-sélectionnées, la rupture dans les conditions industrielles est attendue après plusieurs années. Il est donc nécessaire d'augmenter la contrainte pour cette gamme de

température. Nous pouvons observer qu'à 575 °C, il faut augmenter de façon importante la contrainte par rapport aux normes industrielles pour avoir des temps à rupture raisonnables (augmentation d'environ 80 MPa). Les températures de 600 °C, 625 °C et 650 °C semblent convenir, avec une augmentation de 30 à 40 MPa par rapport aux normes industrielles. Pour éviter d'avoir des essais trop longs et de s'éloigner des conditions industrielles, nous avons éliminé la température de 575 °C.

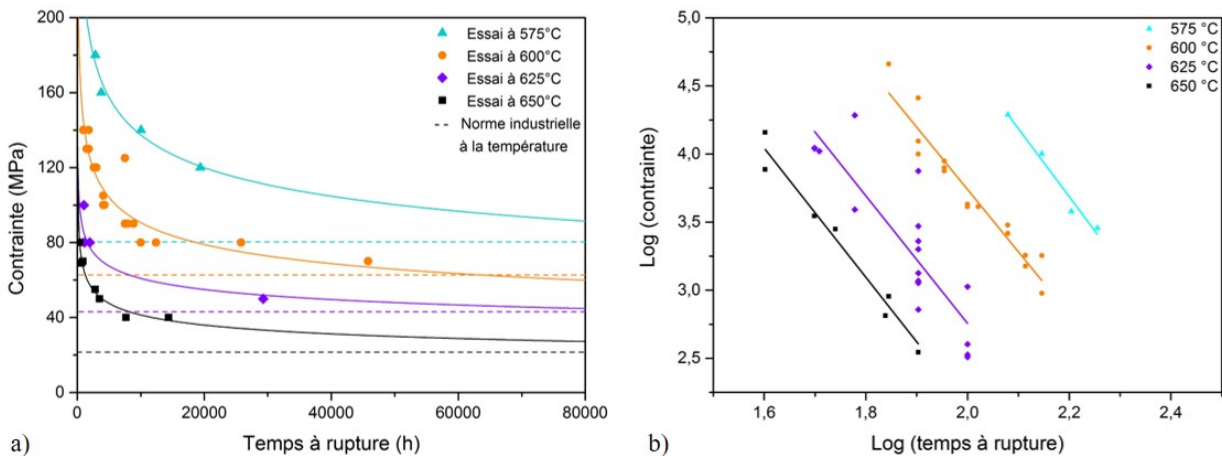


FIGURE 2.11 – a) Courbes montrant l'évolution de la contrainte en fonction du temps de rupture, fittées avec une loi puissance, b) vérification de la loi puissance avec les courbes logarithmiques.

Watanabe a réalisé une étude sur l'endommagement au fluage pour mettre en évidence les différences de comportement suivant les conditions d'essais, (Watanabe *et al.*, 2006). Les résultats, illustrés sur la Figure 2.12, montrent à 550 °C et 160 MPa, une rupture ductile localisée dans la zone fondue. À 600 °C et 80 MPa, la rupture est fragile et se localise dans la ZAT. Cette étude révèle également que pour une température plus élevée et pour une contrainte plus basse (650 °C et 40 MPa), la rupture n'est plus fragile (Figure 2.12 c). Cette dernière se localise, comme la précédente, dans la ZAT mais de fortes déformations sont notées au niveau de la zone de rupture. Le mécanisme d'endommagement n'est donc plus le même. Ainsi, pour éviter d'être à la limite du mode d'endommagement, nous éliminons la température de 650 °C.

Les températures de 600 °C et 625 °C semblent similaires en terme de temps à rupture et de mode d'endommagement.

En conclusion, pour ne pas avoir des essais trop longs, ne pas être à la limite des modes d'endommagement et pour conserver la gamme de températures industrielles (540 °C 610 °C), nous avons retenu 600 °C comme température d'essai de fluage.

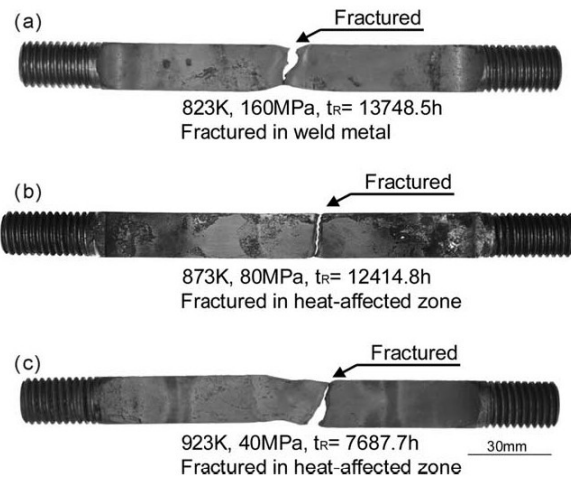


FIGURE 2.12 – Éprouvettes rompues au cours d’essais de fluage pour différents paramètres contrainte-température, menant à des modes d’endommagements différents (Watanabe *et al.*, 2006).

### 2.2.3 Choix de la contrainte d’essai

En s’intéressant à la température de  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ , Abd El-Azim a relevé l’influence de la contrainte dans les mécanismes d’endommagement. Ce phénomène est illustré sur la Figure 2.13, où est représentée la variation du temps à rupture en fonction de la contrainte appliquée, pour un joint soudé complet (symboles WJ), pour le métal de base (symboles BM) et pour une microstructure de ZAT simulée (symboles reliés FG(BM)). Il apparaît que le comportement d’un joint soudé complet suit le comportement de la ZAT simulée pour des faibles contraintes et, à contrario, suit le comportement du métal de base pour des contraintes élevées. La zone de  $110\text{ MPa}$  semble donc être une zone de transition entre deux mécanismes d’endommagement en fluage (Abd El-Azim *et al.*, 2005 ; Abd El-Azim *et al.*, 20013a). Ainsi, pour reproduire une rupture de type IV, c’est à dire dans la ZAT, il ne faut pas dépasser une contrainte de  $110\text{ MPa}$  pour une température de  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

*Au vu des données de la littérature sur les paramètres des essais de fluage et sur les connaissances des modes d’endommagement, il paraît crédible et justifié de réaliser des essais de fluage à une température de  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  sous une contrainte de  $100\text{ MPa}$ .*

Ces conditions semblent induire le mode d’endommagement relevé en industrie : une rupture de type IV fragile par cavitation. De plus, ces paramètres ne sont pas situés aux limites de ce mode d’endommagement et les temps à rupture devraient respecter les délais imposés par le projet. En effet, les deux essais recensés dans la littérature pour ces conditions ont rompu à  $4100\text{ h}$  et  $4200\text{ h}$ , c’est-à-dire un peu plus de 5 mois d’essais (Watanabe *et al.*, 2006 ; Li *et al.*, 2009).

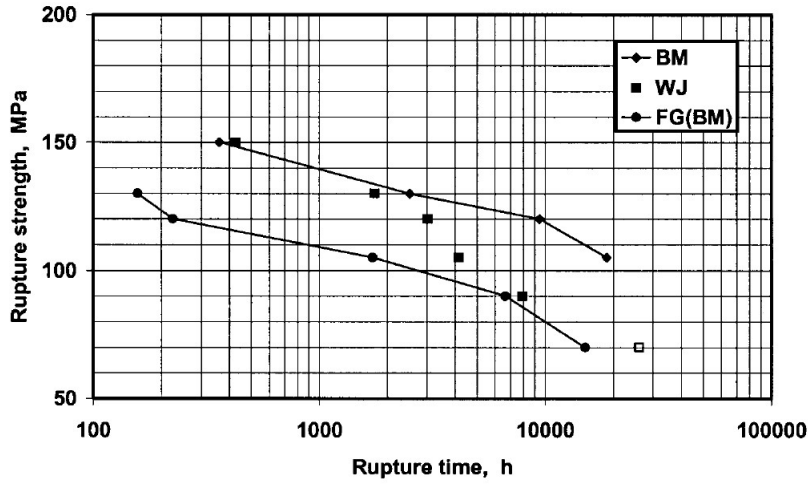


FIGURE 2.13 – Graphique du temps à rupture en fluage en fonction de la contrainte appliquée pour une éprouvette avec joint soudé, une éprouvette de métal de base et une éprouvette avec une microstructure similaire à la ZAT (Abd El-Azim *et al.*, 2005).

Les industriels utilisent la méthode du paramètre de Larson-Miller pour réaliser des extrapolations sur des essais de fluage. Cette méthode permet de déterminer le niveau de couple Contrainte-Température conduisant à la rupture du matériau au bout d'un temps de rupture,  $t_R$ , par fluage. Cette méthode se base sur une hypothèse d'équivalence temps-température, émise par Larson et Miller qui suppose que le temps de rupture  $t_R$  est relié à la vitesse de déformation, dans le régime stationnaire du fluage, par la relation d'Arrhenius suivante, (Dieter, 1961 ; Larson et Miller, 1952) :

$$\dot{\epsilon}_{st} = A \times \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right), \quad (2.2)$$

- A : Constante ;
- Q [ $J \cdot mol^{-1}$ ] : l'énergie d'activation des mécanismes microstructuraux ;
- T [K] : Température absolue ;
- R [ $8,32 \cdot J \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1}$ ] : Constante des gaz parfaits.

La vitesse de déformation dans le régime stationnaire,  $\dot{\epsilon}_{st}$ , peut être définie comme étant proportionnelle au temps à rupture,  $t_R$ . Cette hypothèse est suggérée par l'équation de Monkman et Grant qui définit :

$$\ln(t_R) + m \ln(\dot{\epsilon}_{st}) = B, \quad (2.3)$$

avec m et B des constantes et  $t_R$  le temps à rupture en heures.

Il est donc possible d'écrire l'équation 2.2 en fonction du temps à rupture :

$$\frac{1}{t_R} = A' \times \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right),$$

$$-\ln(t_R) = \ln(A') - \frac{Q}{RT},$$

$$\ln(t_R) + \ln(A') = \frac{Q}{RT},$$

Ainsi, nous pouvons définir le paramètre de Larson-Miller par l'équation suivante :

$$\text{Larson-Miller Parameter (LMP)} = \frac{Q}{R} = T(\ln(t_R) + C), \quad (2.4)$$

Avec  $C$  une constante du matériau comprise entre 20 et 60. Il est possible de déterminer la constante  $C$  en trouvant l'intersection à  $1/T$  des courbes de temps à rupture en fonction de la contrainte appliquée. Pour plus de commodité, cette dernière est fixée à 20 (Hertzberg, 1996).

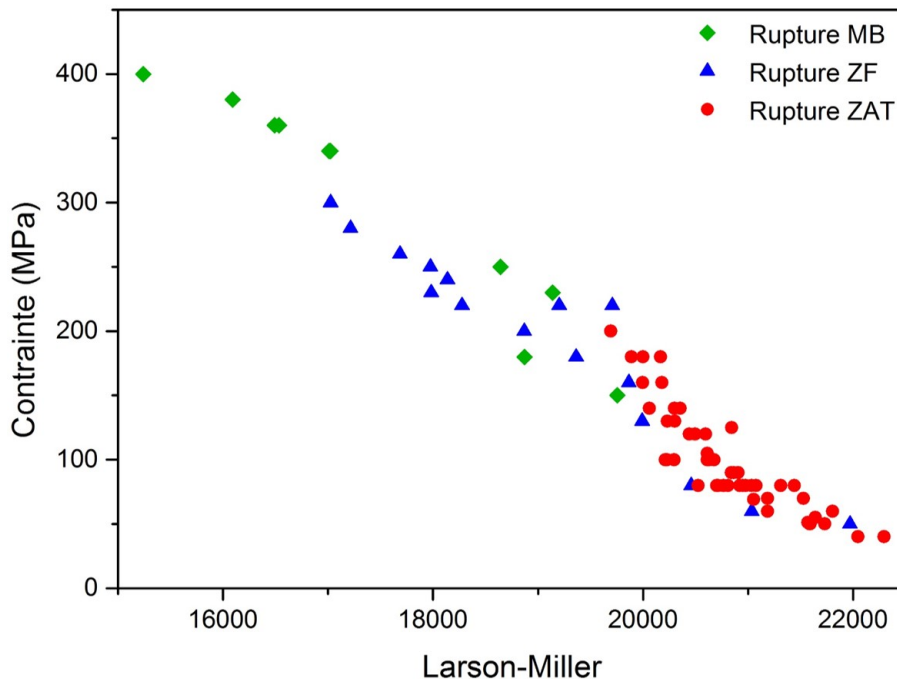


FIGURE 2.14 – Courbe du paramètre de Larson-Miller pour différents essais de fluage, suivant différents auteurs.

La Figure 2.14 représente le paramètre de Larson-Miller en fonction de la contrainte appliquée et de la localisation de la rupture, pour les essais recensés dans la littérature. Les différents points semblent respecter une droite, avec une rupture dans le métal de base, dans la zone fondue et dans la ZAT qui se localisent, respectivement, pour des valeurs de Larson-Miller inférieures, intermédiaires et supérieures.

En utilisant cette méthode d'extrapolation pour les paramètres de fluage sélectionnés, soit  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  et  $100\text{ MPa}$ , nous trouvons un temps à rupture de 5826 heures, soit 8 mois. Cette durée est supérieure aux résultats expérimentaux de la littérature. En effet, cette méthode ne prend pas en compte l'évolution de la microstructure, ni de la géométrie de l'éprouvette. D'après

les paragraphes précédents, l'endommagement au fluage des joints soudés se traduit par des modifications microstructurales (Chapitre 1 paragraphe 1.3.4.). Cette méthode permet néanmoins, d'avoir une vision approximative de l'évolution du temps à rupture en fonction des conditions de fluage.

Ainsi, les paramètres de fluage  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  et  $100\text{ MPa}$  semblent aboutir au mécanisme d'endommagement industriel, avec une rupture dans la ZAT et un temps à rupture réalisable pour une thèse, c'est-à-dire entre 5 mois et demi et 8 mois.

### 2.2.4 Essais interrompus

De nombreuses études ont été entreprises sur les joints soudés en Grade 91 depuis plusieurs années. Certains auteurs ont analysé l'évolution microstructurale après rupture, tandis que d'autres ont simulé des lois de comportement (*cf.* Chapitre 1).

L'objectif de cette thèse est de déterminer un ou plusieurs paramètres clés pour évaluer l'endommagement pendant le fluage. Ainsi, l'état de rupture nous permet de comprendre l'évolution de l'endommagement mais ne nous permet pas de choisir ce/ces facteurs. Il est donc nécessaire d'analyser l'évolution microstructurale avec des essais de fluage interrompus. Pour cela, nous

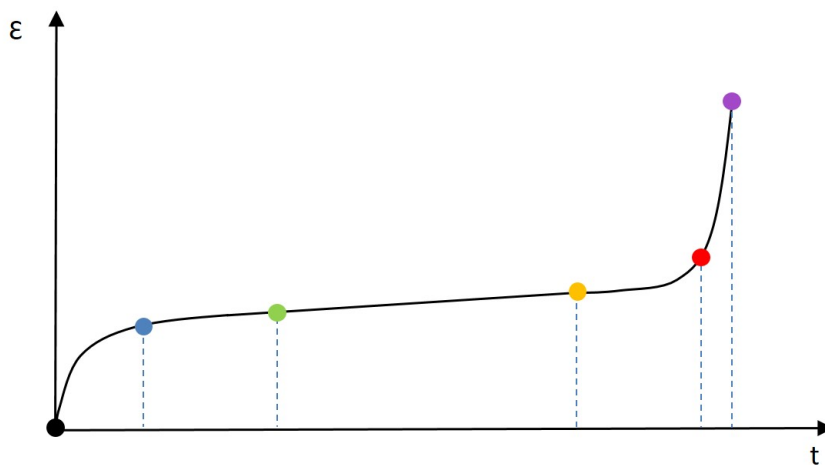


FIGURE 2.15 – Représentation schématique des essais de fluage intermédiaires.

disposons de plusieurs machines de fluage possédant le même fonctionnement (voir paragraphe 2.1.4). Nous avons réalisé plusieurs essais en parallèle avec les mêmes paramètres de fluage, déterminés précédemment, soit  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  et  $100\text{ MPa}$ . La stratégie des essais interrompus est d'avoir un échantillon de référence sans fluage, un échantillon flué jusqu'à la fin du stade I, un dans le stade II, un à la fin du stade II, un dans le stade III et enfin un dernier de rupture. Cette stratégie est schématisée sur la Figure 2.15.

Les essais de fluage sont des essais compliqués à mettre en place et à réaliser, notamment pour des durées de plusieurs mois. Nous avons décidé de les faire nous-même, pour avoir la maîtrise



des essais et pour connaître le vécu des échantillons.

Cette mise en place des essais a pris plusieurs mois, ainsi que les premiers tests afin d'être sûr d'obtenir les endommagements souhaités. Nous avons réussi à obtenir nos 6 échantillons avec un temps de rupture de 5200h, compris dans la fourchette de temps estimée.

Les courbes de fluage seront détaillées dans le Chapitre 4.

## 2.3 Techniques de caractérisation microstructurale

La stratégie du projet a été de caractériser finement l'état de référence, puis d'analyser les essais interrompus et rompus pour pouvoir déterminer les évolutions durant le fluage. Les facteurs clés analysés sont des facteurs microstructuraux, que nous avons ciblés, au vu de la littérature, sur :

- les précipités,
- les grains,
- les joints de grains,
- la sous-structure de dislocations,
- la dureté,
- les cavités.

Cette partie décrit les différentes techniques de caractérisation utilisées pour analyser les échantillons ainsi que les méthodes de leurs préparations. Nous avons pu déterminer les meilleures conditions de préparation des échantillons ainsi que les paramètres d'acquisition des données.

### 2.3.1 Préparation des échantillons

Une fois les essais de fluage terminés, les échantillons cylindriques ont été découpés dans le sens de la longueur par une découpe électro-érosion au fil chez Presilor, suivant le plan 2.16. Le diamètre du fil est de 0,25 mm créant une taille de coupe d'environ 0,33 mm. Cette méthode a été choisie pour sa finesse de découpe ainsi que sa précision. Les différentes parties de l'échantillon, du cœur à la surface, sont analysées. Il est donc préférable d'avoir un minimum de perte de matière dans cette étape de préparation.

La surface plane des échantillons découpés a été polie mécaniquement avec des tapis SiC jusqu'à la granulométrie 1200 ( $16\mu m$ ), puis avec des draps diamantés  $6\mu m$  et  $1\mu m$ .

Une attaque chimique est effectuée pour les observations aux microscopes optique et électronique ainsi que pour les cartographies de micro-dureté. Le réactif Villela (1 g d'acide picrique, 10 ml d'HCl, 90 ml d'éthanol) est couramment utilisé pour l'attaque chimique sur le Grade 91. Il permet de mettre en évidence les précipités en dissolvant sélectivement la matrice et ainsi de révéler les joints de grains (sous-blocs, blocs, paquets et anciens grains austénitiques).

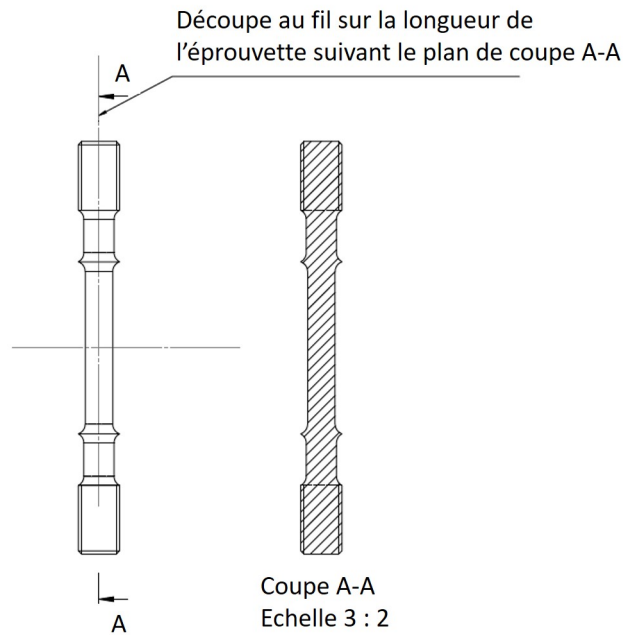


FIGURE 2.16 – Mise en plan de la découpe au fil des éprouvettes de fluage sur Solidworks.

### 2.3.2 Micro-dureté

Les propriétés mécaniques ont été évaluées avec des essais de micro-dureté. Pour cela nous avons utilisé une machine de micro-dureté Presi HZ50-4 en mode automatique. Celle-ci permet de réaliser des filiations et des cartographies qui sont adaptées pour les joints soudés. Ses cartographies d'indentations ont été réalisées avec un indenteur Vickers sous une charge HV1 (équivalent à 1 kgf). Les 2650 indentations composant la cartographie sont espacées de  $300 \mu\text{m}$  couvrant toutes les zones du joint soudé (environ  $3 \times 0,7\text{cm}^2$ ). Le quadrillage des positions d'indentation est présenté sur la Figure 2.17 a). Les cartographies ont été reconstruites avec le logiciel Matlab©(Figure 2.17 b).

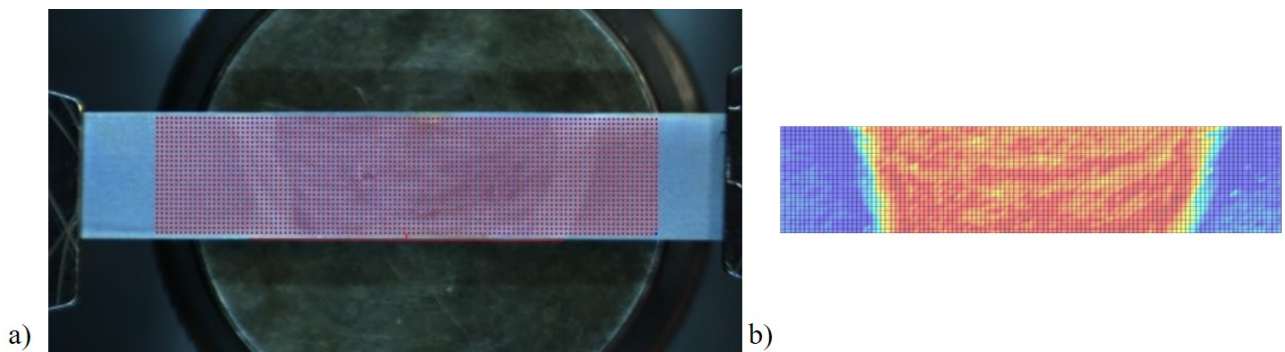


FIGURE 2.17 – a) Vue d'ensemble des positions d'indentation pour une cartographie avec le logiciel Presi©, b) cartographie de microdureté obtenue, reconstruite sous Matlab©.

### 2.3.3 Caractérisation en microscopie

La microstructure ainsi que les précipités ont été caractérisés d'après des analyses en microscopie. Dans cette partie, nous présentons ces techniques et protocoles.

#### 2.3.3.1 Microscopie électronique à balayage (MEB).

Les analyses au MEB ont été réalisées sur le MEB Quanta 650 FEG de FEI. Il possède un canon à effet de champ de type Schottky avec deux détecteurs classiques SE (Secondary Electrons, pour électrons secondaires) et BSE (Back-Scattered Electrons, pour électrons rétrodiffusés). Les électrons secondaires sont formés par l'interaction inélastique entre les électrons primaires et les électrons des atomes (Figure 2.18). Il en résulte des électrons secondaires de faible énergie, dont seuls ceux présents dans les premiers nanomètres sous la surface de l'échantillon sont collectés par le détecteur avec un rendement dépendant de la topographie. Les observations en mode SE, sur nos échantillons, mettent en évidence les précipités décorant les anciens joints de grains austénitiques ainsi que les sous-grains.

Les observations en mode BSE permettent d'accéder à des informations sur la chimie, la topographie, la cristallographie ainsi que la cristallographie de l'échantillon. Le faisceau d'électrons primaires va interagir avec les noyaux des atomes puis être collecté par le détecteur BSE avec une faible perte d'énergie et proche de la direction d'origine (Figure 2.18). On définit la section efficace d'interaction élastique par :

$$\sigma_{\text{élastique}} \approx \frac{Z^2}{E^2} \quad (2.5)$$

avec  $Z$  le numéro atomique et  $E$  l'énergie des électrons.

Ainsi, plus le numéro atomique  $Z$  est important, plus il y a d'électrons rétrodiffusés collectés sur le détecteur, permettant ainsi d'avoir un contraste de composition chimique.

Il est possible également d'avoir un contraste cristallin en BSE, via la canalisation du faisceau incident, sur une zone orientée. Les micrographies électroniques ainsi obtenues permettent de distinguer les joints des anciens grains austénitiques, des paquets, des blocs et des sous-blocs (Figure 2.19).

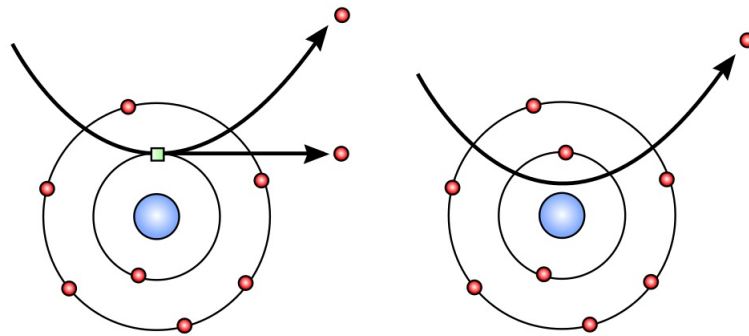


FIGURE 2.18 – Représentation schématique des interactions SE et BSE entre un faisceau d'électrons et la matière.

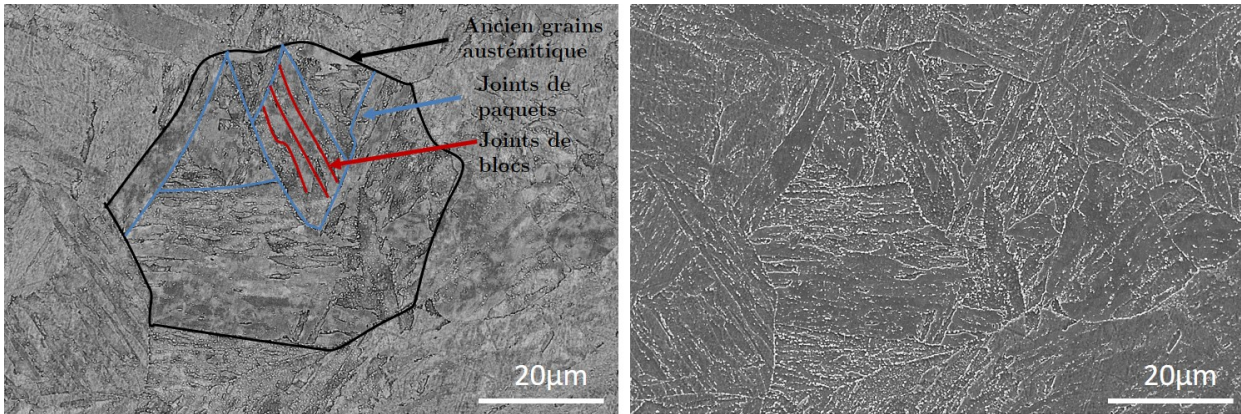


FIGURE 2.19 – Micrographies du métal de base dans son état brut de livraison, obtenues au MEB en mode a) BSE et b) SE.

### 2.3.3.2 Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD).

#### Description de la technique

La diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron BackScatter Diffraction, EBSD) est une technique de cristallographie microstructurale qui permet de déterminer des orientations cristallographiques et de faire ressortir d'éventuelles textures.

Cette méthode est utilisée dans un MEB, composé d'un détecteur phosphorescent, avec un porte-échantillon incliné à  $70^\circ$  dans la chambre pour optimiser le rendement. Le principe est illustré sur la Figure 2.20. Les électrons du faisceau primaire sont focalisés sur un point de mesure de l'échantillon, donnant des électrons rétrodiffusés qui vont être diffractés par les plans atomiques dans les conditions de Bragg. La diffraction des électrons par une famille de plans va former 2 cônes dont l'intersection avec le détecteur produit une bande de Kikuchi. L'ensemble des plans diffractant va former le diagramme de diffraction. L'arrangement géométrique des bandes de Kikuchi est donc fonction de l'orientation du réseau cristallin diffractant. Ainsi, connaissant les phases de l'échantillon, il est possible de déterminer en chaque point de mesure l'orientation cristallographique locale de l'échantillon.

Le logiciel relié au dispositif permet de détecter et d'indexer automatiquement les bandes de Kikuchi. Ainsi, lors de l'acquisition d'une cartographie, le système balaye la zone d'analyse et détermine, en chaque point de mesure, les coordonnées, la nature des phases, le contraste de bandes (correspondant à l'indice de qualité de diffraction) et enfin l'orientation cristallographique.

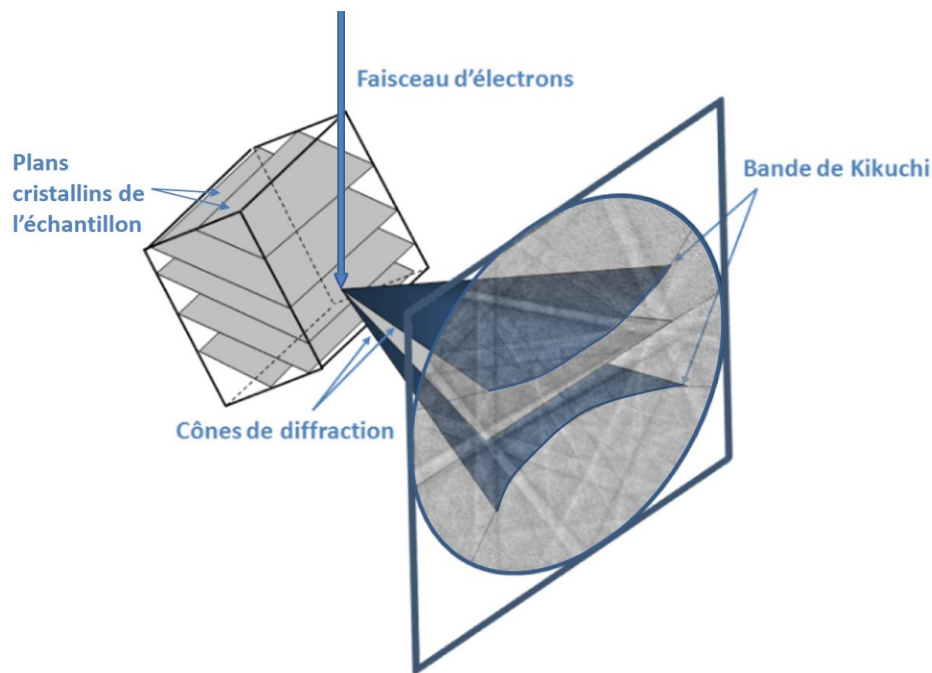


FIGURE 2.20 – Représentation schématique de la technique EBSD au MEB, pour l’acquisition du cliché de Kikuchi, (*site internet Géosciences Montpellier*).

### Protocole d’utilisation

Pour le projet, les échantillons sont polis miroir jusqu’au drap diamanté  $1\mu\text{m}$  puis pendant 30 min à l’OPS (solution de silice colloïdale) pour la finition. Le métal de base en martensite revenue a été indexée en structure cubique centrée en raison de sa faible quadraticité  $\frac{c}{a} = 1,003$ . Les cartographies EBSD ont été réalisées avec un MEB Zeiss Gemini SEM 500 FEG équipé d’une caméra EBSD (*Symmetry Oxford Instrument*). La caméra CMOS a une vitesse d’acquisition de 3000 patterns/s maximum pour une résolution de  $156 \times 148$  pixels. La résolution maximale est de  $1244 \times 1024$  pixels, avec une résolution angulaire de  $0,05^\circ$  en relatif.

Le logiciel relié au système d’acquisition des données EBSD est le logiciel Channel 5 de Oxford Instrument. Ce dernier permet de nettoyer les cartographies EBSD, en extrapolant les pixels non indexés avec les pixels voisins (de 6 à 8 voisins). Avant le nettoyage, le taux d’indexation des cartographies s’élève à 96% pour le métal de base, 95% pour la ICHAZ et allant de 89 à 93% pour la FGHAZ, (Figure 2.22 b avec les pixels non indexés en noir) contre 99,9% après le nettoyage.

Nous avons choisi de faire des cartes composites, c’est-à-dire un enchaînement de cartographies avec les mêmes paramètres d’acquisition, le long du joint soudé. L’image composite est composé d’environ 10 cartographies partant du métal de base jusqu’à la FGHAZ, avec un pas de mesure de  $0.2\mu\text{m}$  et une taille de cartographie de  $285\mu\text{m}$  par  $214\mu\text{m}$ , (Figure 2.21). Les différentes zones du joint soudé ne se distinguent pas de façon nette, nous observons un gradient de microstructure. Ainsi, cette technique permet de faciliter la comparaison des zones d’analyse

entre les échantillons.

Pour traiter les cartographies EBSD, nous avons utilisé le logiciel Atex<sup>1</sup> de l'Université de Lorraine (LEM3). La Figure 2.22 illustre les différentes cartographies possibles, utilisées pour ce projet, d'après les données acquises en EBSD. La Figure 2.22 a est une cartographie en contraste de bande permettant de vérifier la qualité de diffraction.

Les grains sont définis d'après la détection d'un angle de désorientation seuil. Tous les points de mesure qui possèdent un angle de désorientation supérieur à la désorientation seuil sont considérés comme étant un joint de grain, (ici 5 ° sur la Figure 2.22 c). Après avoir défini la détection des grains, il est possible d'afficher une cartographie de taille de grains, (La Figure 2.22 d) et une cartographie d'orientation des grains, (Figure 2.22 e).

La désorientation, sur les cartographies EBSD, est calculée en chaque point indexé avec ses plus proches voisins. Nous avons vu dans le Chapitre 1 paragraphe 1.1.3, que certaines valeurs de désorientation théorique définissent la structure de la martensite. Les désorientations d'environ 10,5 ° caractérisent les joints de sous-bloc et ceux à 50 ° et 60 ° délimitent les joints de blocs. Il est donc intéressant de connaître la fréquence de désorientation pour étudier l'évolution de la structure, illustrée sur le graphique de la Figure 2.22 g. Il est possible ensuite d'illustrer les joints de grains spécifiques avec une couleur, (Figure 2.22 f). Le logiciel ATEX®, permet de déterminer la densité de dislocations GND, (Geometrically Necessary Dislocation) et de la localiser sur la cartographie EBSD, (Figure 2.22 h). D'après Panthleon (Panthleon, 2008), le tenseur de densité de dislocations est directement lié à la courbure locale du réseau cristallin. Le tenseur de courbure est défini par la désorientation angulaire :

$$\kappa_{ij} \simeq \frac{\partial \theta_i}{\partial x_j} \simeq \frac{\Delta \theta_i}{\Delta x_j} \quad (2.6)$$

avec,  $\Delta \theta$  la désorientation angulaire entre deux points voisins séparés de  $\Delta x$ . Cette densité dépend donc fortement du pas de mesure utilisé lors de l'acquisition de la cartographie. Ainsi, pour cette analyse, nous nous centrerons sur l'évolution de la densité et non sur la valeur.

Pour calculer une densité en  $m^{-2}$ , nous avons défini le vecteur de Burgers à 2,0407Å.

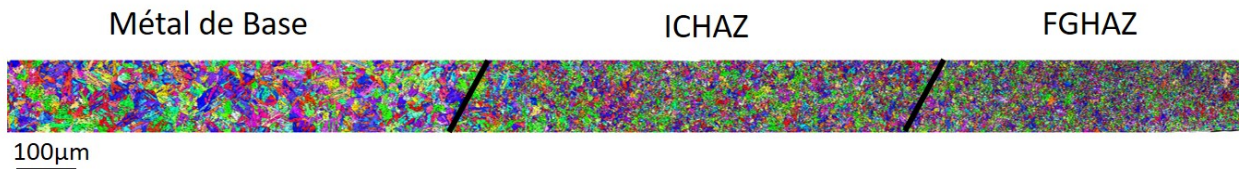


FIGURE 2.21 – Multimapping de 10 cartographies du joint soudé de référence, du métal de base jusqu'à la FGHAZ.

1. B. Beausir and J.-J. Fundenberger, Analysis Tools for Electron and X-ray diffraction, ATEX - software, www.atex-software.eu, Université de Lorraine - Metz, 2017

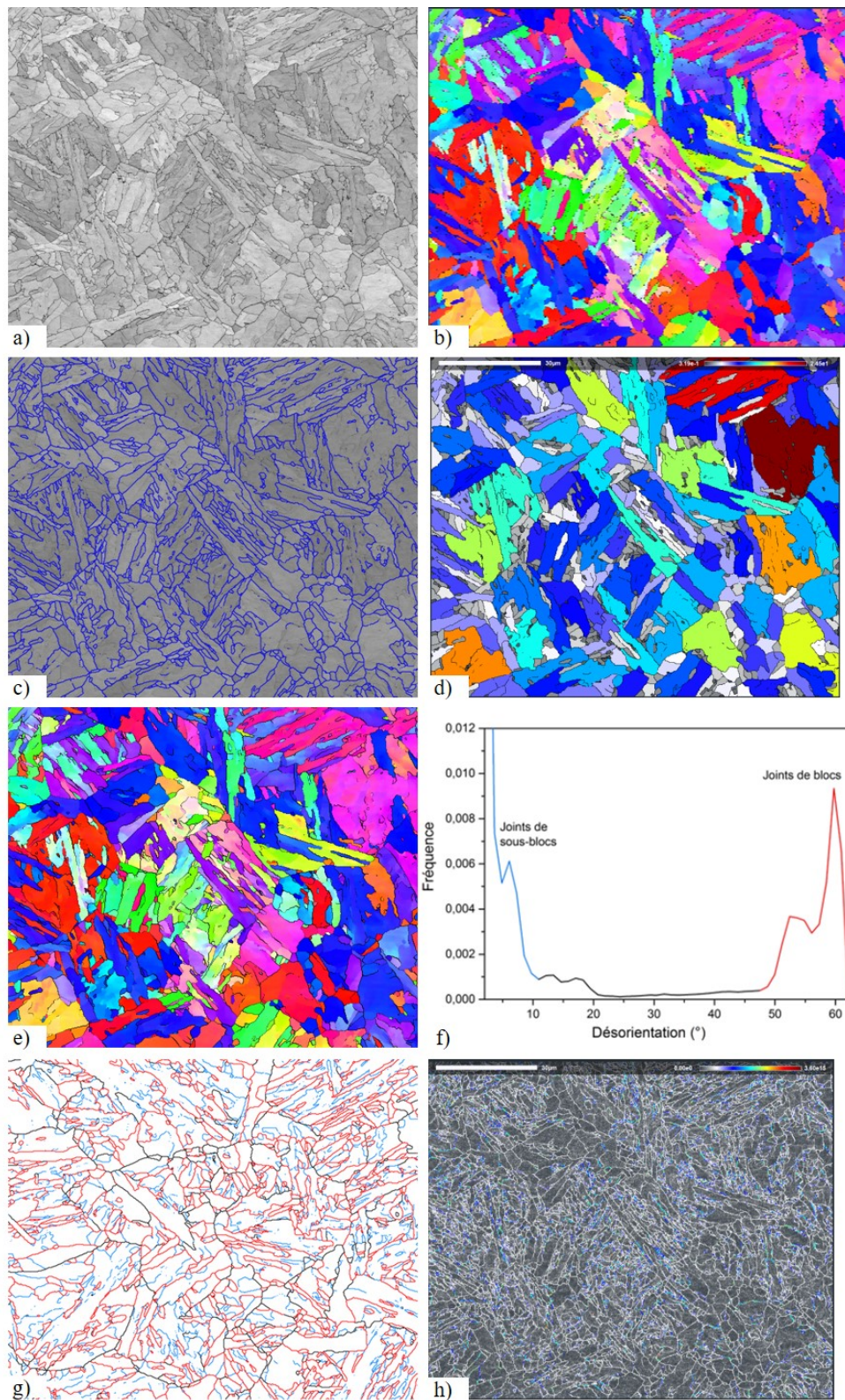


FIGURE 2.22 – Cartographies EBSD du métal de base a) avant le nettoyage avec les pixels noirs non indexés, b) en contraste de bande, c) de détection de grains, avec un angle de seuil de  $10^\circ$ , d) de taille de grains, e) d'orientation de grains, f) graphique des fréquences de désorientations angulaire, g) cartographie des joints de grains, avec en bleu les joints de  $3$  à  $10^\circ$ , en noir de  $10$  à  $47^\circ$  et en rouge de  $47$  à  $63^\circ$  et h) la densité de GND.

### 2.3.3.3 Microscopie électronique en transmission (MET).

Les analyses de la sous-structure et des précipités sont effectuées avec les microscopes électroniques à transmission Jeol ARM200F FEG. L'Institut Jean Lamour est équipé de deux ARM200F FEG haute résolution, dont l'un est corrigé en sonde et le deuxième est en sonde et en image. Les deux microscopes ont été utilisés pour le projet.

Le microscope simple correcteur a une résolution en mode STEM de 0.08 nm à 200 kV et en mode TEM de 0.19 nm. Il possède deux caméras : ORIUS 200D Gatan (grand angle), de résolution 2k x 2k et Ultrascan (USC) 1000 Gatan de résolution 2k x 2k ainsi qu'un système de microanalyse X (SDD) : Jeol DRY SD 30 GV.

Le microscope double correcteur a une résolution en mode STEM de 0.083 nm et en mode TEM de 0.12 nm. Il possède deux caméras CCD : OneView Gatan de résolution 4k x 4k et UltraScan CCD Gatan de résolution 2k x 2k et deux systèmes d'analyse chimique : un spectromètre de sélection d'énergie des photons X (EDS) et un spectromètre de pertes d'énergie (EELS).

Les analyses ont été réalisées avec une tension d'accélération de 200 kV aussi bien en mode TEM qu'en mode STEM.

L'utilisation du mode STEM (STEM pour *Scanning Transmission Electron Microscopy*) en MET permet de balayer la surface de l'échantillon et d'obtenir une résolution équivalente à la taille de la sonde. Ainsi, avec ce mode d'imagerie, il est possible de visualiser la projection de colonnes atomiques des phases observées, suivant une direction cristallographique donnée.

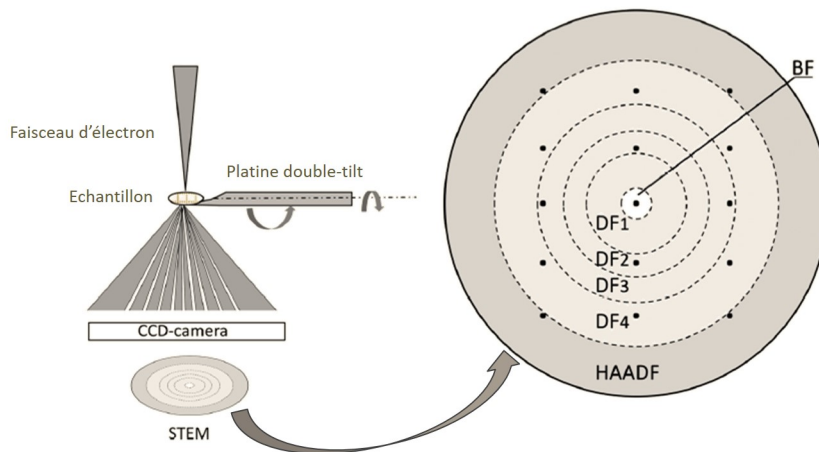


FIGURE 2.23 – Représentation schématique des détecteurs en STEM, (Sun *et al.*, 2019).

En mode STEM, le microscope ARM200 FEG est équipé de trois détecteurs d'électrons : ADF, BF et HAADF.

Le détecteur BF, (*Bright Field*; champ clair), permet d'intercepter le faisceau transmis. Le détecteur ADF, (*Annular Dark Field* pour champ sombre), permet de collecter le(s) faisceau(x) diffracté(s). Enfin, le détecteur HAADF (*High Angle Annular Dark Field*) permet de construire



l'image par collection des électrons diffusés aux grands angles (diffusion incohérente), (Figure 2.23).

Le STEM-ADF a été choisi afin de mettre en évidence les dislocations, sans prendre en compte l'orientation du grain. Le STEM est conventionnellement moins utilisé pour l'analyse des défauts, néanmoins, d'après la littérature (Cowley, 1969), le contraste de diffraction est équivalent en STEM et en TEM. Le STEM permet, par rapport au TEM, de s'affranchir des franges d'équales épaisseurs et des contours de Bragg, améliorant ainsi l'observation des dislocations (Sun *et al.*, 2019 ; Cowley, 1969 ; Humphreys, 1981). Une comparaison est présentée sur la Figure 2.24.

Certaines analyses ont été réalisées en mode TEM, notamment pour l'imagerie en champs clairs (*Bright Field*), les analyses chimiques EDS, la diffraction électronique en SAED (*Selected area electron diffraction*) et la microdiffraction.

La SAED utilise un faisceau incident parallèle. L'insertion d'un diaphragme de sélection dans le plan image de la lentille objectif, permet de sélectionner la zone d'intérêt. Le cliché de diffraction correspondant à cette zone d'intérêt se forme dans le plan focal image de la lentille objectif. La microdiffraction, variante de la diffraction en faisceau convergent (CBED), fonctionne avec un très petit diaphragme condenseur, permettant d'analyser des zones très réduites. De ce fait, elle est très utile pour la caractérisation des précipités de très faibles dimensions, notamment les phases secondaires apparaissant dans le Grade 91 au cours des essais de fluage. L'indexation des clichés de diffraction est facilitée par l'usage des logiciels dédiés, notamment le logiciel Digital Micrograph, développé par groupe Gatan©.

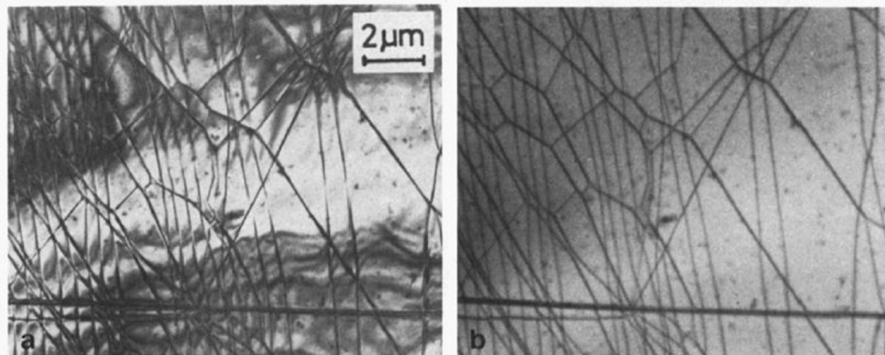


FIGURE 2.24 – Comparaison de l'imagerie des dislocations en mode TEM et STEM d'une même zone d'une lame de  $MoS_2$ , (Humphreys, 1981).

Deux méthodes de préparations des échantillons ont été utilisées pour les analyses au MET, présentées dans les paragraphes suivants.

#### 2.3.3.4 Le MEB FIB

L'analyse par microscopie électronique en transmission (MET) de la microstructure (phases, dislocations, *etc.*) a été réalisée à partir de lames FIB (*Focused Ion beam* pour faisceau d'ions

focalisés), afin de cibler précisément les zones d'analyses. Le MEB, Helios Nanolab 600i, est équipé de deux canons : un canon à électrons pour l'imagerie et un canon à ions Gallium (Ga+) permettant la "découpe" de lames minces, ainsi qu'un micro-manipulateur. Les lames réalisées mesurent environ  $12\mu\text{m} \times 8\mu\text{m}$ , (Figure 2.25). Ce dispositif est très pertinent pour l'analyse des joints soudés, car certaines zones peuvent mesurer seulement 1 ou 2 mm, rendant la technique des lames électrolytiques difficile. Dans notre cas, nous avons ciblé les lames dans les zones de la ICHAZ ainsi que le métal de base. Les lames FIB ont ensuite été analysées sur les microscopes ARM.

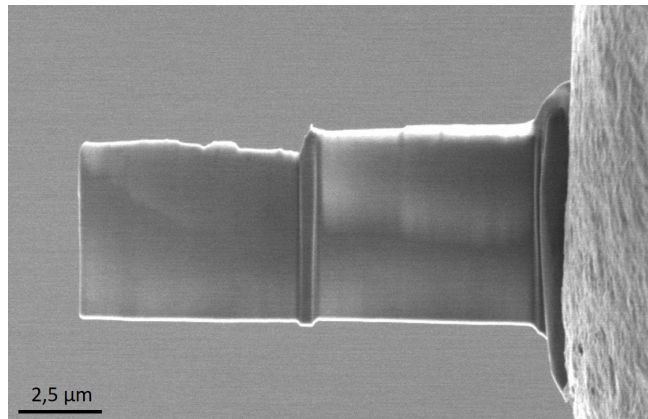


FIGURE 2.25 – Micrographie MEB d'une lame réalisée au FIB dans la ICHAZ.

### 2.3.3.5 Les Répliques

#### Description de la technique

Les précipités ont principalement été analysés au MET sur des répliques extractives en carbone. Cette technique permet d'arracher les précipités grâce à un film de carbone afin de s'affranchir de la matrice qui peut parfois masquer la présence des petits précipités.

Le principe est illustré sur la Figure 2.26. Pour réaliser des répliques extractives en carbone, les échantillons ont été polis mécaniquement jusqu'au drap diamanté  $1\mu\text{m}$  puis attaqués au réactif Villela. L'attaque chimique doit être plus importante que pour des analyses au MEB, pour pouvoir révéler un maximum de précipités, (1 minute dans notre cas).

Une couche d'une épaisseur d'environ 50 nm de carbone a été ensuite déposée sous vide secondaire sur la surface des échantillons, puis a été renforcée par une solution de consolidation, appliquée sur la surface métallisée (0.3 g de poudre de PolyVinyle de Butyral dans 50 ml de chloroforme).

La couche métallisée en surface a été découpée en carrés d'environ 3 mm et décollée de l'échantillon avec une attaque au Niteau 20% (20% de Nital et 80% d'eau). Les répliques obtenues ont été ensuite nettoyées à l'éthanol avant d'être positionnées sur une grille de cuivre pour les analyser au MET.

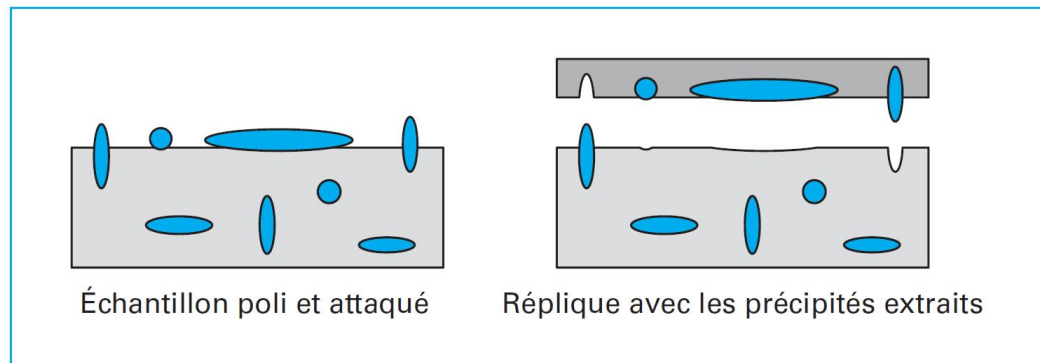


FIGURE 2.26 – Représentation schématique du principe de fabrication des répliques extractives, (Karlík et Jouffrey, 2008).

Les répliques donnent des analyses quantitatives et qualitatives de manière non destructive. Néanmoins, l'analyse de la densité des précipités n'est pas garantie, car nous n'avons pas la certitude d'avoir tout arraché en surface de l'échantillon. Ainsi, nous nous sommes focalisés sur la nature et la taille des précipités avec cette méthode (Figure 2.27).

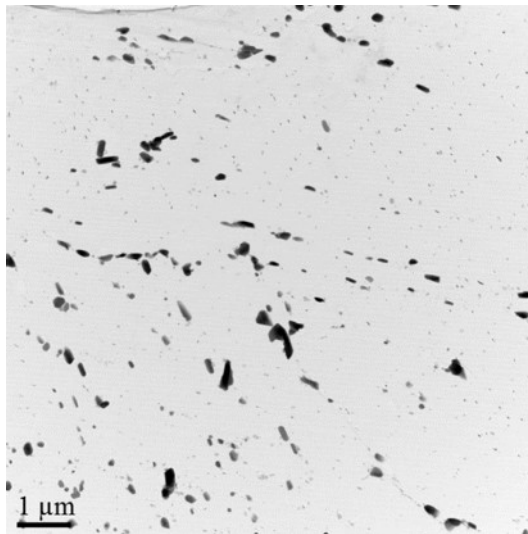


FIGURE 2.27 – Micrographie MET obtenue en champ clair, d'une réplique réalisée dans la ZAT d'une éprouvette fluée.

### Protocole d'utilisation

Des répliques ont été élaborées dans plusieurs zones du joint soudé pour chaque échantillon de l'étude. Elles ont ensuite été caractérisées au MET en champ clair et par EDS, (Figures 2.26 et 2.28). L'analyse chimique EDS a été utilisée pour détecter le chrome, le fer, le molybdène, le vanadium, le niobium et l'azote. Ces éléments, mis à part, le carbone qui possède trop d'incertitudes de mesure, composent l'ensemble des familles de précipités : les  $M_{23}C_6$ , les MX et la phase de Laves.

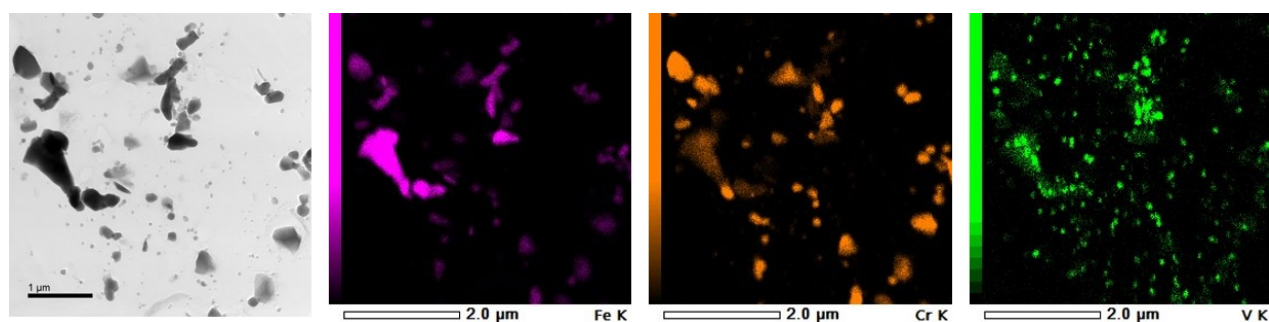


FIGURE 2.28 – Micrographies MET obtenues en champ clair d’une réplique extractive en carbone et ses cartographies EDS associées mettant en exergue la distribution du chrome, du fer et du vanadium.

Après avoir repéré les familles de précipités, nous les avons isolées pour chaque image en champ clair. Ne pouvant pas différencier les précipités avec les nuances de gris, nous avons réalisé un calque à la main à partir des images, avant de les analyser sur ImageJ® (cf. Annexe C). Nous avons pris une dizaine d’images par réplique pour obtenir 400 précipités par échantillon pour les  $M_{23}C_6$  et 450 pour les  $V(C, N)$ . La densité des  $Nb(C, N)$  et celle de la phase de Laves sont beaucoup plus faibles, nous n’avons pas pu en obtenir autant.

Le logiciel ImageJ® nous permet d’analyser les précipités pour chaque famille et chaque image de manière automatisée. Il détermine ainsi plusieurs paramètres facteurs paramétriques des particules, comme la surface, le périmètre, le diamètre de Feret, la circularité *etc.*. Nous avons choisi d’étudier pour les particules leurs surfaces, la distribution de leurs tailles ainsi que leurs moyennes, (Figure 2.29). Nous avons opté pour l’affichage avec la moyenne le premier et le troisième quartiles, plutôt que l’écart type, pour représenter la distribution.

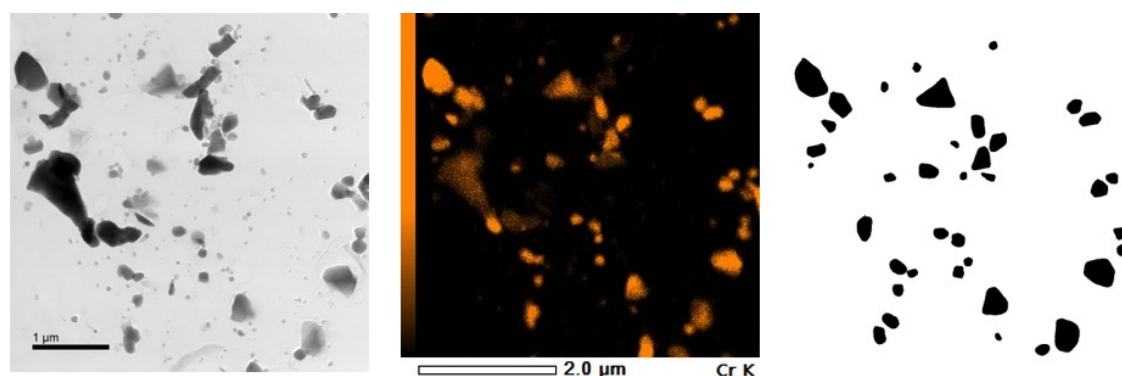


FIGURE 2.29 – Micrographies MET obtenues en champ clair d’une réplique extractive en carbone associée à la cartographie EDS du chrome et de l’analyse ImageJ®.

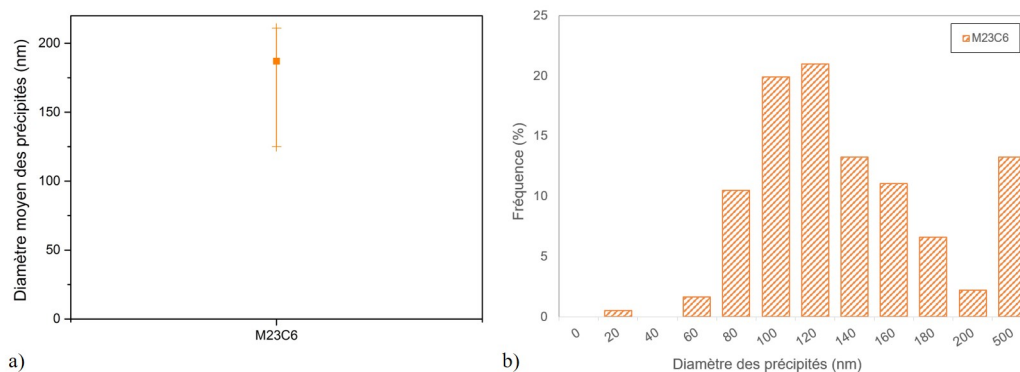


FIGURE 2.30 – Illustration de l’analyse des précipités avec les  $M_{23}C_6$  du métal de base a) moyenne de la taille des précipités avec le premier et troisième quartiles et b) histogramme de la distribution du diamètre des  $M_{23}C_6$ .

### 2.3.4 Caractérisation *in situ* en rayon X

#### 2.3.4.1 Tomographie rayon X

La tomographie par absorption de rayons X ou tomographie X est une technique qui permet de caractériser les objets tridimensionnels (3D) par reconstruction d’images en coupe. Cette technique non destructive, repose sur l’analyse multi-directionnelle de l’interaction d’un faisceau de rayons X avec la matière. Le principe consiste donc à détecter des variations d’absorptions de rayons X, qui correspondent aux hétérogénéités, défauts, cavités, porosité, *etc.*, (Figure 2.31).

La présence des cavités apparues au cours des échantillons flués, a été caractérisée par tomographie X (CC-Tomographie X – IJL). Le tomographe Nanotom fonctionne à 180 kV et 100  $\mu A$ . Il possède une cible en tungstène ou en molybdène. La taille de sa source est de 0,4 à 2  $\mu m$ . Il est équipé d’un détecteur CCD de 2300 x 2300 pixels de 50  $\mu m$ . La résolution est de 1/2000 de la taille de l’échantillon et la résolution angulaire est de 0,25 degré.

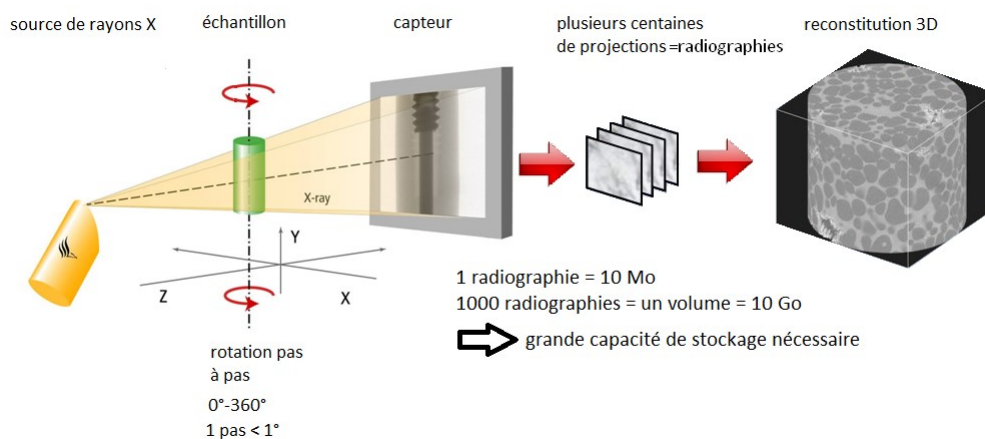


FIGURE 2.31 – Représentation schématique du fonctionnement du tomographe.

### 2.3.4.2 Diffraction des rayons X en synchrotron

#### Rappel sur la diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X est une technique d'analyse non destructive des matériaux à l'échelle atomique. L'interaction des rayons X avec la matière permet d'identifier les phases cristallines (maille, tailles de précipités, défauts, *etc.*) et d'étudier le comportement mécanique (thermo-mécanique, contraintes résiduelles, *etc.*). L'utilisation du faisceau synchrotron permet d'avoir une forte intensité de rayonnement associée à des détecteurs de haute résolution pour pouvoir obtenir des informations en volume sur des échantillons massifs.

Le principe consiste à détecter l'interaction entre le rayonnement synchrotron et les plans réticulaires du réseau cristallin, qui diffracte suivant la loi de Bragg :

$$\lambda = 2d_{0(hkl)} \cdot \sin\theta_{0(hkl)} \quad (2.7)$$

avec,

- $d_{0(hkl)}$ , la distance interréticulaire de la famille de plan  $\{hkl\}$ ,
- $\theta_{0(hkl)}$ , l'angle de Bragg de diffraction de la famille des plans  $\{hkl\}$  mesuré entre le faisceau diffracté et la surface du plan diffractant ; il correspond au même angle entre le faisceau incident et la surface du plan diffractant. Cette relation concerne les échantillons non déformés.
- $\lambda$ , la longueur d'onde du faisceau incident de rayon X.

Cette interaction conduit, pour une famille de plan  $\{hkl\}$ , à la formation d'un spot de diffraction sur le détecteur. Dans notre cas, la taille des grains est suffisamment petite par rapport au volume analysé, pour que le faisceau interagisse avec la matière selon une multitude d'orientations, formant un anneau de diffraction sur le détecteur. Ainsi, le cliché de diffraction est composé de plusieurs anneaux concentriques, les anneaux de Debye-Scherrer, d'intensité diffractée en fonction de l'angle de diffraction  $\theta_{hkl}$ , (Figure 2.32). En 2D, ce cliché d'anneaux se traduit par un diffractogramme donnant l'intensité en fonction de l'angle de diffraction  $2\theta_{hkl}$ , composé d'un ensemble de pics de diffraction de famille de plans  $\{hkl\}$ .

Lorsque le réseau cristallin est déformé, la distance interréticulaire  $d_{0(hkl)}$  varie, conduisant, sur le diffractogramme, à un déplacement de la position des pics en  $2\theta$ , (Figure 2.32). La loi de Bragg du réseau déformé devient :

$$\lambda = 2d_{hkl} \cdot \sin\theta_{hkl} \quad (2.8)$$

La déformation dans le plan de la direction normale peut être définie par la relation suivante :

$$\epsilon_n = \ln\left(\frac{d_{hkl}}{d_{0(hkl)}}\right) \quad (2.9)$$

avec,  $d_{hkl}$  la distance interréticulaire du réseau déformé et  $d_{0(hkl)}$  la distance interréticulaire du réseau non déformé. Cette équation peut être exprimée, d'après la loi de Bragg, par :

$$\epsilon_n = \ln\left(\frac{\sin\theta_0}{\sin\theta}\right) \quad (2.10)$$

La déformation du cristal peut être obtenue par la mesure de la position des pics de diffraction avant et après déformation. Avec cette déformation, il est possible d'accéder à l'état de contrainte du matériau. Pour notre projet, nous avons utilisé la méthode des  $\sin^2 \Psi$ , que nous développerons dans le Chapitre 4.

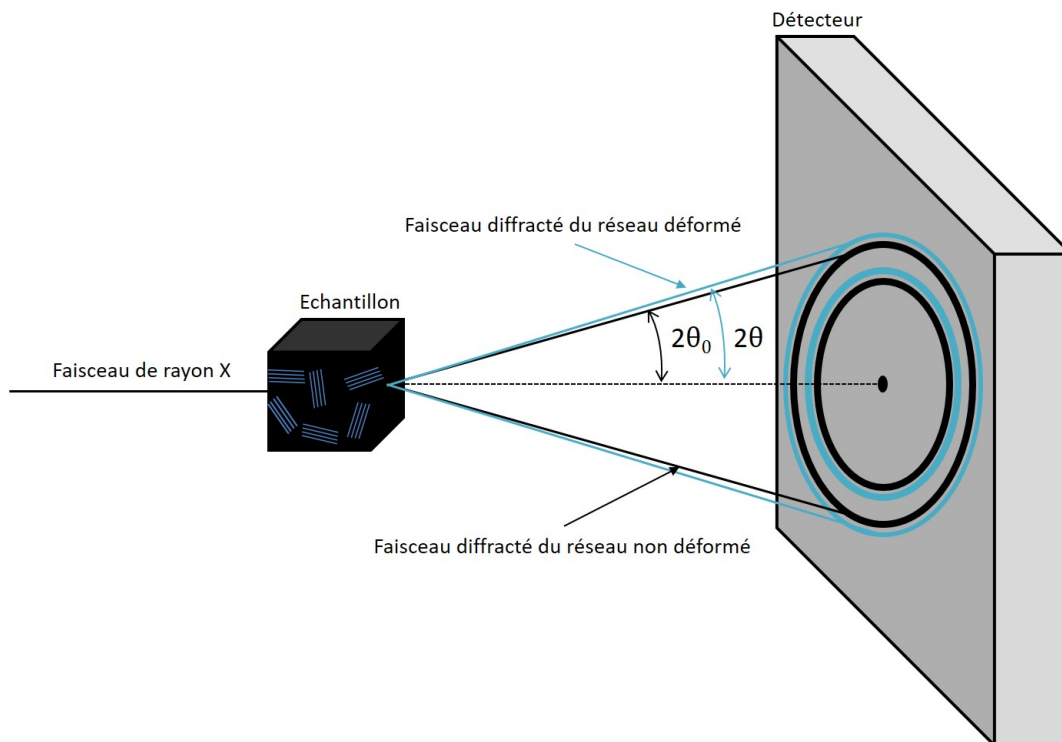


FIGURE 2.32 – Représentation schématique du principe de diffraction du faisceau rayon X sur un échantillon au synchrotron.

### Machine de fluage expérimentale

L'objectif de cette étude est de déterminer l'évolution des contraintes résiduelles le long du joint soudé au cours du fluage. Une machine de fluage, conçue spécialement pour les essais *in situ* synchrotron, a été utilisée (Figure 2.33).

Cette dernière a été conçue avec des matériaux peu absorbants (aluminium et carbone) pour ne pas influencer le rayonnement synchrotron. Elle est équipée de :

- d'un four céramique à effet Joule, pouvant aller jusqu'à 1200 °C,
- d'une cellule de force d'une capacité maximale de 5 kN,
- d'un environnement sous vide ( $10^{-4}$  Pa).

Les deux capots amovibles du four sont composés chacun de deux résistors en carbone graphite.

Cette machine a été initialement conçue pour recevoir des échantillons de petite dimension, avec une hauteur de four d'environ 70 mm. Les échantillons utilisés dans cette étude mesurent 120 mm avec une zone utile de 50 mm. Seule la zone utile peut être placée dans le four. Pour la conduite des essais de fluage, trois thermocouples ont été soudés sur l'échantillon afin de pouvoir améliorer le gradient de température. Ce gradient est principalement dû à la convection le long des mors. Lors d'un précédent projet, le profil de température le long d'un échantillon a été mesuré dans le four, montrant que plus l'éloignement du centre du four est important, plus le gradient est important, (Figure 2.34). À la fin des essais, le four est refroidi via une circulation d'eau froide.

Les éprouvettes sont placées entre deux mors, situés en dehors du four. Le mors du haut se déplace grâce à un moteur pas à pas, pour faire de la traction ou de la compression. Le système, équipé d'une cellule de charge de 5 kN et de deux capteurs de déformations LVDT (*Linear Variable Differential Transformer*) permet de mesurer, respectivement, la force à laquelle est soumis l'échantillon ainsi que son allongement.

Pour éviter l'oxydation de la machine, cette dernière fonctionne avec un vide secondaire dans la chambre.

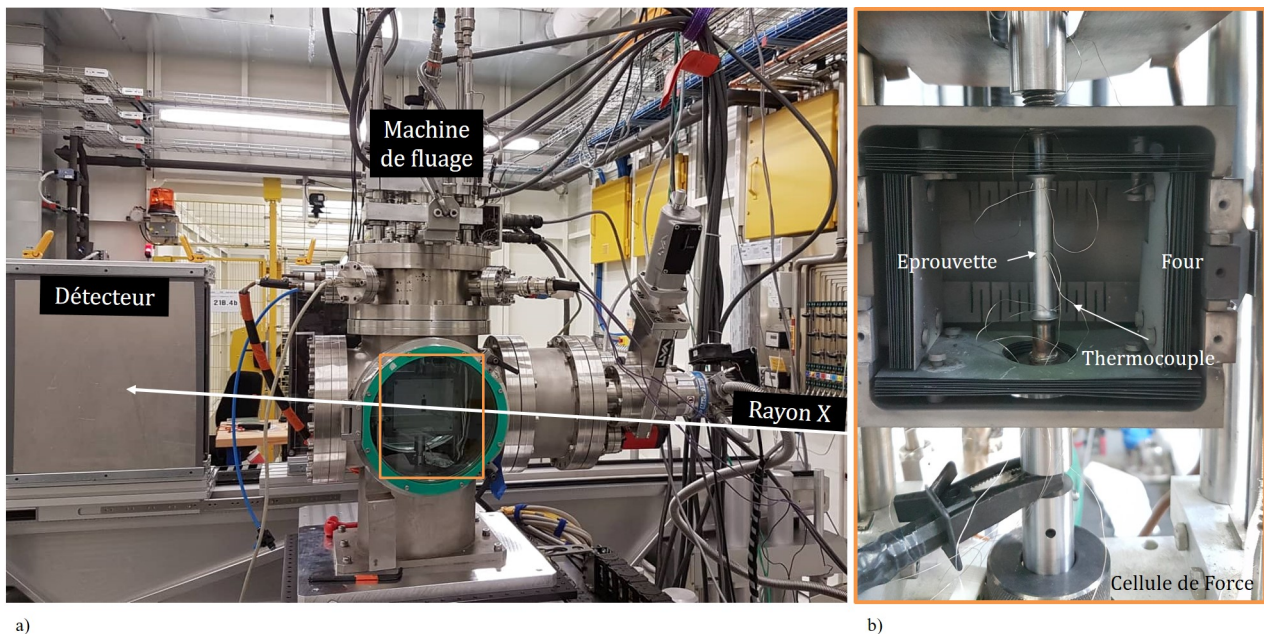


FIGURE 2.33 – a) Photographie de la machine de fluage *in situ* sur la ligne P21 au synchrotron de Desy (Allemagne), avec la schématisation du parcours du faisceau de rayon X, b) photographie du four de la machine de fluage, montrant l'échantillon aux quels sont soudés des thermocouples.



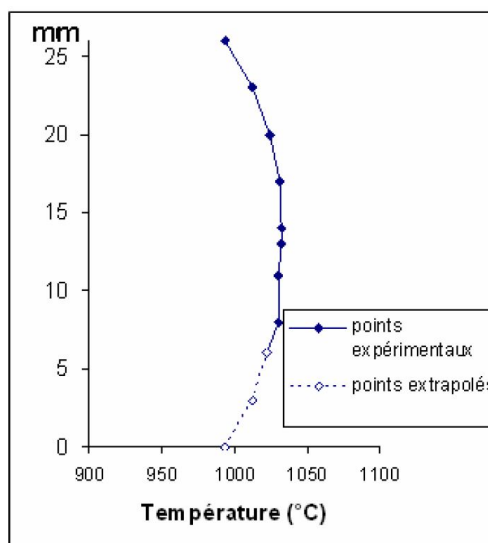


FIGURE 2.34 – Profil de température sur la hauteur d'une éprouvette au cours d'un essai de fluage *in situ*, (Dirand, 2011).

#### Essais synchrotron sur la ligne P21 Desy (Hambourg)

Les essais *in situ* ont été réalisés sur la nouvelle ligne P21 de PETRA III au synchrotron de Desy à Hambourg (Allemagne). Le synchrotron, délivrant des photons des fortes énergies, permet d'augmenter la profondeur de pénétration. La ligne P21 fournit des photons d'énergies comprises entre 40 et 150 keV. L'énergie des photons est liée à la longueur d'onde par la relation de Planck :

$$\lambda = \frac{h \cdot c}{E} \quad (2.11)$$

avec,

- $h$  : la constante de Planck,
- $c$  : la vitesse de la lumière,
- $\lambda$  : la longueur d'onde en Ångström
- $E$  : l'énergie des photons en keV.

Nous avons utilisé une énergie de  $89.59 \text{ keV} \pm 0.01 \text{ keV}$  et une distance éprouvette/détecteur de  $916,47 \text{ mm} \pm 0,19 \text{ mm}$ . La longueur d'onde correspondant à l'énergie utilisée est d'environ  $0.1384 \text{ \AA}$ . Le détecteur employé pour les essais était de type Perkin-Elmer de  $2048 \times 2048$  pixels, avec une taille de pixel de  $150 \times 150 \mu\text{m}$ . La taille du faisceau incident a été fixée à  $200 \mu\text{m}$  (horizontal) par  $400 \mu\text{m}$  (vertical). Une poudre d'hexaborure de lanthane (LaB6), dépourvu de contrainte et dont les caractéristiques cristallographiques sont parfaitement connues, a été utilisé pour la calibration du centre des anneaux de diffraction.

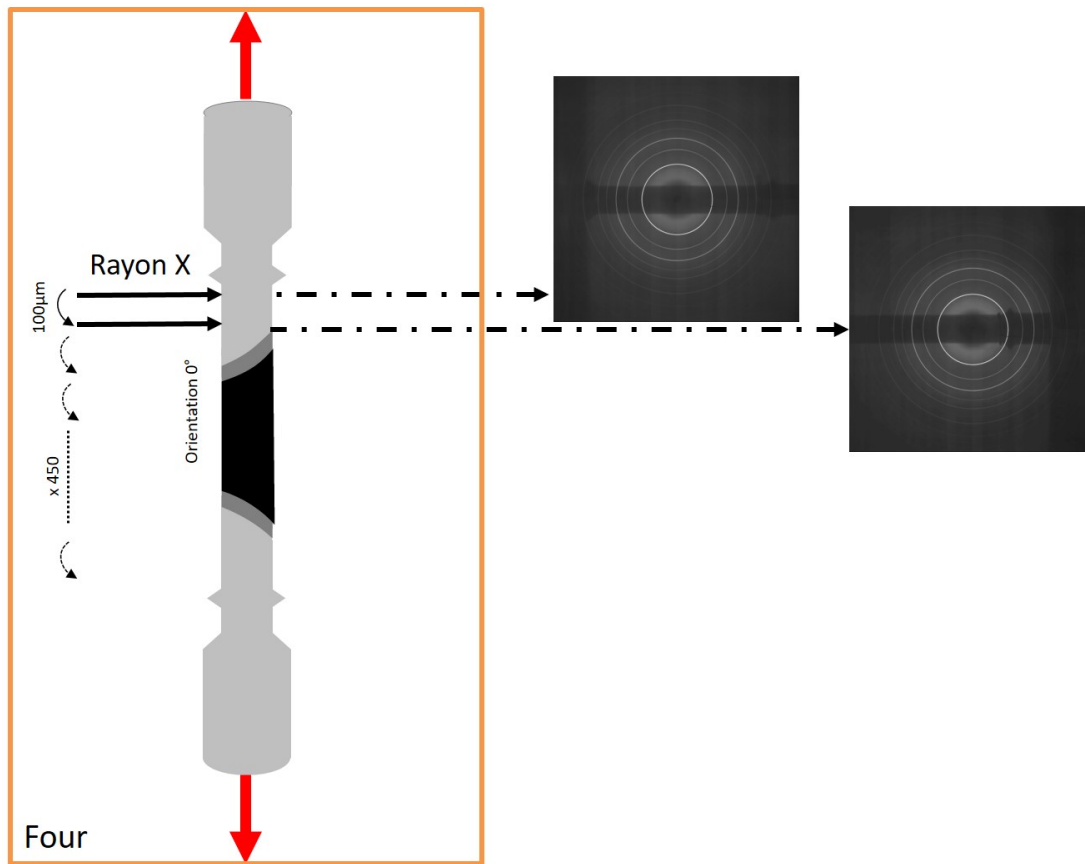


FIGURE 2.35 – Représentation schématique des mesures DRX au synchrotron sur les éprouvettes d'essai.

Pour déterminer les contraintes résiduelles, nous avons remis les éprouvettes, préalablement fluées, en condition de fluage à  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  et  $100\text{ MPa}$ , via la machine de fluage. Une série de mesures DRX a été réalisée, tous les  $100\text{ }\mu\text{m}$ , le long du joint soudé en partant du métal de base, (principe schématisé sur la Figure 2.35). L'opération de mesures a été conduite dans deux directions de l'échantillon,  $0^{\circ}$  et  $90^{\circ}$ , pour pouvoir déterminer plusieurs composants du tenseur des contraintes, qui seront présentés dans le Chapitre 4.

À la suite des essais *in situ*, les résultats de mesures DRX ont été dépouillé via le logiciel de dépouillement PyFai. Après une première étape de calibration de anneaux de diffraction, les images de diffraction ont été découpées en 90 secteurs afin de pouvoir mesurer, de manière précise, les variations angulaires  $2\theta$  des pics de diffraction déformés. Le logiciel PyFai a permis de transformer les images de diffraction en 90 tableurs donnant l'intensité en fonction de l'angle de diffraction  $2\theta$ .

Quatre-vingt-dix diffractogrammes ont été obtenus par position et pour chaque échantillon (un exemple est illustré sur la Figure 2.37).

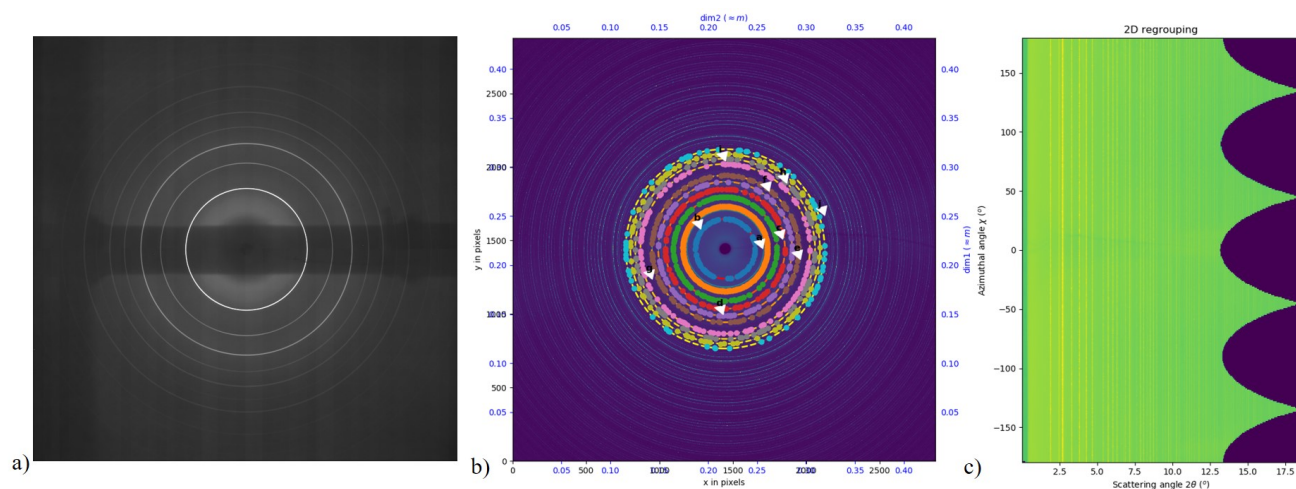


FIGURE 2.36 – a) Cliché de diffraction d’une mesure sur l’échantillon de référence illustrant les anneaux de diffraction, b) calibration des anneaux de diffraction avec le logiciel PyFai avec le calibrant  $LaB_6$ , c) représentation du cliché de diffraction en 2D.

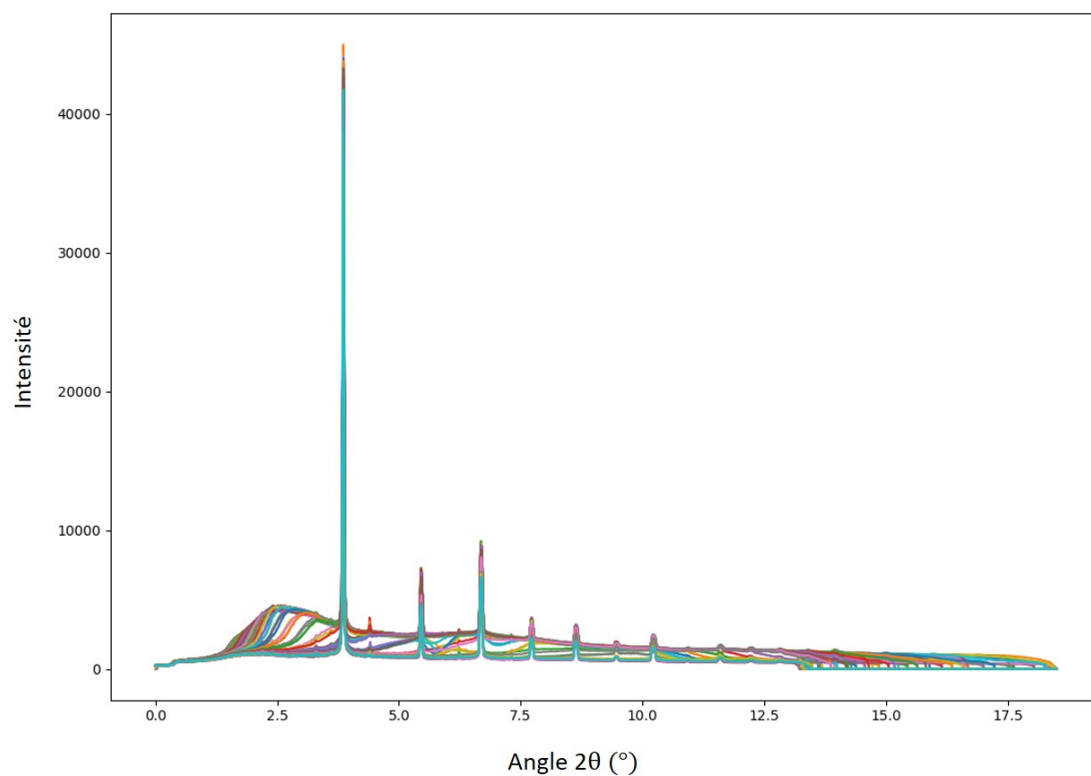


FIGURE 2.37 – Diffractogramme de l’intensité en fonction de l’angle de diffraction de Bragg,  $2\theta$ , représentant les 90 secteurs des anneaux de diffraction, pour une position donnée sur le joint soudé de l’échantillon de référence.

---

## Synthèse Chapitre 2

---

Les soudures, sur les plaques de Grade 91, ont été réalisées à L'Institut de soudure avec le procédé TIG, multipasses.

Un traitement de détensionnement a été appliqué à la suite du procédé pour relaxer les contraintes dues au soudage.

Les échantillons ont été usinés pour avoir un joint soudé au centre de la zone utile (suivi de l'endommagement en fluage) et un deuxième joint dans la tête d'amarrage (suivi du vieillissement thermique).

Le choix des paramètres de fluage, après une étude bibliographique, s'est porté sur la température de 600 °C et une contrainte de 100 MPa.

L'objectif est d'avoir une rupture de type IV, c'est-à-dire dans la ZAT, proche du métal de base, parallèle à la ligne de fusion.

Pour pouvoir suivre l'endommagement en fluage, nous avons mis en place des essais interrompus à différents stades de fluage.

Un protocole d'analyse a été mis en place, incluant diverses techniques de caractérisation, pour suivre l'évolution de l'endommagement sur les échantillons flués. Ces techniques ont été présentées dans cette partie.





# Chapitre 3 : Caractérisation du joint soudé en Grade 91

*L'objectif dans ce chapitre est de caractériser le plus finement possible l'état de référence du matériau du projet, comprenant le métal de base et le joint soudé. Cette étude permettra d'évaluer les évolutions microstructurales et mécaniques durant le fluage. En effet, comme il a été rapporté par certains auteurs (cf. Chapitre 1), la microstructure du joint soudé est tributaire des procédés de fabrication mis en jeu. L'état de référence ainsi que le joint soudé ont fait l'objet de caractérisations microstructurales et mécaniques mettant en œuvre des techniques idoines telles que les microscopies électroniques à balayage et en transmission, des électrons transmis (SAED) et rétrodiffusés (EBSD) ainsi que la diffraction des rayons X (XRD). La résistance mécanique a, quant-à-elle, été évaluée par des essais de microdureté.*

## Sommaire

---

<b>3.1</b>	<b>Caractérisation du métal de base . . . . .</b>	<b>90</b>
3.1.1	Caractérisation cristallographique . . . . .	90
3.1.2	Caractérisation microstructurale . . . . .	91
3.1.3	Caractérisation de la sous-structure . . . . .	93
3.1.4	Étude de la précipitation . . . . .	95
<b>3.2</b>	<b>Caractérisation du joint soudé . . . . .</b>	<b>101</b>
3.2.1	Caractéristique de la microstructure . . . . .	101
3.2.2	Analyse statistique de la précipitation . . . . .	108
3.2.3	Micro-dureté . . . . .	111

---

### 3.1 Caractérisation du métal de base

#### 3.1.1 Caractérisation cristallographique

La technique de diffraction des rayons X (DRX) a été utilisée pour la caractérisation structurale du métal de base, dans son état brut de livraison. Une seule phase cristalline a été identifiée. Il s'agit de la matrice martensitique, de structure quadratique centrée et appartenant au groupe spatial :  $I\frac{4}{m}mm$  ( $I\frac{4}{m}\frac{2}{m}\frac{2}{m}$  pour sa notation complète). Les paramètres de maille ainsi déterminés sont :  $a = 2,869\text{Å}$  et  $c = 2,877\text{Å}$  avec  $\frac{c}{a} = 1,003$ .

Le caractère quadratique a également été mis en évidence par diffraction électronique au microscope électronique par transmission (MET). En effet, les réflexions de type  $\langle 110 \rangle$  obtenues suivant l'axe de zone  $[111]$  ne sont pas toutes à la même distance (cercle rouge sur la Figure 3.1 c). Néanmoins, cette quadraticité ( $\frac{c}{a} = 1,003$ ) est très faible à cause des traitements thermiques de revenu qui, du fait de la diffusion atomique, ont permis d'assimiler la matrice de base à une structure cubique centrée, plus stable. Les paramètres de mailles ont été mesurés en considérant cette structure cubique centrée, pour un paramètre de maille  $a$ , compris entre 2.80 et 2.973 Å. La précision est beaucoup moins importante avec cette technique, néanmoins elle permet de confirmer l'ordre de grandeur.

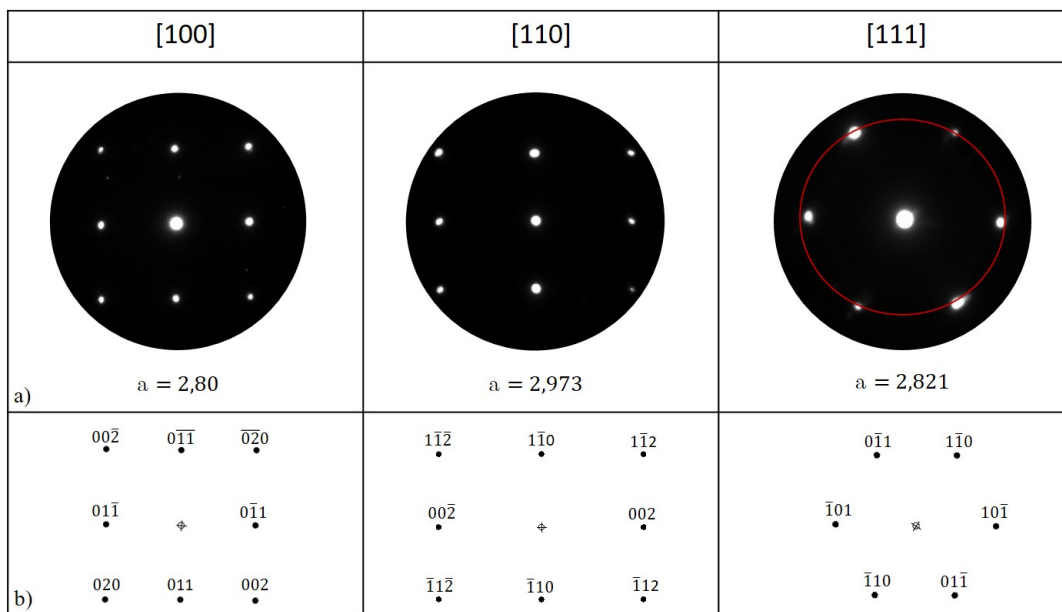


FIGURE 3.1 – a) Clichés de diffraction obtenus, en microscopie électronique par transmission (MET), en mode sélection d'aire (SAED), à partir de la matrice du métal de base, suivant les trois axes de zone primaires  $[100]$ ,  $[110]$  et  $[111]$ . b) Simulation des axes de zone  $[100]$ ,  $[110]$  et  $[111]$  à l'aide du logiciel Carine©.



### 3.1.2 Caractérisation microstructurale

#### 3.1.2.1 Analyses métallographiques

Le Grade 91 brut de livraison a été observé de façon globale au microscope optique. La présence de nombreux précipités aux joints de grains et de sous-grains permet d'observer la microstructure martensitique et de mettre en exergue les anciens grains austénitiques (Figure 3.2). La Figure 3.2 b est une micrographie optique à fort grandissement qui permet de deviner la présence des joints des anciens grains austénitiques, des paquets et des blocs. Ces analyses confirment bien le caractère martensitique du matériau avec sa structure complexe et homogène.

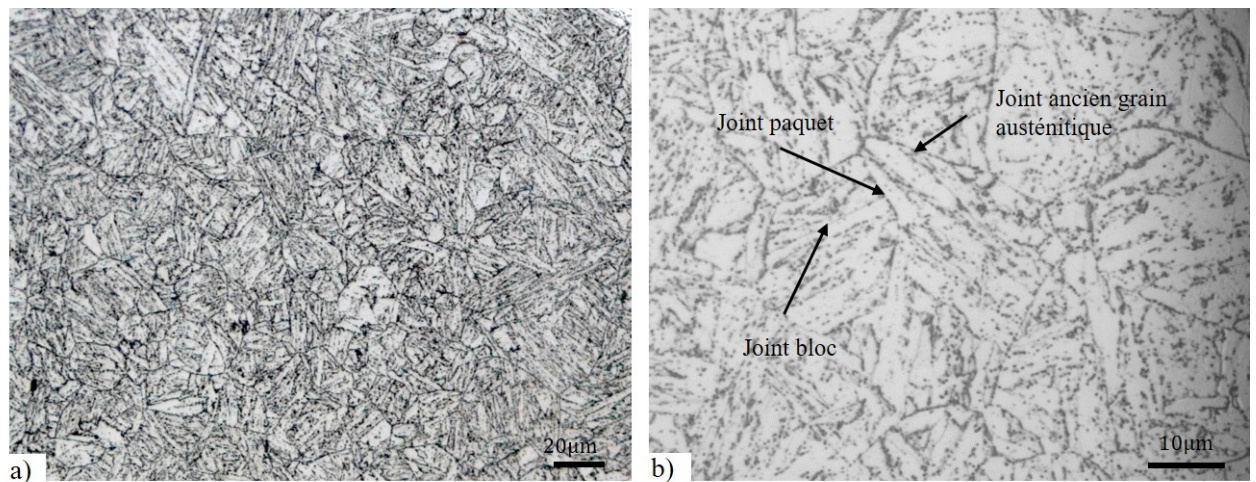


FIGURE 3.2 – Micrographies optiques du métal de base après polissage et attaque au réactif Vilella, a) à faible grandissement et b) centrée sur un grain.

#### 3.1.2.2 Analyses EBSD

Afin de pouvoir caractériser l'organisation de la microstructure du Grade 91 en anciens grains austénitiques, paquets et blocs, il est nécessaire de réaliser une reconstruction des anciens grains austénitiques. Ce procédé a été possible grâce au logiciel de calcul Merengue 2, développé au Laboratoire d'Etudes des Microstructures et de Mécaniques des Matériaux à Metz (LEM3), qui permet de reconstruire la micro-texture austénitique (phase mère) depuis la microstructure martensitique (phase fille) grâce aux relations d'orientation entre ces deux phases. La Figure 3.3 illustre le résultat de cette reconstruction, mettant en évidence la phase mère (Figure 3.3 a), avec les anciens grains austénitiques ainsi que des macles thermiques (dont les interfaces apparaissent en rouge) et la phase fille (Figure 3.3 b). Les joints des anciens grains austénitiques, les paquets, les blocs, et les sous-grains apparaissent respectivement, en bleu, rouge, noir et blanc. Sur la Figure 3.3 a, les couleurs sont affectées aux grains en fonction de leurs orientations respectives. Sur cette cartographie, la taille des anciens grains austénitiques s'étale entre 10 et 60 µm avec une moyenne de 35 µm. Ces valeurs sont corroborées par celles obtenues dans la littérature, rapportant des grains de taille moyenne de 50 µm, (Cerjak and Mayr, 2008 ; Wang *et al.*, 2016).

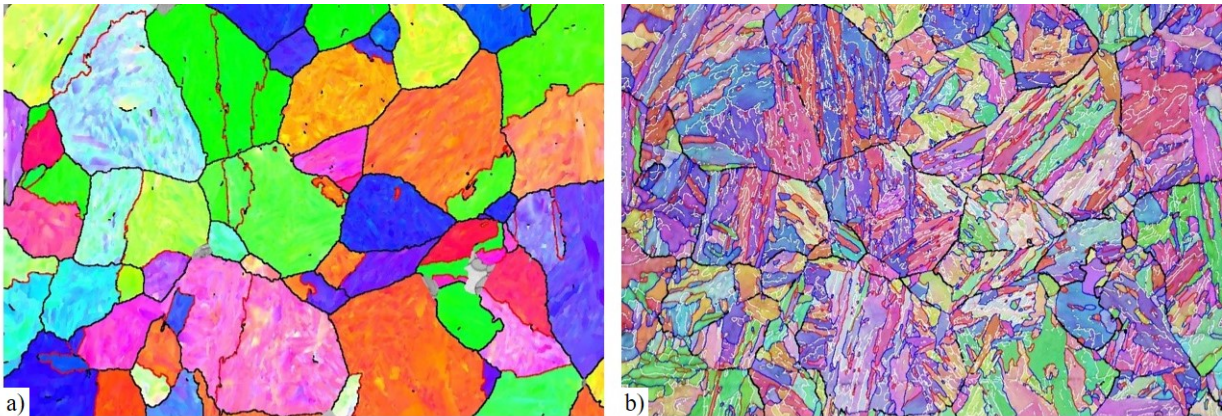


FIGURE 3.3 – Cartographies EBSD en figure de pôle inverse reconstruites avec le logiciel Meringue 2©, illustrant a) les anciens grains austénitiques, b) les joints des anciens grains austénitiques en noir, les paquets en bleu, les blocs en rouge et les lattes en blanc.

La Figure 3.4 présente une cartographie sans reconstruction qui met en évidence la désorientation des joints de grains du métal de base. Les Figures 3.4 a et b illustrent, respectivement, l’histogramme de désorientation angulaire et leur projection dans le triangle standard de la structure cubique centrée.

Sur la courbe fréquence versus désorientation, deux pics principaux peuvent être relevés : le premier situé aux basses désorientations ( $5^\circ - 10^\circ$ , en bleu) le deuxième aux fortes désorientations ( $47 - 63^\circ$ , en rouge), correspondant, respectivement, aux joints de sous-blocs et joints de blocs. Ces pics, caractéristiques des relations d’orientation au sein d’une structure martensitique sont, théoriquement, situés, d’après les orientations Kurdjumov-Sachs (K-S), à  $10.5^\circ$ ,  $49.5^\circ$  et  $60^\circ$  autour de l’axe  $\langle 111 \rangle_\gamma$  (cf. chapitre 1, paragraphe 1.1.3.). Entre les deux pics, un fond continu ( $10^\circ - 47^\circ$ , en noir), correspondrait à la distribution aléatoire des anciens joints de grains austénitiques.

En pratique, les pics ne sont pas strictement à ces positions théoriques, car leurs positions dépendraient du matériau et de la façon dont les variants s’organisent pour minimiser l’énergie élastique. Morito, (Morito *et al.*, 2006), relève une déviation angulaire de  $4$  à  $5^\circ$  pour les pics qui sont situés à  $50^\circ$  et  $60^\circ$  pour des aciers.

Le pic apparaissant aux faibles désorientations ( $< 10^\circ$ ) est difficile à analyser car son apparition sur le spectre dépend également des sous-joints, des dislocations, de la distorsion du réseau et du fond continu. Pour de faibles désorientations, la résolution outils et angulaire possède également une forte influence sur les données, (Morito *et al.*, 2006).

La Figure 3.4 b, illustre une projection de la désorientation sur les axes de rotation placés dans le triangle standard  $\langle 001 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$ . L’analyse de ces projections montre que les joints de blocs ( $> 47^\circ$ ) ne sont pas exclusivement autour de l’axe  $\langle 111 \rangle_\gamma$ . Cette déviation angulaire peut s’expliquer par la présence de contraintes locales lors de la formation de la martensite ou par l’évolution de la microstructure après sa transformation, induite, dans ce cas, par le procédé de soudage et le traitement de revenu, (Ben Haj Slama, 2018).

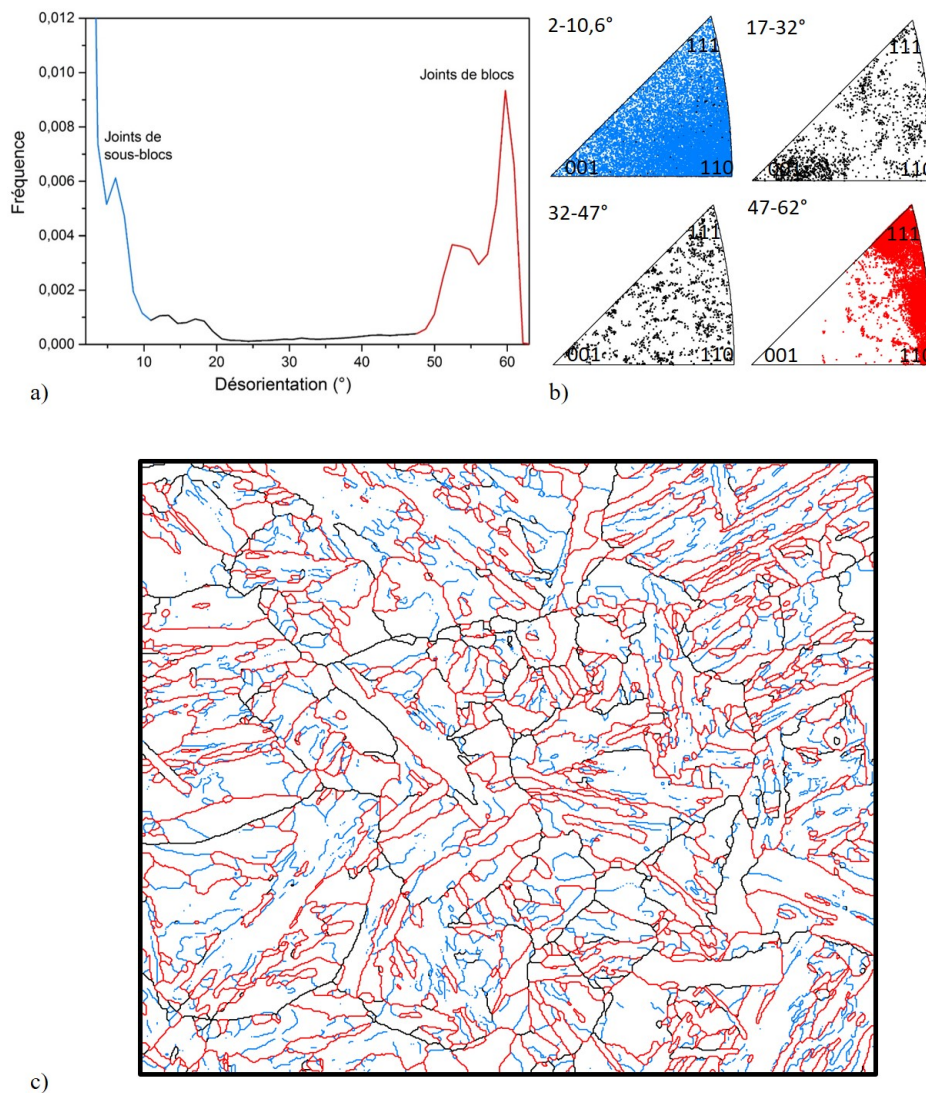


FIGURE 3.4 – Analyse de la désorientation sur une cartographie EBSD du métal de base. a) Diagramme donnant la fréquence des désorientations sur trois plages caractéristiques : 3 °-10 ° en bleu, 10 ° - 47 ° en noir et 47 ° - 62 ° en rouge, correspondant, respectivement, aux joints de bloc, aux anciens joints de grains austénitiques et aux joints de blocs. b) Projection de la désorientation sur les axes de rotation placés dans le triangle standard  $\langle 001 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$ , c) Cartographie de la microstructure avec la représentation des joints suivant les critères de désorientation.

### 3.1.3 Caractérisation de la sous-structure

La transformation martensitique est une transformation displacive qui crée de fortes contraintes internes. Pour accommoder ces contraintes, une forte densité de dislocations est produite et qui diminue relativement après le revenu. La densité de dislocations après revenu est de l'ordre de  $10^{14} m^{-2}$  (les valeurs variant de  $1 \cdot 10^{14}$  à  $9 \cdot 10^{14}$  suivant les auteurs (Panait, Zielinska-Lipiec *et al.*, 2010 ; Ennis, Zielinska-Lipiec et Czyska-Filemonowicz, 2000 ; Ennis et Czyska-Filemonowicz,

2003 ; Vivier, 2009 ; Fournier 2007).

Le logiciel ATEX©, (Analysis Tools for Electron and X-ray diffraction), permet de déterminer la densité de dislocations GND (*Geometrically Necessary Dislocation*), (*cf.* Chapitre 2 paragraphe 2.3.3). Pour le métal de base, la densité de dislocations mesurée en EBSD s'élève à  $2,43,10^{14} m^{-2}$ . Néanmoins, le pas de mesure des cartographies EBSD étant de 200nm, cette détermination des GND reste approximative. La cartographie EBSD du métal de base, (Figure 3.5) indique une localisation des dislocations qui semblent être au niveau des sous-joints, formant une sous-structure.

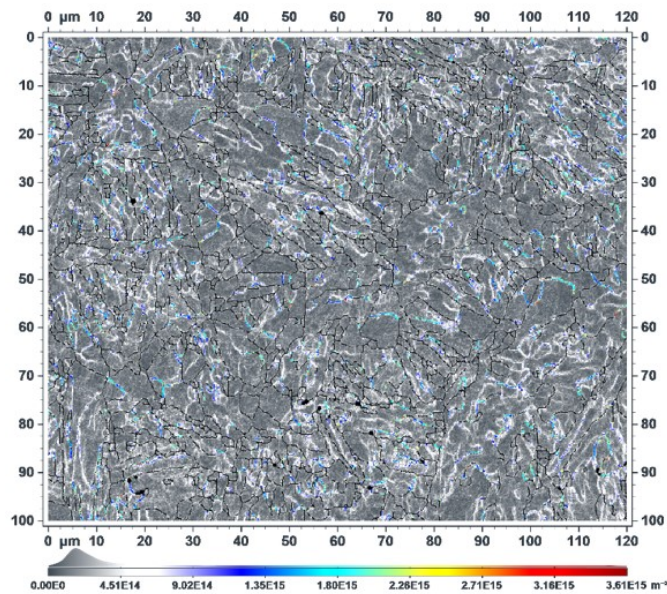


FIGURE 3.5 – Cartographie EBSD du métal de base représentant la localisation et la densité de dislocations GND, en superposition d'après le logiciel ATEX©.

L'analyse au MET, sur des lames FIB et des lames électrolytiques, a permis de caractériser la microstructure à une échelle assez fine, notamment au niveau de l'organisation des dislocations (sous-structures) et de leur interaction avec les précipités (Figures 3.6 et 3.7). Ces images MET localisent la majorité des dislocations vers les joints de grains et de sous-grains. Elles montrent également l'organisation des dislocations qui forment des sous-joints et des cellules (Figures 3.6 et 3.7 a). Les dislocations sont en interaction avec des précipités de différentes tailles (carbures, voire des carbo-nitrides). Ces derniers décoorent les joints de grains et de sous-grains, (Figure 3.7 a) et servent d'ancrage aux dislocations, (Figure 3.7 b), assurant la stabilité de la microstructure du matériau.

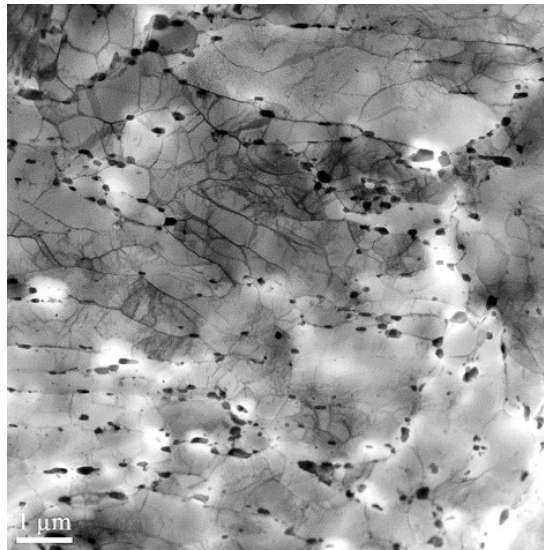


FIGURE 3.6 – Image en champ clair (*Bright Field*) obtenue en STEM, montrant la microstructure du métal de base, brut de livraison : les sous-joints sont décorés par des précipités, notamment des carbures, voire des carbo-nitrures.

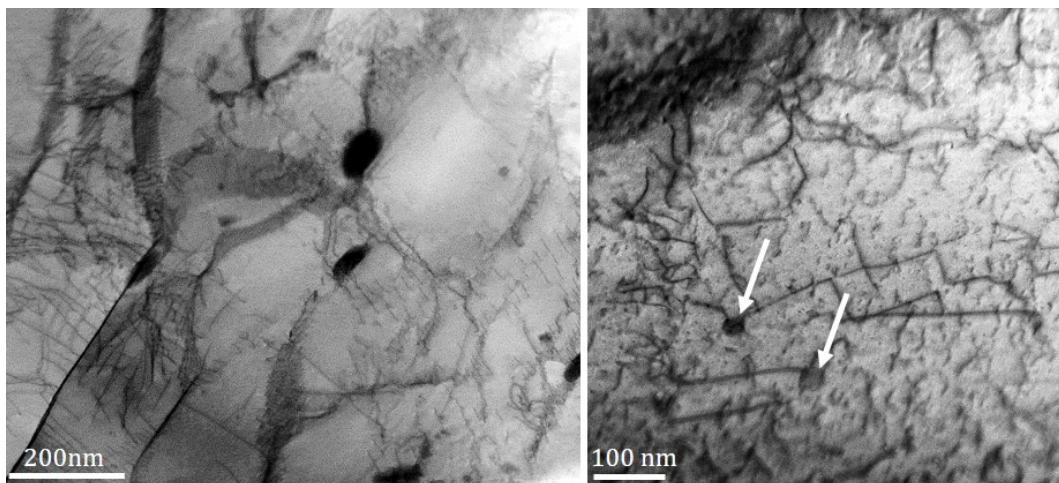


FIGURE 3.7 – Images en champ clair (*Bright Field*), obtenues en STEM, mettant en évidence l'organisation des dislocations. a) Mise en évidence de l'interaction entre les précipités et les joints et sous joints de grains d'une part et les dislocations, organisées en cellules, d'autre part. b) Mise en exergue de l'ancrage de dislocations par des précipités.

### 3.1.4 Étude de la précipitation

Le Grade 91 possède une fraction importante de précipités. Cette partie a pour objectif de vérifier la présence des précipités, présentés dans la partie bibliographie (*cf.* Chapitre 1 paragraphe 1.1.4.) et de les caractériser de façon très précise afin de pouvoir mesurer les évolutions durant le fluage. Néanmoins, comme il a été précisé dans le Chapitre 2, la technique des répliques extractives en carbone ne permet pas d'évaluer la densité des précipités.

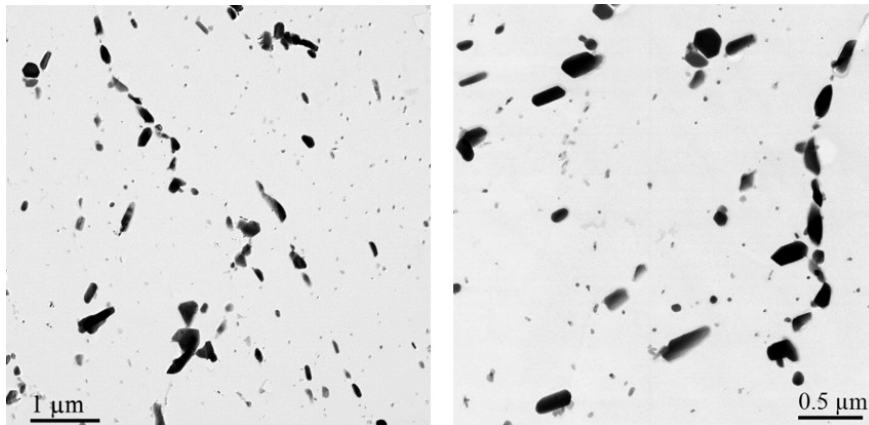


FIGURE 3.8 – Micrographies en champ clair, (*Bright Field*), obtenues au MET à partir de répliques extractives en carbone, montrant l'état de précipitation dans l'acier Grade 91 dans son état brut de livraison.

Les précipités ont été caractérisés au MET sur des répliques extractives de carbone, illustrés sur la Figure 3.8. Une cartographie EDS en MET (Figure 3.9) a permis de mettre en évidence la composition chimique de ces précipités, en se focalisant uniquement sur les éléments carburigènes (Cr, Nb, V, Mo et Fe). Ainsi, le Grade 91 possède deux familles de précipités, les carbures  $M_{23}C_6$  et les carbonitrides MX, avec des Nb(C, N) et des V(C, N). Les gros précipités  $M_{23}C_6$  décorent les joints de grains et les petits précipités MX majoritaires sont essentiellement intragranulaires. Leurs compositions chimiques moyennes ont été mesurées sur quelques précipités et sont reportées dans le Tableau 3.1.

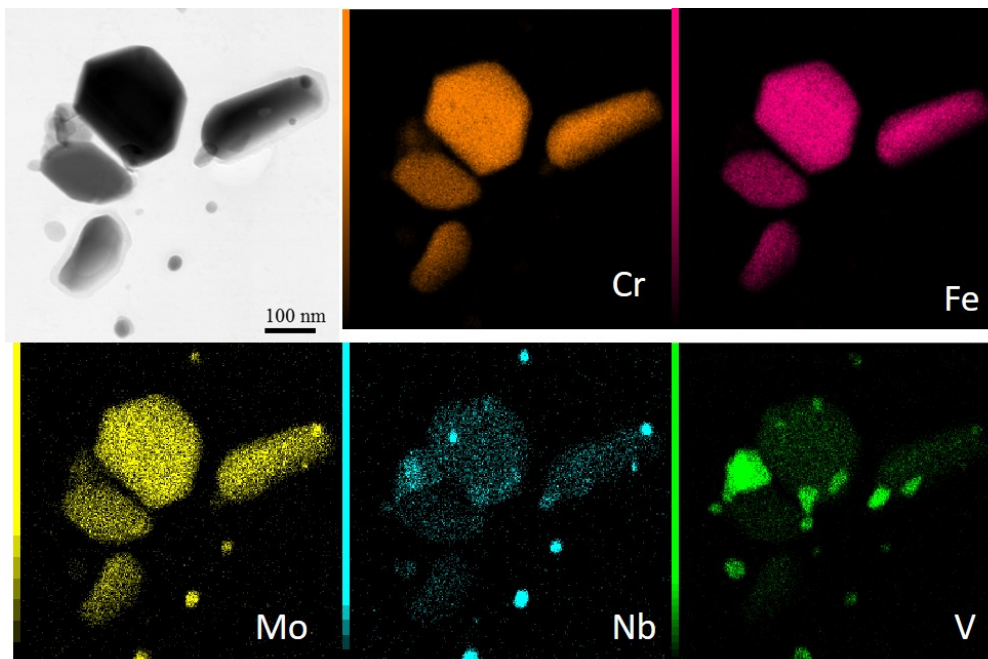


FIGURE 3.9 – Cartographies EDS au MET, d'un ensemble de précipités sur une réplique extractive en carbone, focalisée sur les éléments carburigènes (Cr, Fe, Mo, Nb, V).

TABLE 3.1 – Composition chimique (%at.) des précipités  $M_{23}C_6$  et MX réalisée en EDS sur MET.

Précipités	Cr	Fe	Mo	V	Nb	N	Si
$M_{23}C_6$	58,8	29,1	3,0	1,1	0,04	7,0	1,1
Dispersion	55,2-61,8	25,9-33,0	2,8-3,3	0,4-3,8	0-0,3	1,6-13,2	0,2-2,8
<b>V(N)</b>	7,2	0,6	0,3	29,8	3,2	51,6	7,3
Dispersion	4,4-10,0	0,5-0,8	0,2-0,5	23,3-44,4	2,1-6,4	38,2-61,3	1,3-25,8
<b>Nb(C)</b>	3,8	1,0	0,3	15,8	53,8	21,4	4,0
Dispersion	2,1-5,0	0,8-1,5	0,1-0,5	11,6-18,7	43,3-64,9	17,0-27,9	0,8-6,2
<b>Nb(N)</b>	3,5	1,1	0,4	6,5	38,3	46,9	3,4
Dispersion	1,9-5,1	1,0-1,2	0,2-0,6	5,4-7,6	35,1-41,4	42,3-51,5	1,9-5,0

Les trois familles de précipités  $M_{23}C_6$ , V(C, N) et Nb(C, N) cristallisent toutes les trois dans des structures cubiques à faces centrées et appartiennent toutes au groupe spatial  $F_{\frac{4}{m}}^{\frac{4}{m}}\frac{3}{m}^{\frac{2}{m}}$ . Se basant sur leurs structures cristallographiques respectives  $F_{\frac{4}{m}}^{\frac{4}{m}}\frac{3}{m}^{\frac{2}{m}}$ , les clichés de diffraction obtenus, en mode SAED, suivant les axes de zones primaires [001], [110] et [111] ont permis d'identifier les structures cristallographiques ainsi que les paramètres de maille des différents précipités. Les paramètres de maille déduits des clichés de diffraction sont reportés dans la Figure 3.10.

Le paramètre de maille des carbures  $M_{23}C_6$  est estimé à 10,77Å (Figure 3.10 a). Klueh avance un paramètre de maille de 10,66Å (Chapitre 1, paragraphe 1.1.4; Klueh and Harries, 2001). Les MX possèdent des paramètres de maille de 4,43Å pour les Nb(C, N) et de  $4,15 \pm 0,07$ Å pour les V(C, N), (Figure 3.10 a). Klueh a mesuré un paramètre de maille pour les MX compris entre 4,44Å et 4,47Å (Klueh and Harries, 2001).

L'analyse EDS a permis d'évaluer la composition chimique des différentes familles de précipités en tenant compte des principaux éléments (Cr, Fe, Mo, V, Nb, N, Si). Le Tableau 3.1 répertorie la moyenne de la teneur en élément en % atomique des différents précipités ainsi que la dispersion, c'est à dire le minimum et le maximum de la teneur mesurée sur l'étude. D'après cette étude, la distinction entre les Nb(N) et les Nb(C) est visible, avec une teneur plus importante en niobium pour les Nb(C) et en azote pour les Nb(N). En effet, la mesure quantitative du carbone étant difficile en EDS, cet élément n'a pas été pris en compte dans l'analyse de composition chimique, faussant les mesures des précipités à base carbone.

Seuls les précipités V(N) ont été détectés dans le métal de base.

Le mode STEM haute résolution au MET permet de réaliser des projections de la structure suivant des directions particulières donnant accès simultanément aux positions atomiques et chimique. La visualisation des défauts cristallins (dislocations, défauts plans, macles, *etc.*) est également possible avec ce mode d'acquisition.

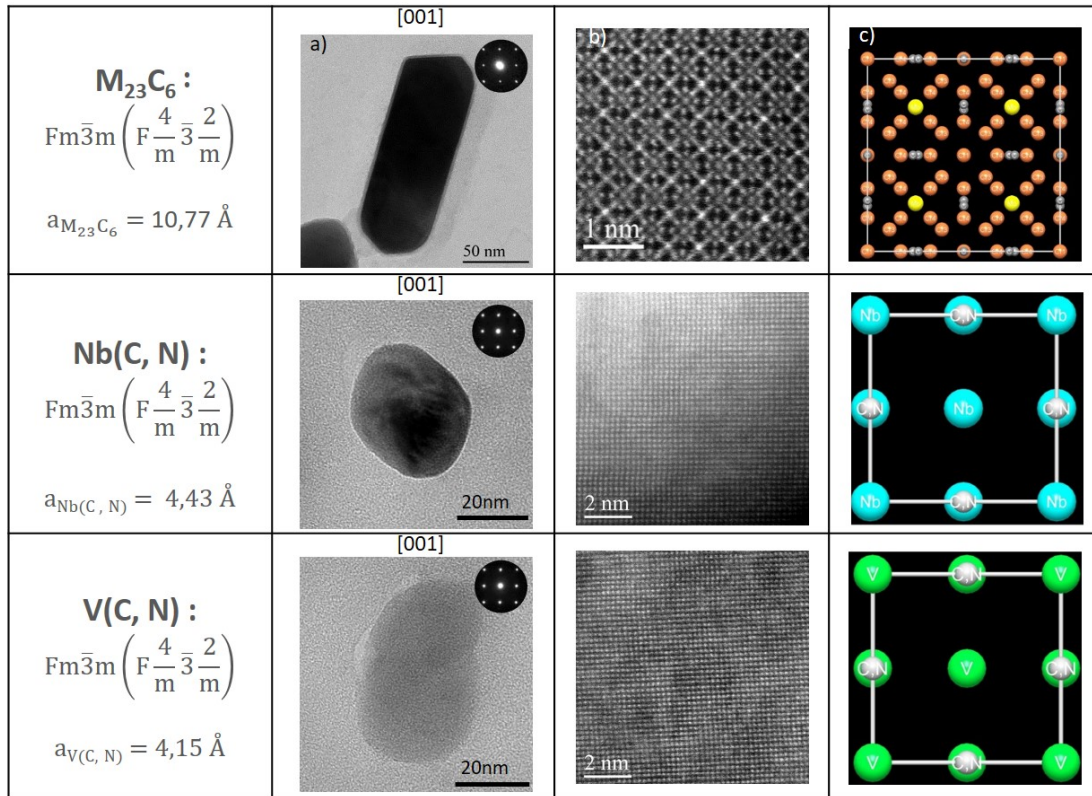


FIGURE 3.10 – Analyse MET des précipités  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ ,  $\text{Nb}(\text{C}, \text{N})$  et  $\text{V}(\text{C}, \text{N})$  orientés suivant l'axe de zone  $[001]$ . a) Image HRTEM, b) Image HAADF en mode STEM, c) Simulation avec le logiciel Vesta© de la position des atomes. Les atomes de Mo, Cr, Nb et V apparaissent respectivement en jaune, orange, bleu et vert.

Les images STEM-HAADF de la figure 3.10 b) possèdent un contraste qui est fonction du numéro atomique  $Z$  :  $I_{\text{HAADF}} \approx \rho \cdot t \cdot Z^{1,7}$ . Plus le numéro atomique est élevé et plus l'élément chimique apparaît clair sur l'image. Les précipités  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  sont composés majoritairement de trois éléments : le chrome, le fer et le molybdène (Tableau 3.1). Les atomes de chrome et de fer, possédant des numéros atomiques très proches (respectivement 24 et 26), apparaîtront donc avec quasiment la même intensité sur l'image HAADF. Par ailleurs, le molybdène, avec un numéro atomique  $Z=42$ , est suffisamment supérieur à celui du chrome et du fer pour apparaître plus clair sur les images. Il est ainsi possible de distinguer les colonnes atomiques possédant du molybdène, qui sont en accord avec les simulations données par le logiciel Vesta©.

Il en est de même pour les précipités MX qui sont composés majoritairement de deux éléments dont un lourd (vanadium ou niobium) et un léger (carbone ou azote). Les images HAADF,



(Figure 3.10 b), permettent de mettre en évidence les colonnes atomiques des éléments lourds qui sont également en accord avec les simulations Vesta©.

Les précipités MX de type III (*cf.* Chapitre 1) nommés V-Wings (pour les ailes en vanadium), sont relativement présents dans le métal de base, (Figure 3.11).

Une analyse en STEM et diffraction d'un V-Wings a permis de vérifier les caractéristiques du coeur et des ailes ainsi que les éventuelles relations d'orientation. La Figure 3.12 b présente les clichés de diffraction de différentes zones sur le précipité V-Wings. Le cliché de diffraction du coeur du V-Wings est orienté suivant l'axe de zone [110]. Dans ces conditions d'orientation, les clichés de diffraction des ailes du V-Wings sont également indexés suivant l'axe de zone [110]. Néanmoins sur le troisième cliché qui représente la diffraction de l'ensemble du précipité, il est possible de noter une désorientation des taches de diffraction des ailes par rapport à celles du coeur du V-Wings. Ainsi, les directions [110] du précipité Nb(C, N) et [110] des précipités V(C, N) sont parallèles avec une désorientation de 2° des plans de diffraction. Il s'établit une relation d'orientation entre les ailes et le coeur qui peut s'écrire ainsi :

$$\begin{aligned} (002)_{\text{coeur}} // (002)_{\text{ailes}} & \text{ à } 2^\circ, \\ (1\bar{1}1)_{\text{coeur}} // (1\bar{1}1)_{\text{ailes}} & \text{ à } 2^\circ, \\ (2\bar{2}0)_{\text{coeur}} // (2\bar{2}0)_{\text{ailes}} & \text{ à } 2^\circ. \end{aligned}$$

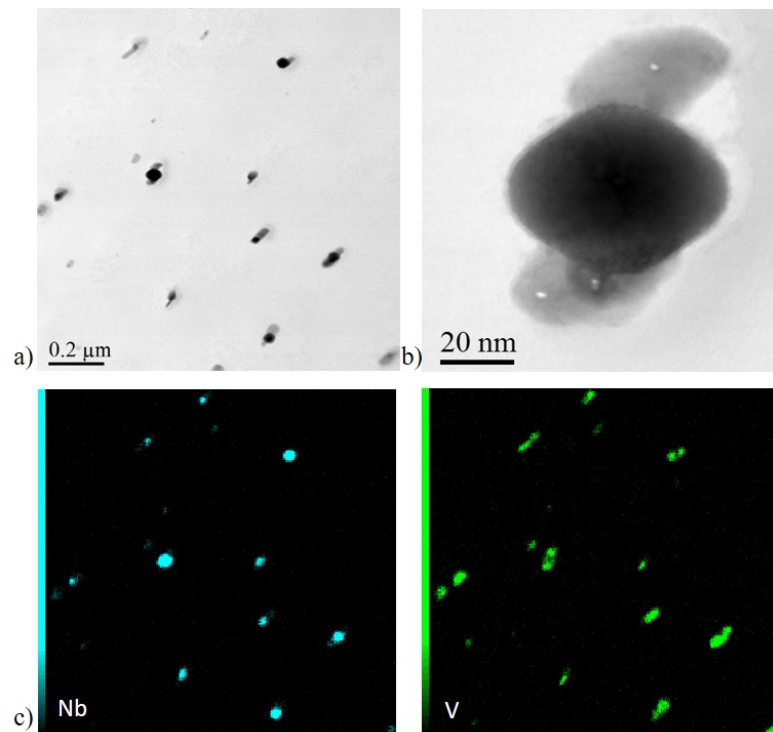


FIGURE 3.11 – Analyse des V-Wings sur des répliques extractives de carbone sur le Grade 91, a) vue globale de plusieurs V-Wings, b) agrandissement sur un V-Wings, c) cartographies EDS de niobium et vanadium de l'image a).

Ces relations ont été complétées par une analyse STEM confirmant la similitude d'orientation entre le coeur et les ailes des V-Wings, (Figure 3.12 c). En effet, sur les images STEM, il est possible de voir que les colonnes atomiques du coeur du précipité se prolongent sur les ailes du V-Wings, confirmant le mode de précipitation de V(C, N) sur les Nb(C, N).

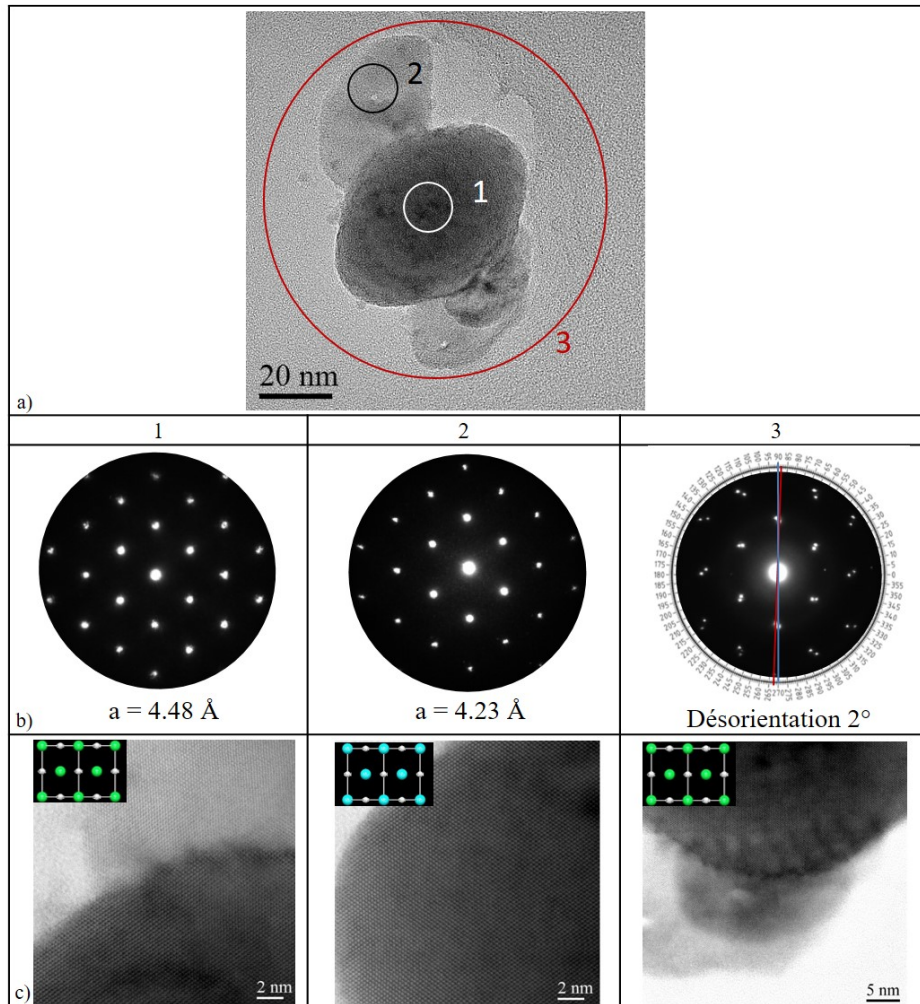


FIGURE 3.12 – a) Image MET en champ clair (Bright Field), b) Diffraction sur différentes particules du précipité V-Wings, c) Images champ clair en mode STEM réalisés sur les interfaces entre les ailes et le coeur du V-Wings associé à une simulation Vesta® de la localisation des éléments.

Une analyse statistique a permis de déterminer la taille des précipités, permettant par la suite de suivre leur évolution au cours du fluage. Les tailles des précipités ( $M_{23}C_6$ , V(C, N) et Nb(C, N)), ont été mesurées suite aux analyses EDS au MET sur les répliques extractives en carbone, (Cf. chapitre 2 paragraphe 2.3.4.) Les Figures 3.13 présentent l'analyse statistique de la taille des précipités. La Figure 3.13 a illustre les tailles moyennes associées aux premier et troisième quartiles pour les trois familles de précipités. La Figure 3.13 b montre les fréquences des diamètres pour chaque précipité. Cette analyse s'est portée sur 185 précipités  $M_{23}C_6$ , 550 V(C, N) et 60

Nb(C, N). Les précipités Nb(C, N) étant trop peu nombreux, ils ne seront plus utilisés dans la suite de l'étude.

D'après la Figure 3.13, les précipités se distinguent en deux catégories de taille. Les petits précipités, composés des V(C, N) et Nb(C, N), ont un diamètre moyen, respectivement, de 55 nm et 60 nm avec une faible dispersion en taille. Klueh a déterminé une taille des MX comprise entre 30 et 70 nm.

Les gros précipités  $M_{23}C_6$  ont un diamètre moyen de 187 nm et possèdent une dispersion de taille importante, avec un écart entre le premier et le troisième quartile de 86 nm. Klueh mesure des diamètres compris entre 50 et 200 nm, (Klueh and Harries, 2001).

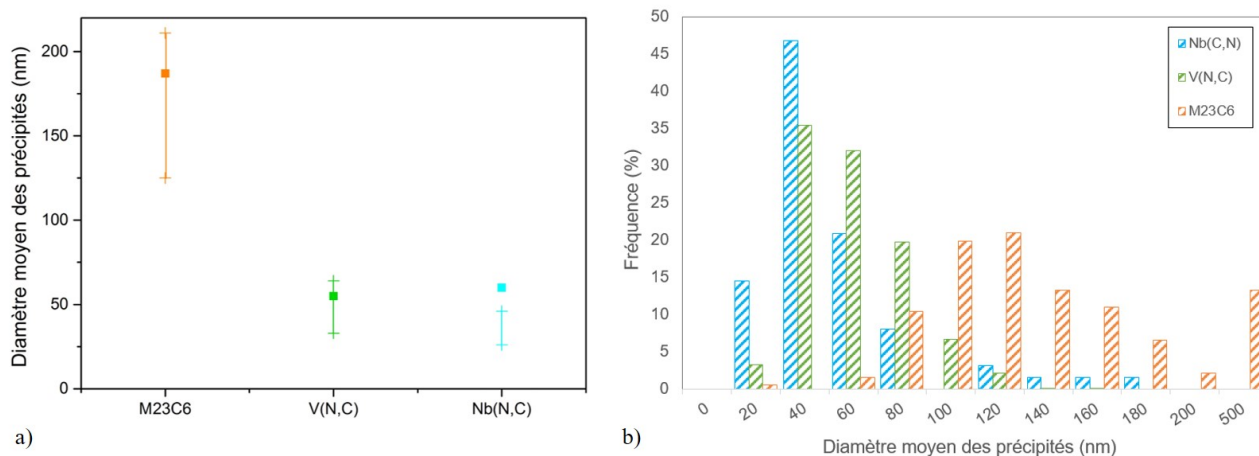


FIGURE 3.13 – Analyse statistique de la taille en surface des précipités suite aux observations sur les répliques extractives en carbone au MET et aux dépouillements sur ImageJ®. a) Représentation de la moyenne de la taille des précipités avec le premier et troisième quartile, b) distribution de la taille des précipités.

## 3.2 Caractérisation du joint soudé

Cette partie a pour objectif d'évaluer les modifications de la microstructure après le soudage et de les comparer avec celles de la littérature, décrite dans le Chapitre I.

### 3.2.1 Caractéristique de la microstructure

Une étude en microscopie optique et au MEB a été réalisée pour mettre en avant les différences de microstructures entre les différentes zones du joint soudé (Figures 3.14). Le joint soudé de l'étude présente une microstructure, après traitement de détensionnement, différente des microstructures rapportées dans la littérature. La présence de gros grains au niveau dans la ZAT n'est pas ou très peu observable. Pour rappel, la CGHAZ subit des températures supérieures à  $AC_3$  et est donc totalement réausténitisée, avec une dissolution quasi-complète des précipités, pendant le procédé de soudage. À cause des nombreuses passes de soudage (46 passes), la CGHAZ formée lors d'une passe de soudage est réaffectée thermiquement lors d'une passe ultérieure, créant une structure régénérée à petits grains, similaire à la FGHAZ. Il est possible

d'observer une petite zone de CGHAZ dans les dernières passes de soudage, néanmoins, le prélèvement des éprouvettes se faisant au milieu de la plaque, cette zone est peu/pas présente dans les échantillons.

Ainsi le joint soudé de l'étude est composé du métal de base détensionné, d'une ICHAZ, d'une FGHAZ et d'une zone fondue (Figure 3.14). Watanabe a également obtenu un joint soudé similaire, c'est-à-dire sans CGHAZ, (Watanabe *et al.*, 2006).

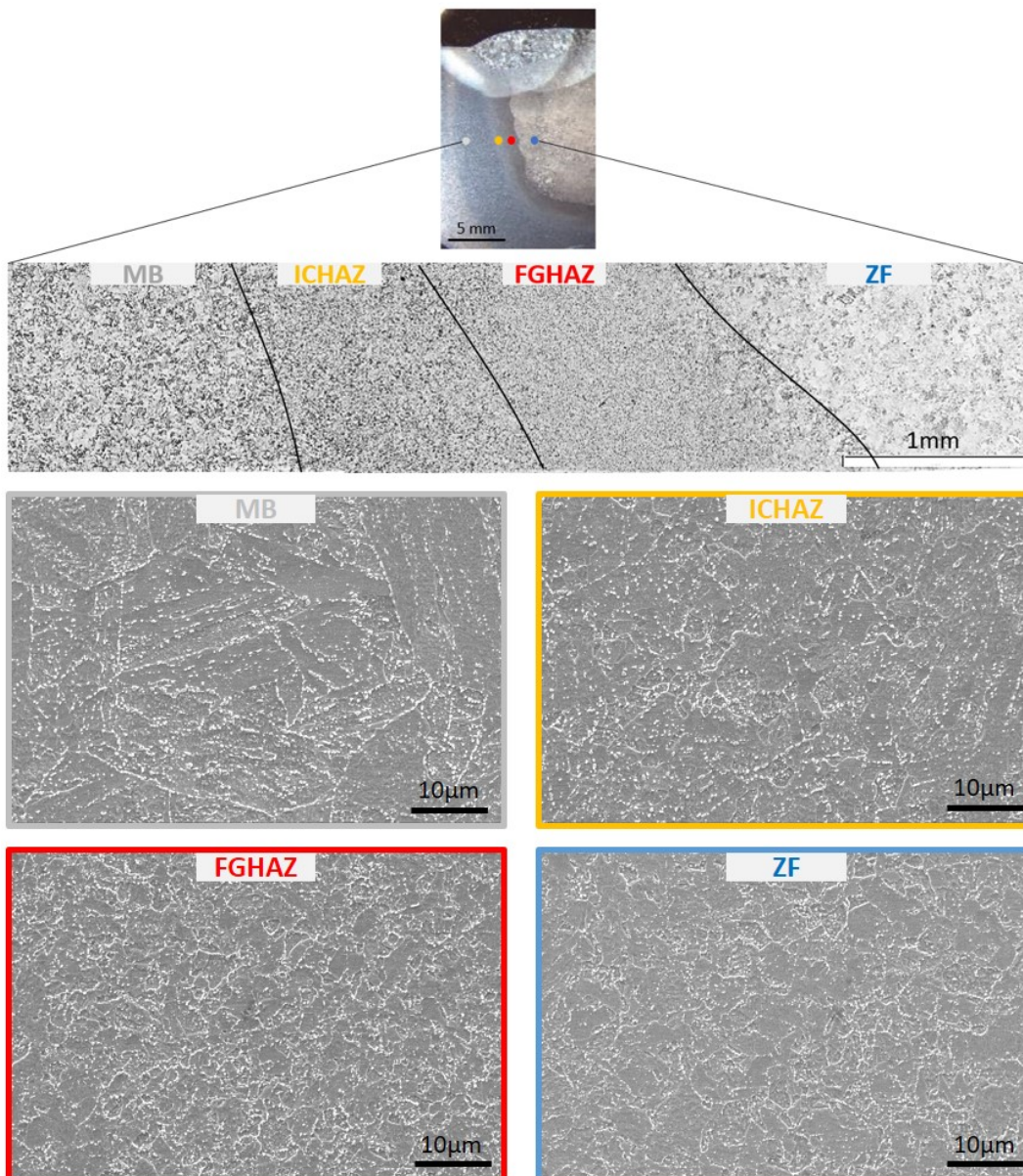


FIGURE 3.14 – Analyse de la microstructure du joint soudé à la binoculaire, au microscope optique et au MEB. Les micrographies obtenues au MEB présentent les différentes zones du joint soudé : MB (métal de base), ICHAZ (*Inter Critical Heat Affected Zone*), FGHAZ (*Fine Grain Heat Affected Zone*) et ZF (zone fondue).

### 3.2.1.1 Analyse EBSD

Le choix de l'analyse de la microstructure en EBSD s'est porté sur la réalisation d'une image composite, c'est-à-dire un ensemble de cartographies qui permettent de couvrir une large zone du joint soudé, (Figure 3.16). L'image composite montre la présence de gradients de microstructures des différentes zones du joint et plus particulièrement de la ICHAZ, qui possède une microstructure différente selon qu'elle soit contiguë au métal de base ou la FGHAZ. L'image composite a permis également de réaliser une analyse locale des différentes zones du joint soudé, (Figure 3.15). Le métal de base possède bien une microstructure avec des anciens grains austénitiques, des paquets et des blocs alors que la ICHAZ possède une structure mixte avec la présence de grains de différentes tailles, (Figure 3.16). La ICHAZ proche de la FGHAZ a, néanmoins, une proportion plus élevée de petits grains équiaxes que celle de la ICHAZ, contiguë au métal de base, (Figure 3.16). La FGHAZ est composée d'une microstructure à petits grains équiaxes et la ZF est constituée de deux microstructures, avec des zones colonnaires et des zones équiaxes (respectivement des zones brutes et des zones soudo-recuites).

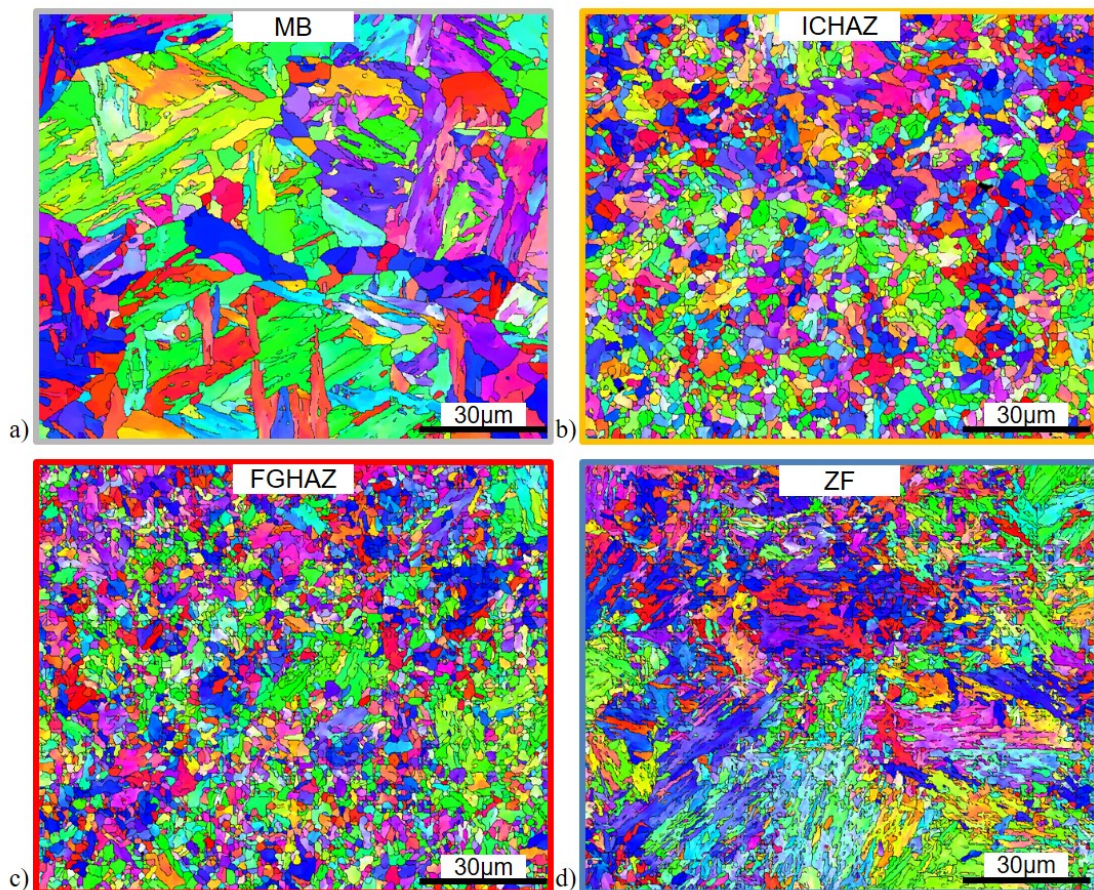


FIGURE 3.15 – Analyse EBSD des quatre zones d'un joint soudé, après traitement de détensionnement, a) le MB, b) la ICHAZ, c) la FGHAZ et d) la ZF. Les joints de grains, en noir épais, sont définis pour des angles de désorientation entre  $10^\circ$  et  $47^\circ$ .

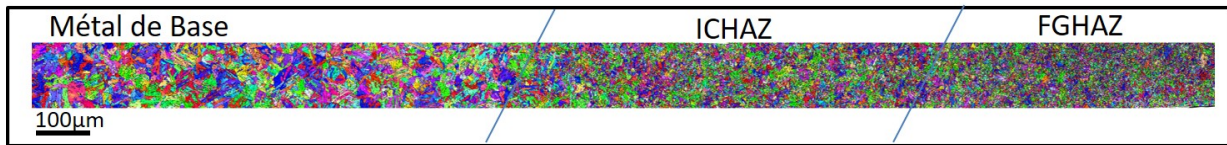


FIGURE 3.16 – Image composite de 10 cartographies EBSD du joint soudé de référence, du métal de base jusqu'à la FGHAZ.

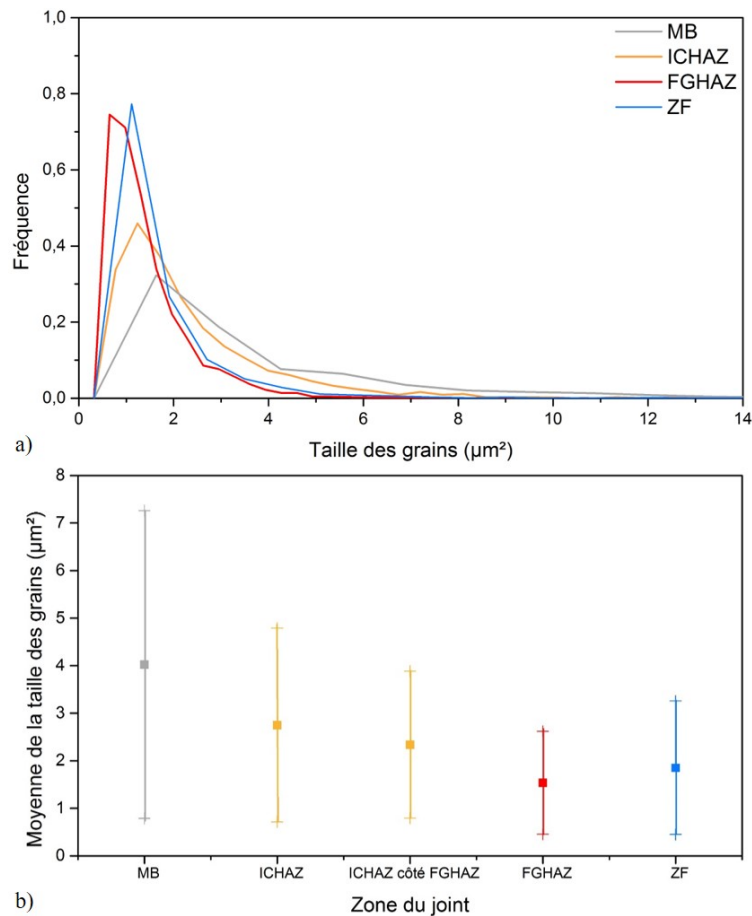


FIGURE 3.17 – a) Distribution de la taille des grains des différentes zones du joint soudé, par l'analyse en EBSD, b) taille moyenne des grains et leur écart-type, pour les quatre zones du joint soudé. L'analyse a été réalisée dans deux parties de la ICHAZ, proche du métal de base et proche de la FGHAZ, pour prendre en compte le gradient de microstructures.

L'analyse en EBSD permet d'accéder à la taille des grains des différentes zones, (Figure 3.17). Comme lors des observations des cartographies précédentes, la plus grande taille moyenne de grains apparaît pour le métal de base et la plus petite taille de grains pour la FGHAZ. La ICHAZ possède une taille de grains intermédiaire qui va varier selon qu'elle soit proche du métal de base ou de la FGHAZ. La zone fondue possède une taille moyenne de grains faible mais une variation plus importante par rapport à la FGHAZ.

Il est intéressant de noter que la taille moyenne des grains du métal de base est différente de celle mesurée dans le paragraphe 3.1.2. En effet, le métal de base est composé d'une structure complexe avec des anciens grains austénitiques constitués de paquets englobant des blocs. Les blocs sont donc une des structures les plus fines du métal de base possédant des joints de grains de forte désorientation. Ainsi, les blocs sont considérés comme des grains dans l'analyse EBSD, expliquant la différence avec la taille de grains calculée après reconstruction, (*cf.* paragraphe 3.1.2).

La distribution de taille de grains varie également suivant la zone du joint soudé, avec une variation importante pour le métal de base et plus faible pour celle du joint soudé, (Figure 3.17).

La Figure 3.18 présente le spectre des désorientations de la microstructure pour les quatre zones du joint soudé. La Figure 3.19 illustre les joints de grains associés pour ces différentes zones.

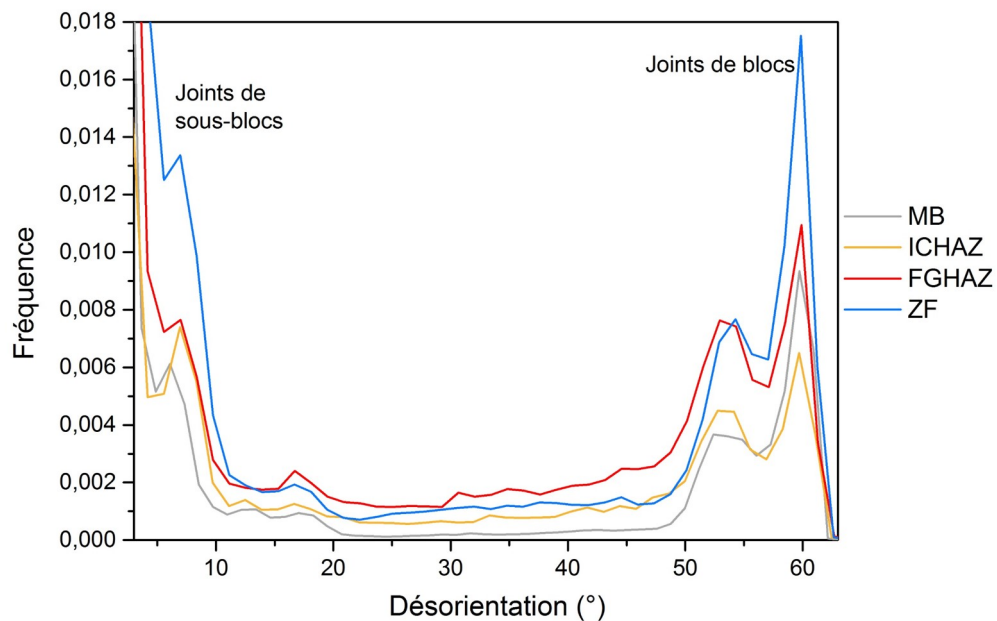


FIGURE 3.18 – Désorientation des joints de grains du métal de base, de la ICHAZ, de la FGHAZ et de la ZF, respectivement en, gris, jaune, rouge et bleu.

Sur la Figure 3.18, les quatre spectres paraissent avoir les mêmes caractéristiques, avec un pic à environ  $6^\circ$  correspondant aux joints de sous-grains et deux pics vers  $50^\circ$  et  $60^\circ$  correspondant aux joints de blocs. Néanmoins, les intensités des pics varient suivant la zone du joint soudé. La zone fondue et la FGHAZ possèdent des fréquences des pics des joints de blocs plus importantes que pour le métal de base et la ICHAZ. La zone fondue a également une forte variation de fréquence du pic des joints de sous-blocs. Il est également possible d'observer un accroissement du fond continu pour les FGHAZ, ICHAZ et ZF, représentant une augmentation du nombre de grains.

Ainsi, il semblerait que le spectre de désorientation possède une signature caractéristique de la zone du joint soudé, avec des pics similaires mais des fréquences différentes.

Gaffard, (Gaffard, 2004) attribue cette évolution dans la ZAT au phénomène de recristallisation de la structure dont la force motrice dépendrait soit des contraintes résiduelles du soudage soit de la déformation induite par la transformation martensitique.

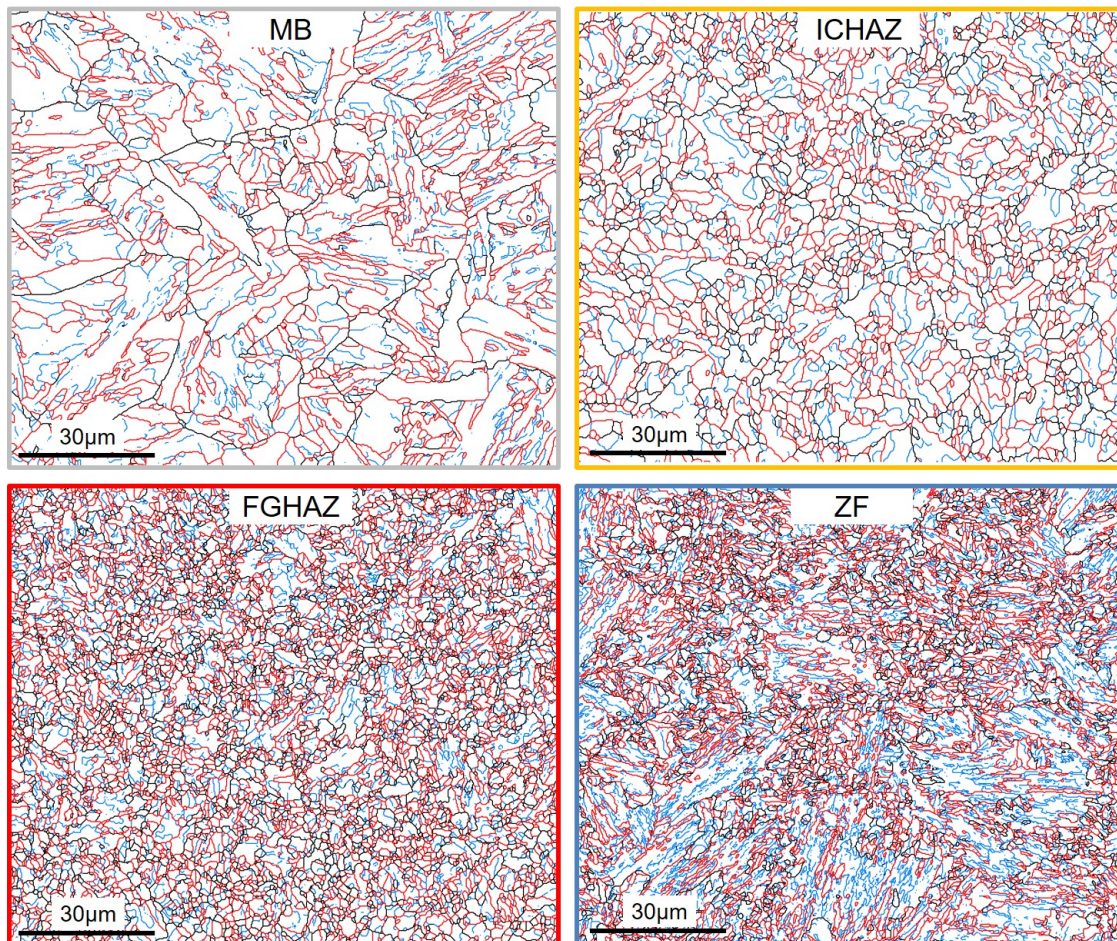


FIGURE 3.19 – Série de cartographies des joints de grains en EBSD des différentes zones du joint soudé. Les joints entre 3 ° et 10 ° sont représentés en bleu, entre 10 ° et 47 ° en noir et entre 47 ° et 63 ° en rouge.

Comme pour le métal de base, le logiciel Atex© permet d'évaluer la densité de GND d'après les cartographies EBSD suivant la zone du joint soudé. La densité de GND, détectée avec ce logiciel, ne varie pas de manière significative suivant la zone du joint soudé, avec une valeur autour de  $10^{14} m^{-2}$ . La résolution des analyses EBSD ne permettent pas de détecter des variations significatives de la densité de GND. Une analyse de la sous-structure a été réalisée au MET, sur des lames FIB, en comparant le métal de base et la ICHAZ, sur la Figure 3.20.

Il est possible de distinguer sur la lame FIB du métal de base (Figure 3.20 a), des grains sans sous-structure apparente et d'autres composés d'un réseau de sous-grains. Les sous-joints de grains ainsi que les dislocations, ne sont pas toujours visibles, car cela dépend de l'orientation de



la lame. Le grain souligné par un trait pointillé en blanc, est structuré en blocs et en sous-blocs. Il est possible d'observer un nombre relativement important de dislocations dans la sous-structure, qui s'organisent en cellules.

Sur cette micrographie, (Figure 3.20 a), les précipités de plus grandes dimensions (en majorité les  $M_{23}C_6$ ) sont situés sur les joints de grains et de blocs (des exemples sont désignés avec des flèches noires). L'intérieur de la sous-structure ne possède que très peu de gros précipités.

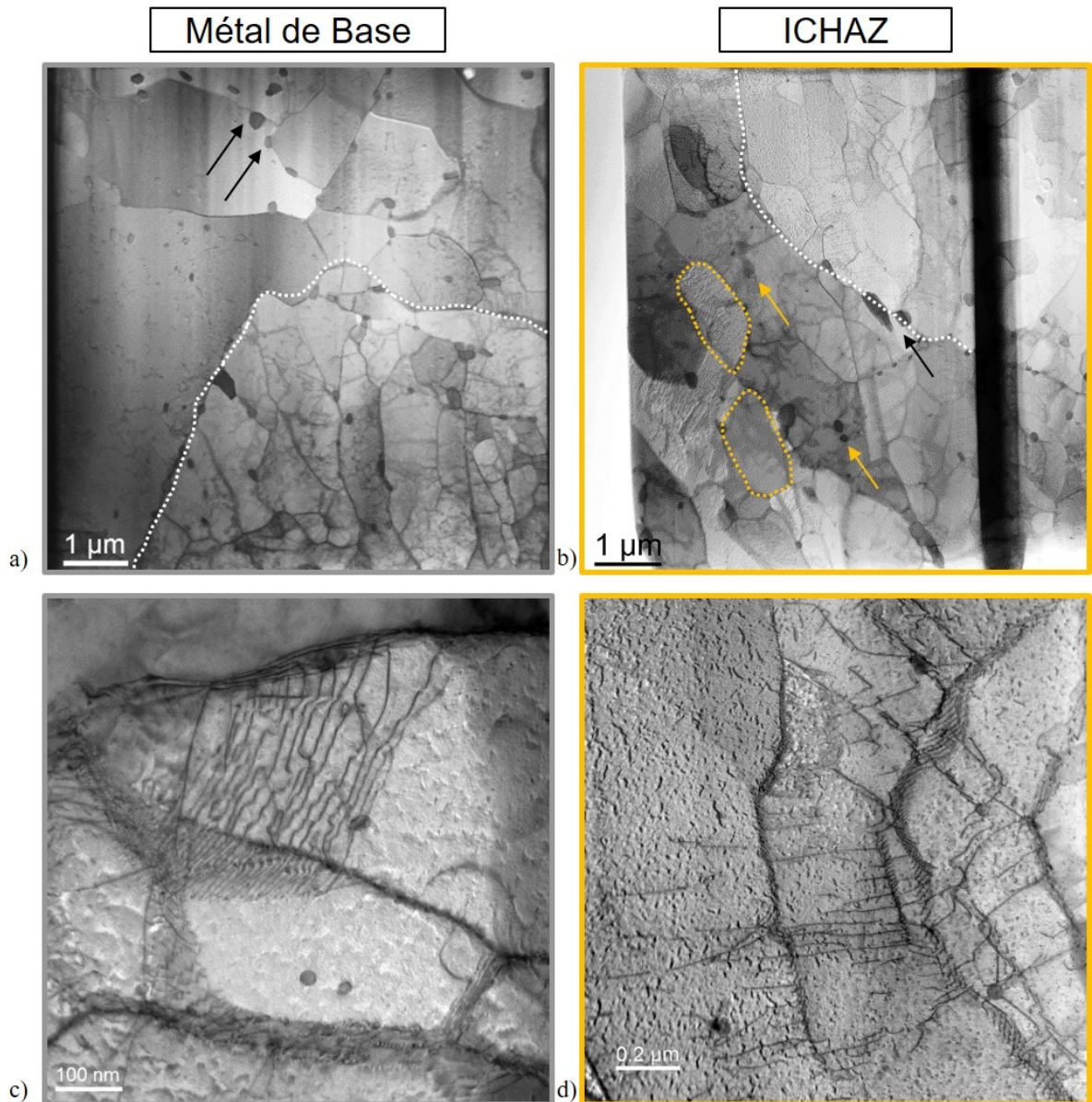


FIGURE 3.20 – Micrographies STEM obtenues champ clair sur des lames FIB sur l'organisation des dislocations, prélevées dans le métal de base a) en vue d'ensemble et c) en vue rapprochée et dans la ICHAZ b) en vue d'ensemble et d) en vue rapprochée .

La micrographie de la zone ICHAZ, (Figure 3.20 b), confirme l'aspect mixte de la microstruc-

ture, avec la présence de gros grains (entouré en pointillés blancs) et de petits grains (entourés en pointillés oranges). Les grains dans la ICHAZ sont également composés d'une sous-structure avec des sous-joints et des cellules de dislocations.

Les gros précipités de type  $M_{23}C_6$  sont présents sur les joints de grains et de blocs (désignés par des flèches noires), mais il est possible d'en distinguer à l'intérieur des grains (au niveau des flèches orange). Ce phénomène est dû à la non dissolution de ces précipités, lors du procédé de soudage, dans une zone où de nouveaux grains se sont formés.

Les Figures 3.20 c.d. présentent un agrandissement au MET dans les grains, permettant d'observer l'organisation des dislocations.

### 3.2.2 Analyse statistique de la précipitation

Des analyses statistiques sur la taille des précipités ont été calculées grâce à la réalisation de plusieurs cartographies EDS sur des répliques extractives en carbone. Ces analyses permettent de constater les évolutions des précipités dans la ZAT par rapport au métal de base. La localisation des carbures du métal de base le long des joints de grains est beaucoup moins présente dans la ZAT, traduisant la modification de la microstructure (Figure 3.22). Il est possible également de constater une modification de la forme des carbures  $M_{23}C_6$ , qui semble moins facettée.

Les histogrammes de la Figure 3.21, présentent la répartition en surface des carbures  $M_{23}C_6$  a) et celle des  $V(N,C)$  b) dans les quatre zones d'intérêt du joint soudé. La densité de MX de type I étant bien moins élevée que celle des  $M_{23}C_6$  et des MX de type II, leur analyse statistique n'est pour cela pas représentée.

- Le métal de base n'a pas subi de température suffisamment élevée pour induire la dissolution des précipités durant l'opération de soudage. Il possède donc les plus gros précipités  $M_{23}C_6$  et  $V(C, N)$  du joint soudé (Figure 3.21).
- La zone fondue contient les précipités de plus petites tailles aussi bien pour les  $M_{23}C_6$  que pour les  $V(C, N)$ . Cette zone fondue est entièrement liquide lors du procédé de soudage avec une dissolution complète des précipités. La microstructure créée est de la martensite fraîche à petits grains (pour du soudage multipasse) avec des petits précipités, (Figure 3.21).
- Les précipités de la ICHAZ sont partiellement dissous pendant le soudage avec des températures ressenties entre  $AC_1$  et  $AC_3$ . Néanmoins cette dissolution partielle concerne davantage les  $M_{23}C_6$  que les MX, stables, respectivement, jusqu'à  $900\text{ }^\circ\text{C}$  et  $1300\text{ }^\circ\text{C}$ . Ce phénomène est représenté sur les histogrammes (Figure 3.21), où les  $V(C, N)$  possèdent la même taille que ceux dans le métal de base. Les  $M_{23}C_6$  ont une dispersion relativement grande, traduisant la présence d'anciens précipités non dissous et d'une re-précipitation de petits  $M_{23}C_6$ .
- La FGHAZ subit théoriquement une dissolution partielle des précipités, créant une fraction importante de gros précipités. Néanmoins, le procédé de soudage en multipasse

a modifié la zone à gros grains CGHAZ et la FGHAZ, ne formant plus qu'une seule zone à petits grains. La CGHAZ théorique subit une dissolution complète des précipités et donc possède la fraction la plus faible de gros précipités de la ZAT. Il semble donc que le FGHAZ possède une microstructure à petits grains avec une re-précipitation des V(C, N) et des  $M_{23}C_6$ . Néanmoins, il est possible de voir que certains  $M_{23}C_6$  n'ont pas été dissous et ont grossi pendant le soudage.

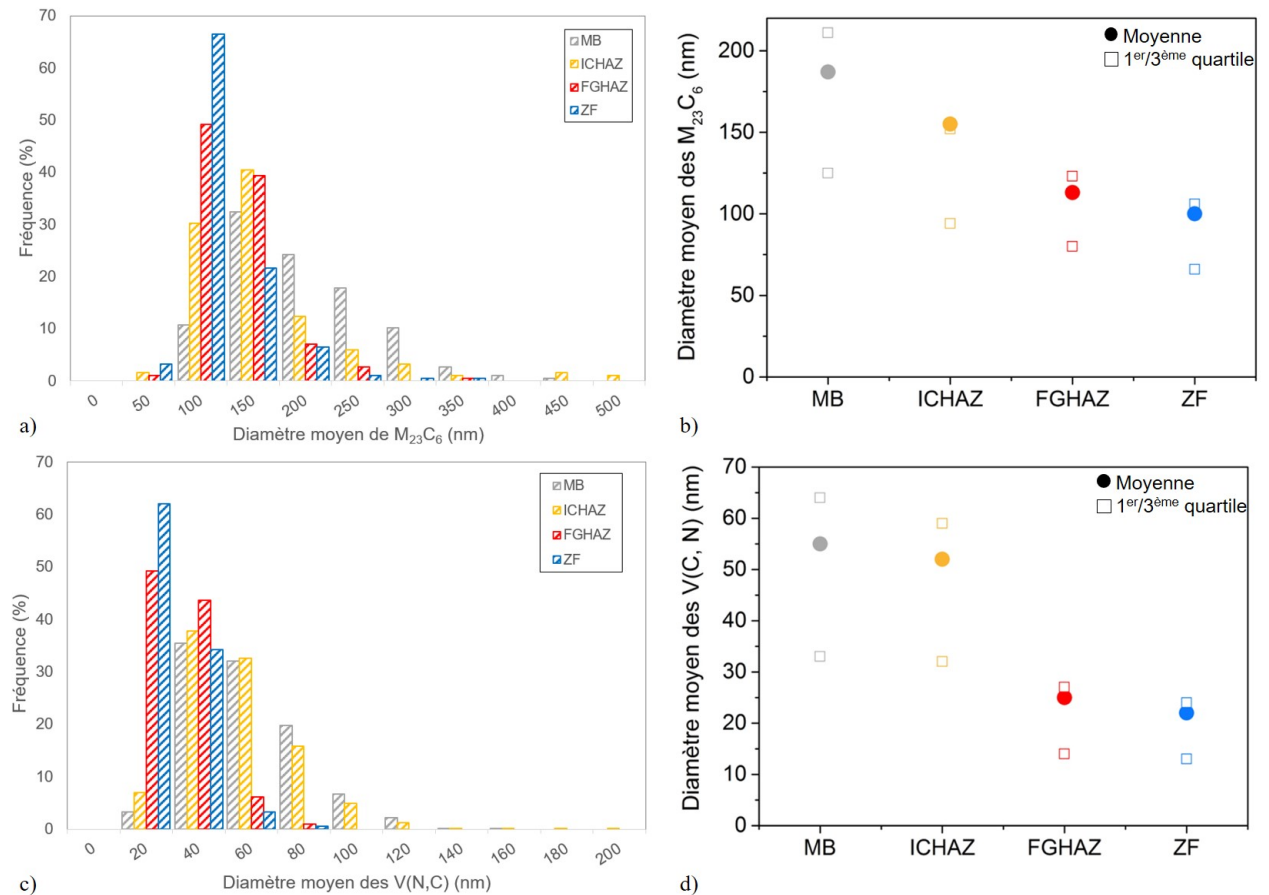


FIGURE 3.21 – Évolution des tailles des précipités dans les différentes zones du joint soudé, via une analyse EDS sur des répliques extractives en carbone a) Distribution de taille des  $M_{23}C_6$  et b) Moyenne des  $M_{23}C_6$  avec le premier et le troisième quartiles, c) Distribution de taille des V(C, N) et d) Moyenne des V(C, N) avec le premier et le troisième quartiles.

Une vérification des paramètres de maille des  $M_{23}C_6$  ainsi que des MX a été effectuée par diffraction des électrons (SAED-MET), montrant qu'ils n'évoluent pas suite au procédé de soudage.

L'évolution de la composition chimique a également été vérifiée, (Tableau 3.2) dans la ICHAZ et sur la Figure 3.23 pour les  $M_{23}C_6$  dans les quatre zones du joint soudé. La composition chimique dans le  $M_{23}C_6$  évolue peu, avec une légère diminution du pourcentage atomique en chrome du métal de base à la zone fondue et une augmentation de l'azote. En effet, pendant le procédé de soudage, le chrome a été remis en solution dans la FGHAZ et la zone fondue puis

des petits précipités ont été nucléés à nouveau, alors que dans le métal de base et la ICHAZ, les précipités ont grossi pendant le procédé de soudage en absorbant le chrome en solution solide.

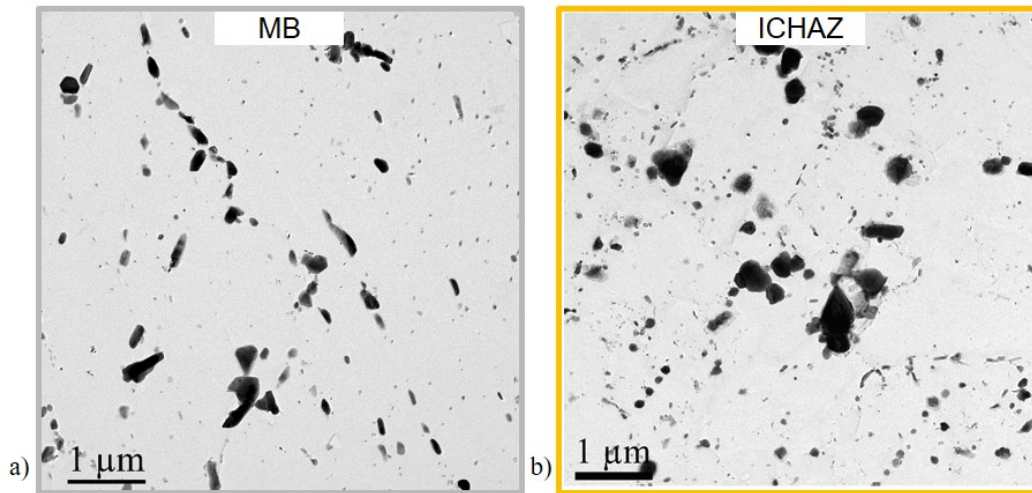


FIGURE 3.22 – Image champ clair (*Bright Field*) au MET sur des répliques extractives en carbone prélevées a) dans le métal de base, b) dans la ICHAZ.

TABLE 3.2 – Composition chimique (%at.) des précipités  $M_{23}C_6$  et MX réalisée en EDS sur MET dans la ICHAZ.

Précipités	Cr	Fe	Mo	V	Nb	N	Si
$M_{23}C_6$ (%at.)	58,1	27,4	3,0	0,9	0,1	9,2	1,2
Dispersion	53,6-62,7	23,2-32,9	2,6-3,7	0,4-3,8	0,0-0,8	5,1-13,4	0,2-6,3
V(N) (%at.)	7,9	0,8	0,3	36,7	2,9	46,5	4,9
Dispersion	5,3-10,5	0,2-1,9	0-1,0	22,3-53,0	0,7-6,0	31,3-66,5	0,1-27,9
Nb(N) (%at.)	4,3	1,6	0,8	7,8	36,0	42,4	7,0
Dispersion	3,5-17,7	1,8-8,2	0,08-2,1	3,5-17,7	25,0-46,8	35,1-51,8	2,6-19,8

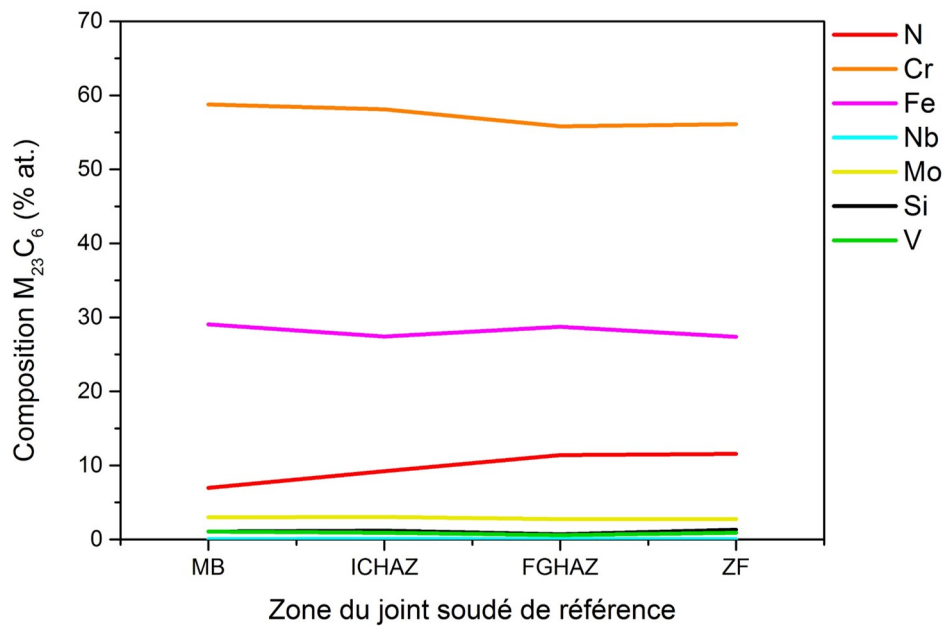


FIGURE 3.23 – Analyse EDS de la composition chimique des  $M_{23}C_6$  suivant la zone du joint soudé.

### 3.2.3 Micro-dureté

Des cartographies de micro-dureté ont été réalisées sur l'ensemble du joint soudé afin de mieux cibler les éventuelles variations lors du fluage. En effet, comme le montre la Figure 3.24 c, il existe des pics de variation au sein d'une même zone du joint qui pourraient fausser les interprétations sur une seule ligne de filiation.

Les essais de micro-dureté permettent de mettre en évidence l'hétérogénéité du joint soudé, (Figure 3.24). Le métal de base possède la dureté la plus faible du joint (environ 178 HV1). La dureté augmente fortement dans la ZAT, avec un minimum localisé dans la ICHAZ et un maximum présent dans la FGHAZ. La dureté la plus importante est située dans la zone fondue (environ 235 HV1) avec quelques hétérogénéités dues aux différentes passes de soudage. En effet, la zone fondue est composée de grains colonnaires, représentatif d'une passe de soudage avec les duretés de cette zone les plus faibles, et de grains équiaxes, situés entre les passes de soudage avec les duretés les plus élevées.

La Figure 3.24 b permet, à l'aide de la micro-dureté, de délimiter les ICHAZ et la FGHAZ, bien que peu étendues. Cependant, la FGHAZ est légèrement plus large que la ICHAZ, mais surtout la ICHAZ est non homogène sur la hauteur de l'échantillon. Il est intéressant de remarquer que la ICHAZ est plus large au cœur de l'échantillon qu'au bord de l'échantillon. Sa taille a été évaluée approximativement d'après la filiation de micro-dureté, (Tableau 3.3). Néanmoins, cette évaluation reste approximative car la ICHAZ possède des gradients de microstructures et de propriétés mécaniques, rendant difficile l'appréciation des limites de la zone.

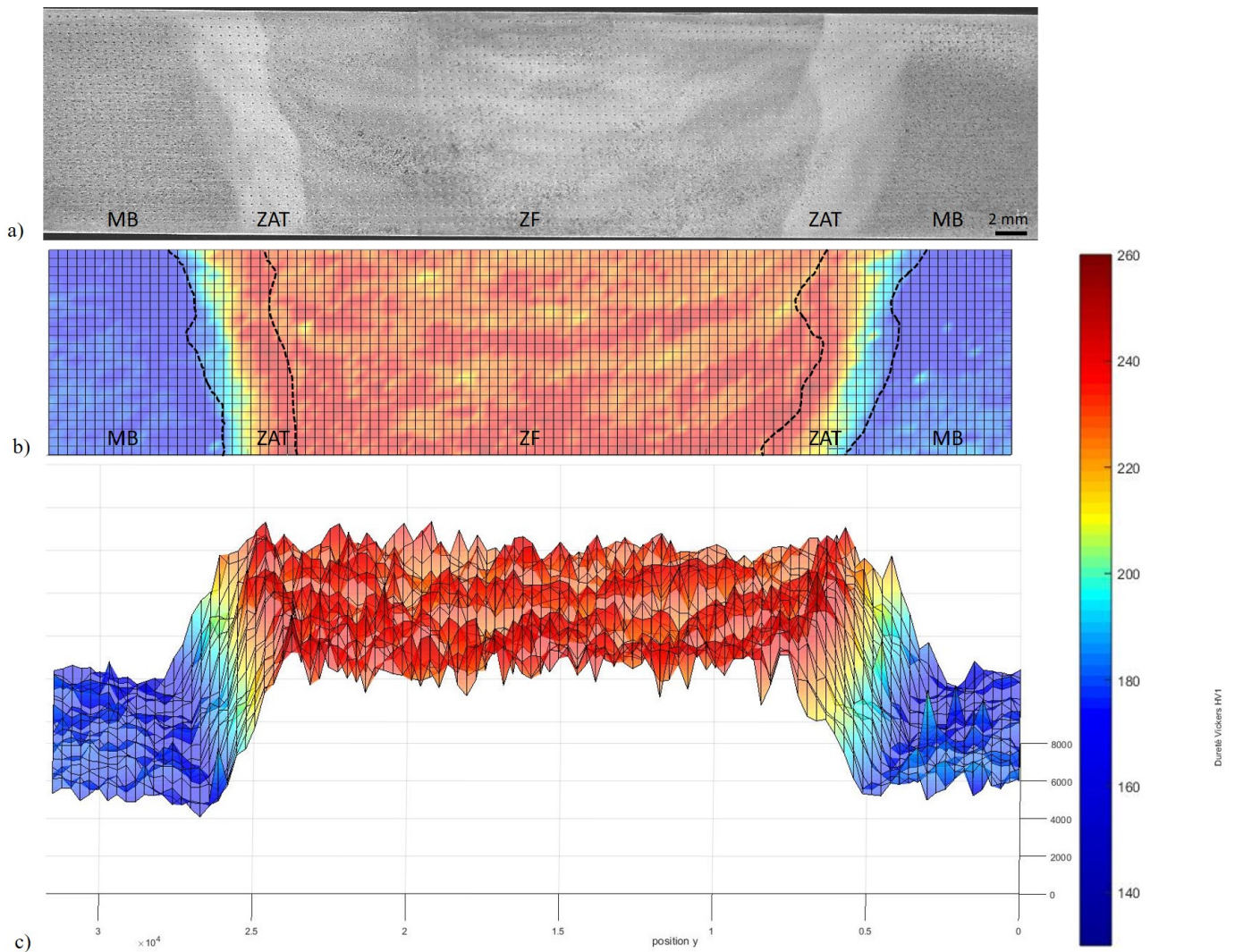


FIGURE 3.24 – Micro-dureté Vickers HV1. a) micrographie optique à la binoculaire de la zone indentée, b) cartographie de micro-dureté avec les zones du joint, délimitées par les tirés noirs, c) cartographie de micro-dureté en 3D, mettant en exergue la variation de dureté des différentes zones du joint soudé.

TABLE 3.3 – Taille de la ICHAZ d'après la cartographie de micro-dureté.

ICHAZ haut gauche	ICHAZ milieu gauche	ICHAZ bas gauche	ICHAZ haut droite	ICHAZ milieu droite	ICHAZ bas droite
2.25 mm	2.68 mm	1.80 mm	2 mm	2.64 mm	1.39 mm

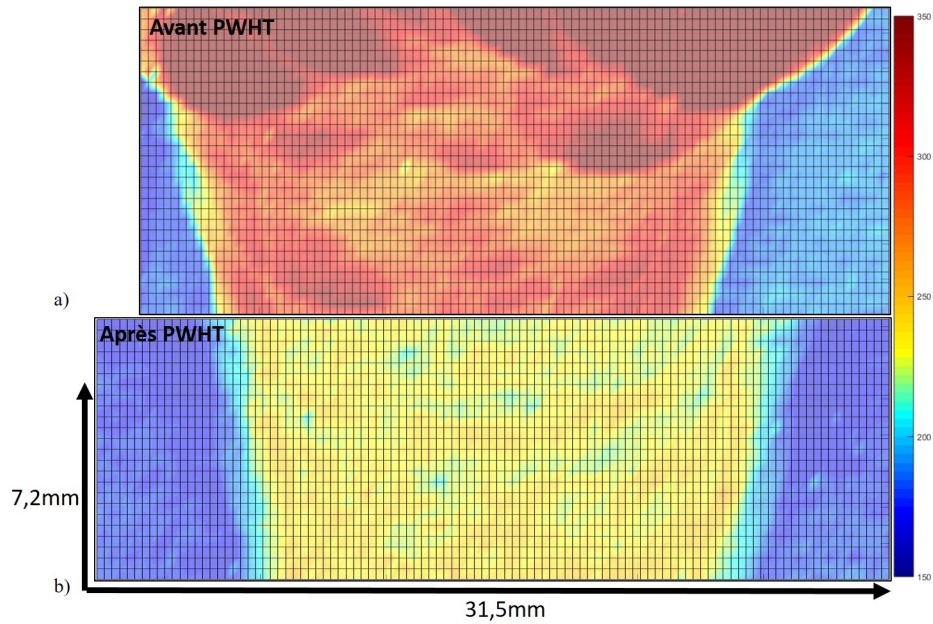


FIGURE 3.25 – Comparaison des cartographies de Micro-dureté Vickers HV1 avant le traitement de détensionnement PWHT a) et après le traitement b).

La Figure 3.25 présente une comparaison des cartographies du joint soudé avant et après le traitement de détensionnement PWHT. Un fort adoucissement se produit après le traitement PWHT sur l'ensemble du joint soudé. La modification des propriétés dues aux traitements thermiques est détectable sur la cartographie de micro-dureté.

La cartographie, (Figure 3.25 a), avant le PWHT, a été réalisée en prenant en compte les dernières passes de soudage. D'après cette cartographie, les dernières passes possèdent les duretés les plus élevées. Le reste du joint semble relativement homogène dans la hauteur de l'échantillon.

---

## Synthèse Chapitre 3

---

Cette partie nous a permis de caractériser précisément le métal de base et le joint soudé comme état de référence.

Le Grade 91 possède une structure à plusieurs niveaux d'imbrication : les anciens grains austénitiques (diamètre d'environ  $35\mu m$ ), les paquets, les blocs (environ  $4\mu m^2$ ), les sous-blocs et la sous-structure en cellule de dislocations. Les désorientations angulaires des différents joints dépendent du sous-ensemble. Le spectre de désorientation présente trois pics caractéristiques des joints, avec une faible désorientation pour les joints de sous-blocs et une forte désorientation pour les joints de blocs.

La microstructure complexe est stabilisée par la présence de nombreux précipités. Les deux types de précipités sont les  $M_{23}C_6$ , présents sur les joints de grains et les sous-joints, avec un diamètre moyen de 187 nm et les MX, présents majoritairement dans les grains, avec un diamètre moyen de 55 nm pour les V(C, N) et 60 nm pour les Nb(C, N).

Les zones du joint soudé présentent des variations de microstructure par rapport à celle du métal de base. Les quatre zones du joint soudé, métal de base, ICHAZ, FGHAZ et zone fondue possèdent une taille de grains et un spectre de désorientation angulaire caractéristiques de la zone, avec les plus petits grains pour la FGHAZ et la ZF.

La taille des précipités varie également en fonction de la zone du joint soudé. Les plus gros précipités sont présents dans le métal de base et la ICHAZ et les plus petits dans la FGHAZ et la ZF.

La micro-dureté permet de délimiter les zones du joint soudé, avec les duretés les plus faibles et homogènes pour le métal de base et les plus fortes pour la zone fondue.







# Chapitre 4 : Endommagement au cours du fluage

*Ce Chapitre présente les résultats des essais de fluage à 600 °C et 100 MPa. Les courbes de fluage des essais interrompus et à rupture sont discutées, ainsi que l'aspect global des échantillons et du faciès de rupture. Suite à cette analyse, la caractérisation des cavités a été menée avec les techniques de microscopie électronique à balayage et la tomographie des rayons X. Enfin la détermination des contraintes internes par DRX au synchrotron a permis d'avoir des pistes sur la formation de ces cavités de fluage.*

## Sommaire

---

<b>4.1</b>	<b>Courbes de fluage</b>	<b>118</b>
4.1.1	Courbes brutes	118
4.1.2	Vitesse de déformation moyenne	119
4.1.3	Rupture de type IV du Grade 91 sollicité en fluage	122
4.1.4	Endommagement par cavitation	124
<b>4.2</b>	<b>Caractérisation des cavités</b>	<b>125</b>
4.2.1	Analyse au microscope électronique à balayage	125
4.2.2	Analyse et identification des conditions optimales en tomographie X de laboratoire	130
4.2.3	Résultats de l'analyse en tomographie X	135
<b>4.3</b>	<b>Détermination des contraintes internes</b>	<b>139</b>
4.3.1	Mesure des contraintes par la méthode des $\sin^2 \Psi$	139
4.3.2	Démarche expérimentale	142
4.3.3	Analyse des courbes $-\ln(\sin\theta) = f(\sin^2\Psi)$ le long de l'échantillon	147
4.3.4	Détermination des contraintes	150
4.3.5	Discussion	154

---

## 4.1 Courbes de fluage

### 4.1.1 Courbes brutes

L'objectif du projet est de suivre l'endommagement en fluage pour pouvoir déterminer un ou plusieurs paramètres de suivi. Pour cela des essais de fluage interrompus ont été réalisés, à 600 °C et 100 MPa, (*cf.* Chapitre 2, paragraphes 2.1.5. et 2.2.4).

Plusieurs séries de tests ont été mis en place pour s'assurer d'avoir les bons suivis et le mode d'endommagement adéquat. La durée de l'essai à rupture estimée, (plus de 7 mois), étant relativement longue vis à vis de la durée du projet, les essais intermédiaires ont été effectués en parallèle, afin d'avoir le temps de faire les analyses microstructurales.

Les durées des essais intermédiaires ont été définies via le suivi des courbes de déformation en direct.

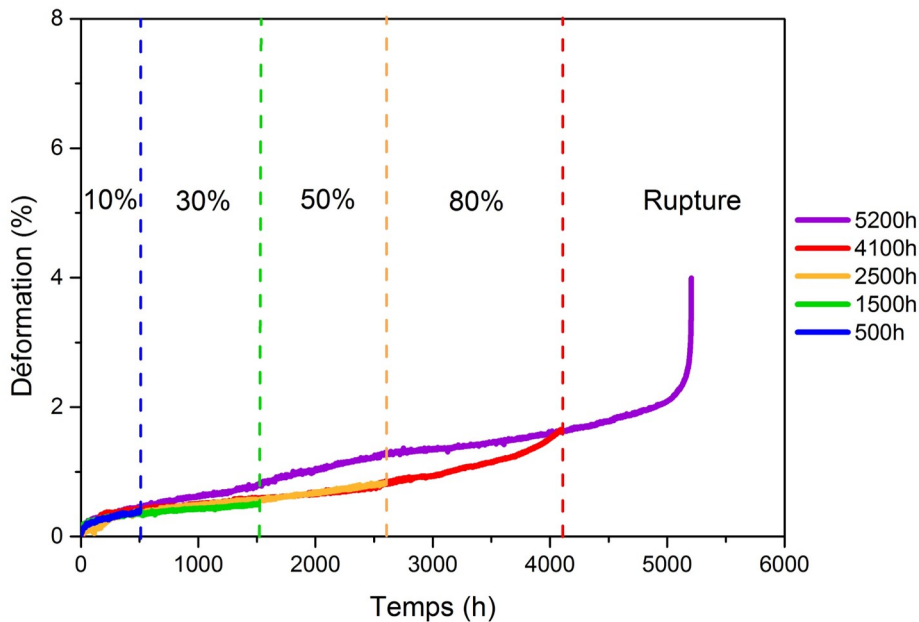


FIGURE 4.1 – Essais de fluage intermédiaires et rompus des échantillons du projet.

Suite aux essais, nous avons obtenu 4 échantillons d'essais interrompus et 1 échantillon à rupture. Les essais interrompus ont été arrêtés respectivement à 500h (10% de la durée de vie en fluage estimée et fin du stade I), à 1500h (30% de la durée de vie estimée et dans le stade II de fluage), à 2500h (50% de la durée de vie estimée et milieu du stade II de fluage) et à 4100h (80% de la durée de vie estimée et fin du stade II de fluage). L'essai à rupture s'est terminé après 5200h de fluage, un temps supérieur aux essais expérimentaux rapportés dans la littérature (4200h Watanabe *et al.*, 2006 ; Li *et al.*, 2009) mais inférieur à l'extrapolation de Larson-Miller (5800h). Les courbes brutes de la déformation en fonction du temps sont présentées sur la Figure 4.1.

*Indication : les analyses des éprouvettes pré et post fluage seront présentées, dans la suite du travail, en suivant le code couleur de la Figure 4.1.*

### 4.1.2 Vitesse de déformation moyenne

Les courbes des essais interrompus, présentées sur la Figure 4.1, ont des déformations moyennes très similaires alors qu'un écart se manifeste pour l'échantillon à rupture. Les vitesses de déformation ont été déterminées pour différentes périodes du stade II et III de l'échantillon flué pendant 4100h et de l'échantillon à rupture. La comparaison des vitesses est présentée sur le Tableau 4.1. D'après ce tableau 4.1, la vitesse de déformation, ( $1,17 \times 10^{-9} s^{-1}$ ), obtenues dans l'intervalle de temps [1500 heures-2500 heures], est supérieure à celle des autres périodes du stade II de l'échantillon à rupture ( $8,47 \times 10^{-10} s^{-1}$  pour [500-1500h] et  $6,18 \times 10^{-10} s^{-1}$  pour [2500-4100h]). Cette vitesse de déformation est similaire à celle pour la fin du stade II de fluage, ( $1,39 \times 10^{-9} s^{-1}$  pour [4000h-5000h]).

La vitesse de déformation du stade II des autres échantillons, représentés par l'échantillon flué durant 4100 heures sur le Tableau 4.1, est plus faible que pour l'échantillon à rupture, mais du même ordre de grandeur que pour les périodes [500-1500h] et [2500-4100h].

La courbe de l'échantillon flué à 4100h évolue sur la fin de l'essai interrompu, [2500h-4100h], avec une vitesse de déformation similaire à celles des périodes de l'échantillon à rupture [1500-2500h] et de fin de stade II [4100-5000h]. Cet échantillon semble entrer en stade III.

TABLE 4.1 – Vitesses de déformation pour l'échantillon à rupture et l'échantillon interrompu à 4100h de fluage, pour différentes périodes dans le stade II.

Intervalle de sollicitation en fluage (heures)		[500-1500]	[1500-2500]	[2500-4100]	[4100-5000]	[5000-5200]
Vitesse de déformation moyenne $\dot{\epsilon}$ ( $s^{-1}$ )	<i>Échantillon Rompu</i>	$8,47 \times 10^{-10}$	$1,17 \times 10^{-9}$	$6,18 \times 10^{-10}$	$1,39 \times 10^{-9}$	$1,05 \times 10^{-8}$
	<i>Échantillon flué 4100h</i>	$4,91 \times 10^{-10}$		$1,29 \times 10^{-9}$	-	-

Plusieurs hypothèses ont été avancées pour expliquer ces variations de vitesse : régulation de la machine ou hétérogénéité du matériau.

Dans un premier temps, nous considérons les variations de températures et de contraintes appliquées. Eggeler, (Eggeler *et al.*, 1994) a étudié la dépendance de la vitesse de déformation avec la contrainte et la température. Il a développé trois microstructures composées du métal de base, de la ICHAZ et de la zone fondue, qu'il a ensuite testées indépendamment en fluage, en faisant varier les paramètres (contrainte-température). Il a ainsi pu déterminer des vitesses de déformation des microstructures types en fonction des paramètres de fluage. Ces vitesses ont été reportées sur la Figure 4.2 pour la ICHAZ (symbole orange) et le métal de base (symbole gris). Sur cette Figure, les vitesses de déformation de l'échantillon à rupture pour les périodes [500-1500h] et [1500-2500h] ont été ajoutées. Ces points sont situés entre les vitesses de déformation de la ICHAZ et celles du métal de base. La déformation du joint soudé entier semble donc être un intermédiaire entre la déformation de la ICHAZ et celle du métal de base.

Une estimation de la variation de la vitesse de déformation en fonction de la température ou de la contrainte, pour notre échantillon rompu a été ajoutée sur les Figures 4.2, illustré par un trait pointillé. D'après cette estimation, pour passer d'une vitesse de déformation de  $8,47 \times 10^{-10} \text{ s}^{-1}$  ([500-1500h]) à  $1,17 \times 10^{-9} \text{ s}^{-1}$  ([1500-2500h]), il faudrait une variation de  $3,8 \text{ }^\circ\text{C}$  ou de 4 MPa. Les normes sur les essais de fluage, imposent un écart admissible entre la température mesurée et la température d'essai de  $\pm 4 \text{ }^\circ\text{C}$ . Les variations de température ont été suivies durant les essais et n'ont pas dépassé  $\pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ . Les thermocouples ont également été vérifiés après les essais et ne présentent pas de défaillance.

Ces variations de vitesse de déformation estimées montrent la forte dépendance aux paramètres de fluage. Ce comportement confirme la difficulté de mise en place et de contrôle de ces essais. Ainsi, une faible variation de température ou de contrainte ou les deux, au cours de l'essai de fluage, peut expliquer les variations de la vitesse de déformation.

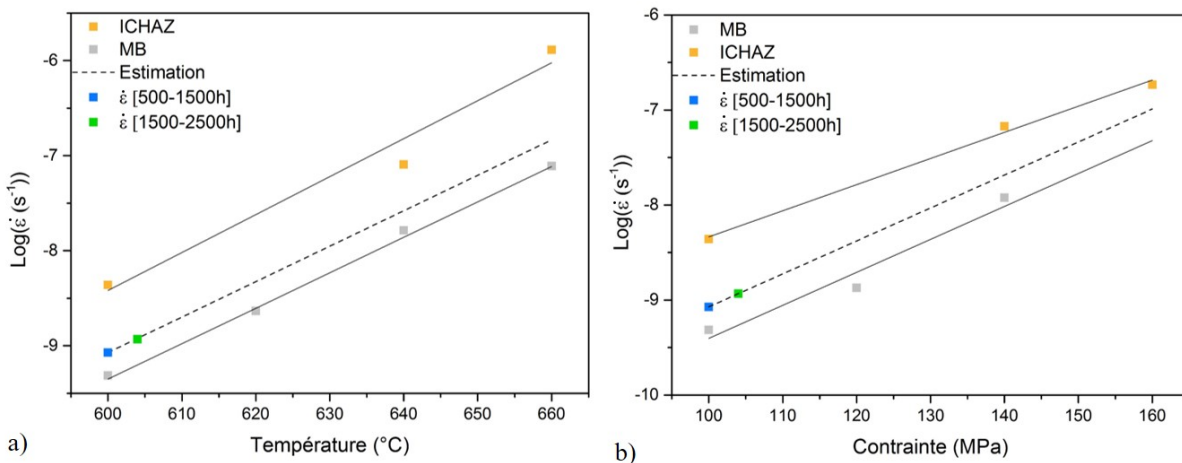


FIGURE 4.2 – Mesure de la vitesse de déformation en fonction de a) la température et b) la contrainte appliquée. Ces vitesses sont issues des données de Eggeler, (Eggeler *et al.*, 1994) sur une microstructure entièrement ICHAZ (symboles oranges) sur du métal de base (symboles gris) et sur les vitesses de déformation de notre échantillon à rupture obtenues pour les temps de sollicitation [500-1500h] (symbole bleu) et [1500-2500h] (symbole vert). Une estimation de la variation de la vitesse de déformation pour le joint soudé de notre étude est tracée en pointillés.

La deuxième hypothèse concerne la mesure de la déformation. Les valeurs ci-dessus sont données pour une déformation homogène de l'échantillon. Or cette déformation est hétérogène et se localise dans la (les) ZAT(s). La Figure 4.3, montre une série de macrographies optiques d'une coupe à coeur des échantillons de l'étude, illustrant l'apparition d'une striction dans la ZAT, au cours du fluage (la Figure complète est présentée dans l'Annexe-B). Cette striction semble apparaître à partir de 2500 heures, c'est-à-dire au cours du stade II. Elle est plus prononcée d'un côté de la ZAT que de l'autre.

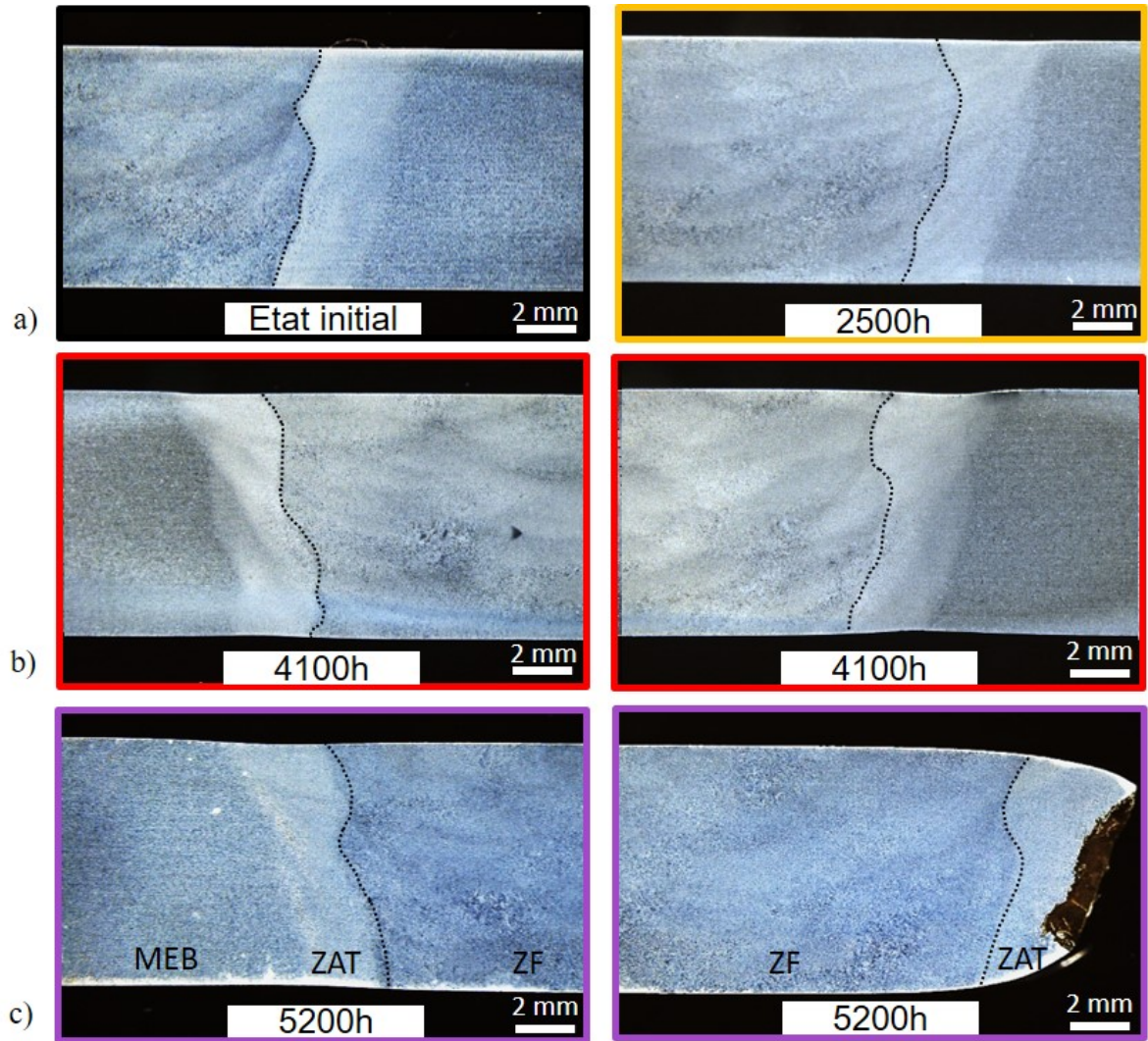


FIGURE 4.3 – Série de macrographies optiques réalisée sur une coupe à coeur des échantillons de l'étude, montrant l'évolution de la striction dans la ZAT pour a) de l'état initial et 2500h, b) 4100h dans les deux ZAT et c) à rupture à 5200h dans les deux ZAT. Les traits en pointillés représentent la ligne de fusion.

D'après nos mesures de striction, nous avons réalisé deux estimations de la vitesse de déformation de la ICHAZ :

- En supposant que la déformation est concentrée dans la striction :

$$\dot{\epsilon}_{striction}^a = \frac{\dot{\epsilon}_{moyen} l_0}{2l_{striction}} \quad (4.1)$$

où la longueur utile est de 50 mm et la longueur de la striction est de 3 mm environ.

- En utilisant la réduction du diamètre  $d$  à la striction :

$$\dot{\epsilon}_{striction}^b = -2\Delta d/dt \quad (4.2)$$

Ces estimations sont présentées dans le Tableau 4.2. Si nous supposons que tout l’allongement de l’échantillon est concentré dans la ZAT, la vitesse de déformation est sur-estimée, d’environ 40%, par rapport à la réduction du diamètre au début du fluage. Cependant, à la fin du stade II de fluage, ces deux estimations sont similaires, ce qui signifie que l’essentiel de l’allongement de l’éprouvette est dû à la déformation de la ZAT.

Eggeler, (Eggeler *et al.*, 1994) a mesuré des vitesses de déformation pour des essais à 600 °C et 100 MPa de  $4,37 \times 10^{-9}$  l/s pour la ICHAZ et de  $4,85 \times 10^{-10}$  l/s pour le métal de base, (Figure 4.2). Ainsi, il existe un ordre de grandeur entre la vitesse de déformation du métal de base et celle de la ICHAZ. Ces vitesses de déformation de la ICHAZ sont similaires aux estimations sur nos échantillons (Tableau 4.2). La vitesse de déformation de la zone fondue n’a pas été mesurée pour ces paramètres mais possède des valeurs de vitesses de déformation plus faibles que celles du métal de base.

Ainsi, la déformation plastique des échantillons soudés met en évidence une hétérogénéité entre la ZAT et le métal de base (et la zone fondue). La déformation d’une éprouvette est essentiellement due à la déformation de la ICHAZ.

TABLE 4.2 – Estimation des vitesses de déformation de la ICHAZ

Échantillon flués	1500h	2500h	4100h 1 <sup>ère</sup> ZAT	5200h 1 <sup>ère</sup> ZAT
$\dot{\epsilon}_s^a$ ( $10^{-9} s^{-1}$ )	5,22	6.71	8,99	19,5
$\dot{\epsilon}_s^b$ ( $10^{-9} s^{-1}$ )	3.03	2.78	6,17	18,9

Pour conclure, les variations de la vitesse de déformation de l’échantillon à rupture, peuvent être dus à une légère variation de de régulation de la température/contrainte ou au comportement des ZAT, ou aux deux. Néanmoins, les mécanismes d’endommagement (rupture de type IV avec cavitation) ainsi que la durée de l’essai ne semblent pas avoir été affectés, ce qui nous permet d’analyser cet échantillon.

#### 4.1.3 Rupture de type IV du Grade 91 sollicité en fluage

Afin de vérifier si le mécanisme d’endommagement est bien celui recherché, la localisation de la rupture, ainsi que le faciès de rupture, ont été analysés.

Les macrographies optiques, vue précédemment sur la Figure 4.3, centrées sur la ZAT des éprouvettes, découpées dans le sens de la longueur, permettent de suivre l’évolution de la striction au cours du fluage. La rupture de l’échantillon se présente de biais avec une forte striction. Cette striction est moins marquée sur la deuxième partie de la soudure.

Une attaque chimique a permis de révéler que la rupture est localisée le long de la frontière entre la ICHAZ et le métal de base, parallèlement à la ligne de fusion. D’après la codification des ruptures dans les joints soudés, (*cf.* Chapitre 1, paragraphe 1.3.3.1), les essais de fluage à 600 °C et 100 MPa conduisent bien à un état de rupture de type IV.



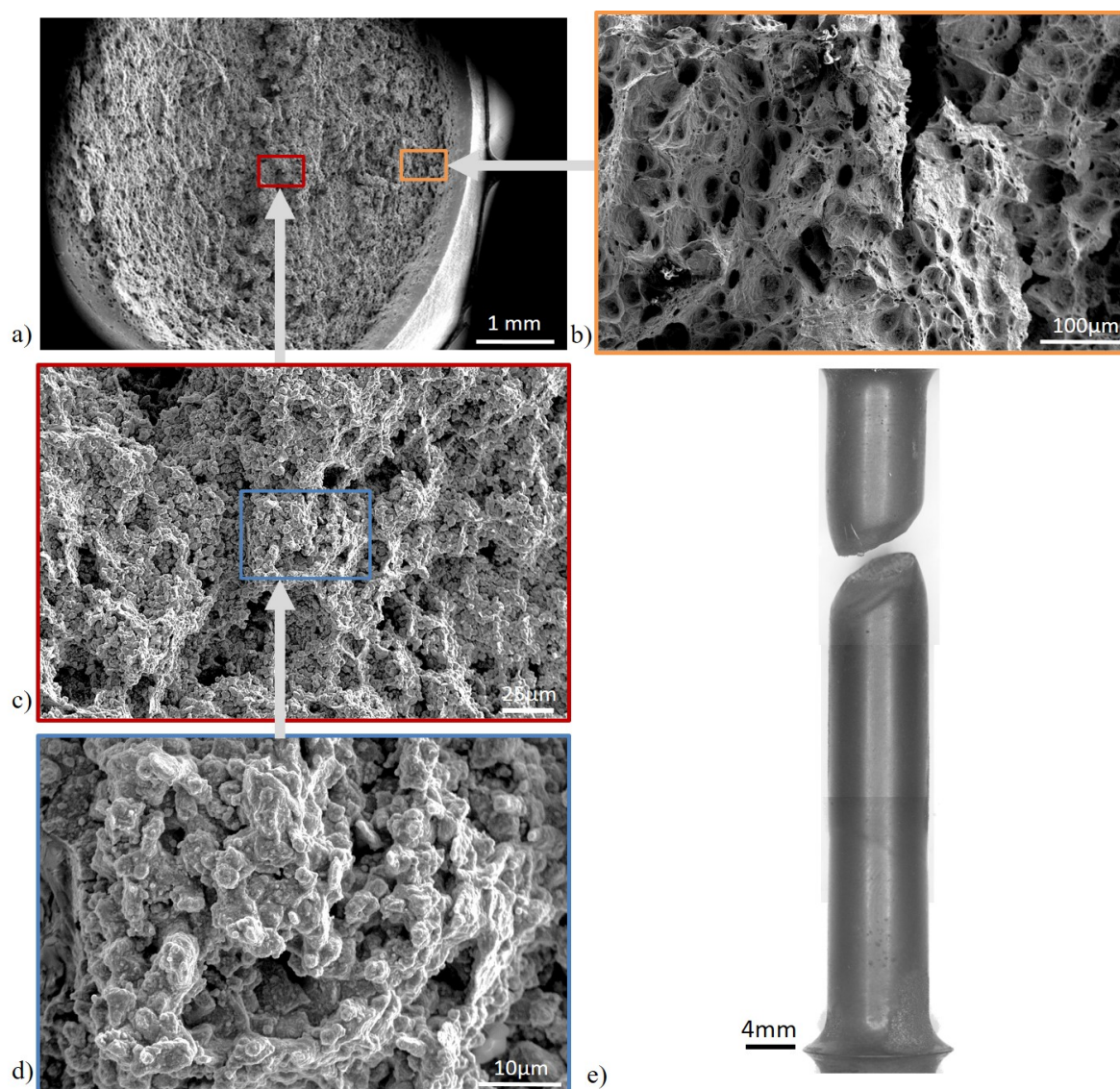


FIGURE 4.4 – Série de macrographies, obtenues au MEB en mode SE, du faciès de rupture de l'échantillon rompu après 5200 heures de fluage à 600 °C et 100 MPa, a) faciès global, b) grandissement du bord du faciès, c) et d) micrographies agrandies du coeur de l'échantillon. e) Montage de macrographies réalisé à partir d'observations à la binoculaire de l'échantillon entier rompu.

La Figure 4.4 montre l'échantillon rompu après 5200h, dans sa globalité (image e) et au niveau du faciès de rupture (images a-c)

Ce faciès de rupture se révèle être complexe. L'analyse au MEB révèle des cupules sur le bord du faciès, caractéristique d'une rupture ductile. Cette caractéristique est en accord avec l'observation de la striction faite précédemment. En revanche, ces cupules disparaissent au centre de l'éprouvette. La Figure 4.4 d est une micrographie MEB à fort grandissement sur la zone centrale de l'échantillon. Elle montre bien l'absence de cupules, mais ne présente pas non plus de plans de clivage. D'après le faciès, la rupture semble plutôt être intergranulaire par dé-cohésion.

#### 4.1.4 Endommagement par cavitation

Afin de vérifier si la rupture est bien fragile et intergranulaire, une analyse au microscope optique a été réalisée sur une coupe de l'échantillon à rupture, montrant les deux zones de striction (Figure 4.5). Une forte densité de cavités est observée le long du faciès de rupture. La cavitation semble être responsable de l'endommagement menant à une rupture partiellement intergranulaire. Il est possible d'observer deux bandes de cavités dans la deuxième ZAT, le long de la frontière entre la ICHAZ et le métal de base. Ces bandes de cavités sont situées exclusivement au coeur de l'échantillon et ne se propagent pas vers la surface. Les autres zones du joint soudé, le métal de base, la zone fondue mais également la FGHAZ, ne présentent pas de cavités d'après les analyses microscopiques. En revanche, de grandes cavités sphériques, des soufflures de soudage, sont présentes dans la zone fondue mais ne semblent pas s'être étendues durant l'essai.

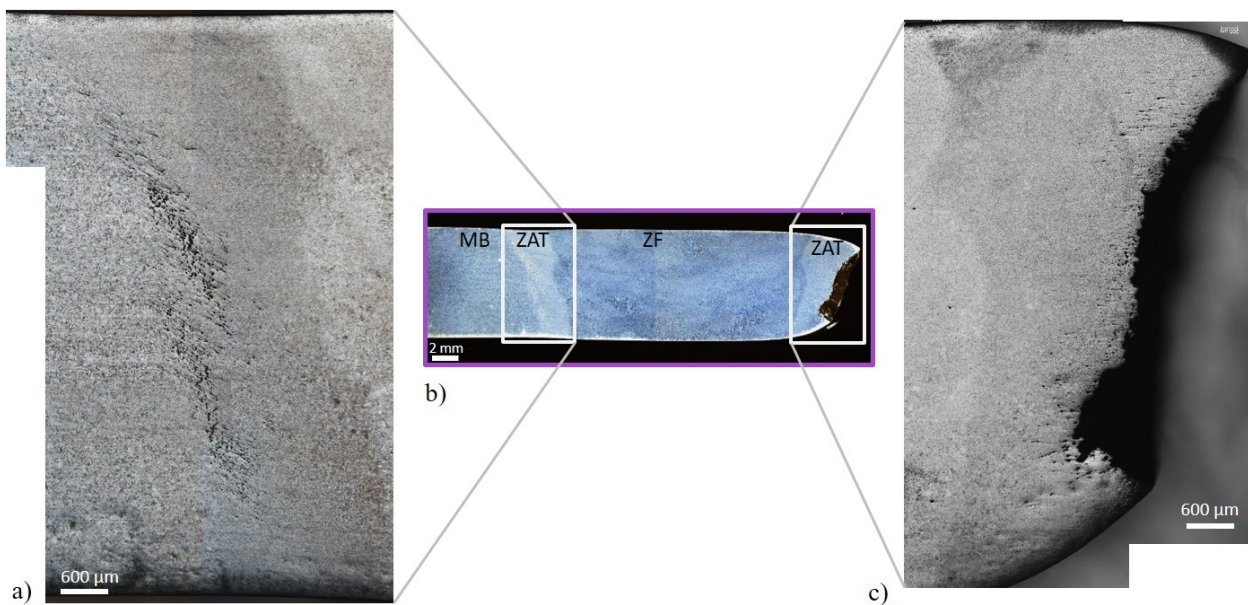


FIGURE 4.5 – Macrographies obtenues à la binoculaire, sur une coupe dans la longueur de l'échantillon rompu, après 5200 heures de fluage à 600 °C et 100 MPa, a) et c) agrandissement des ZAT et b) vision globale.

Cette analyse globale de la rupture a permis de confirmer le mode d'endommagement en fluage, menant à une rupture de type IV, c'est-à-dire dans la ICHAZ, proche du métal de base. D'après le faciès de rupture, il semble que cette dernière soit fragile et intergranulaire au centre de l'éprouvette, avec la formation de cavités et de fissures. Néanmoins, l'échantillon rompu présente une striction importante au niveau de la rupture qui se traduit par une déformation viscoplastique au bord de l'échantillon avec la présence de cupules et l'absence de cavités.

Une analyse fine des cavités a été réalisée dans la suite du projet, focalisée dans la ICHAZ sur les échantillons flués, avec les techniques de caractérisations au microscope électronique à balayage et la tomographie à rayons X.

## 4.2 Caractérisation des cavités

### 4.2.1 Analyse au microscope électronique à balayage

La caractérisation des cavités a été réalisée par microscope électronique à balayage sur les échantillons flués, (Figure 4.6). Aucune cavité n'a été observée pour l'échantillon de référence et celui flué pendant 500 heures. Quelques rares cavités, de très petites tailles (inférieure à  $4\ \mu\text{m}$  de diamètre), ont été détectées pour l'échantillon flué à 1500 heures. Concernant l'échantillon flué durant 2500 heures, quelques cavités sont présentes dans la ICHAZ mais leurs tailles restent relativement petites. Les échantillons flués pendant 4100 heures et 5200 heures contiennent une bande de cavités dans la ICHAZ, avec des tailles plus importantes.

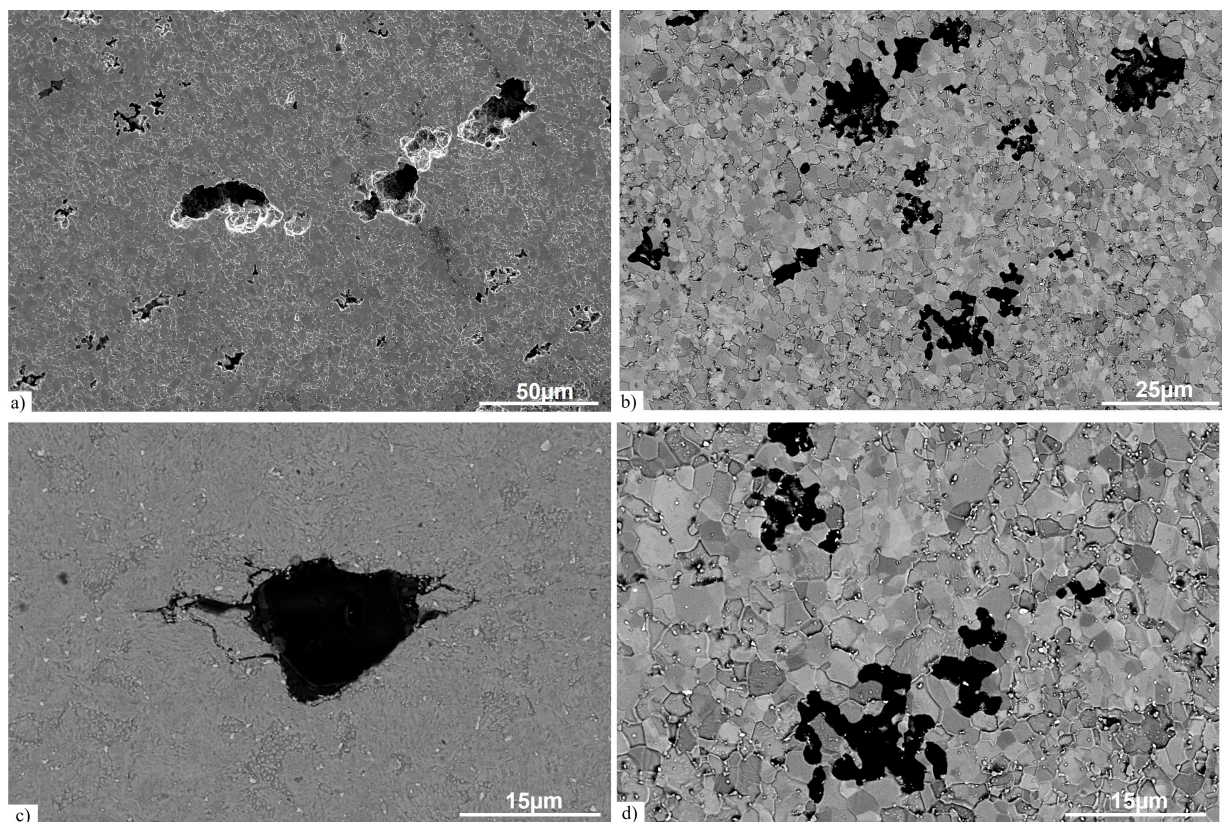


FIGURE 4.6 – Micrographies électroniques des cavités intergranulaires dans la ICHAZ de l'échantillon à rupture obtenues au MEB en mode SE (a) et (c)) et en mode BSE (b) et d)).

Les micrographies obtenues au MEB, (Figure 4.6) font apparaître les cavités en noir sur un fond gris de la microstructure. Elles montrent que ces cavités sont situées au niveau des joints de grains, ce qui confirme leur caractère intergranulaire. Plusieurs niveaux de croissance des cavités sont mis en évidence sur les images MEB. Il est possible de voir des petites cavités isolées entre les grains, mais également des groupes de cavités voisines, de taille moyenne. Sur l'image 4.6 c MEB à fort grandissement, la cavité est prolongée par des fissures au niveau des joints de grains. L'extension des fissures le long de certains joints de grains laisse supposer que les cavités

groupées pourraient être connectées dans la masse, ce que l'observation en surface ne permet pas de vérifier. Il est également possible de remarquer sur l'image de la Figure 4.6 d, que les grains ne sont pas déformés entre les cavités. Ainsi, l'apparition des cavités ne serait pas uniquement un phénomène visco-plastique.

Une analyse semi-quantitative au MEB a été mise en place pour étudier les échantillons présentant des cavités, c'est-à-dire flués à 2500h, 4100h, et 5200h. Pour cela, plusieurs images BSE ont permis de reconstruire la ZAT dans sa globalité (Figure 4.7 a) pour être traitées avec le logiciel de traitement d'images ImageJ (Figure 4.7 b). Les cavités apparaissant en noir, un seuillage des niveaux de gris a permis de les isoler et de déterminer leurs positions et leurs diamètres. La résolution et le grandissement utilisés limitent la taille de détection minimale des cavités (en particulier les fissures intergranulaires). La Figure 4.7 a est une composition de 25 images avec un grandissement  $\times 100$ .

Les diagrammes à doubles ordonnées de la Figure 4.8 mettent en parallèle l'évolution du nombre de cavités détectées et leur diamètre, en fonction de la position dans l'échantillon. La surface analysée est identique pour chaque échantillon. Les intervalles discrets en abscisse défilent de la ligne de fusion jusque dans le métal de base (le principe est illustré sur la Figure 4.7). Le nombre de cavités, représenté par un histogramme sur la Figure 4.8, a été mesuré tous les  $200 \mu m$  de la surface d'analyse (4 mm de largeur par 4 mm de hauteur). Le diamètre des cavités, illustré par un nuage de points sur la Figure 4.7, a été déterminé d'après le diamètre de cercle équivalent.

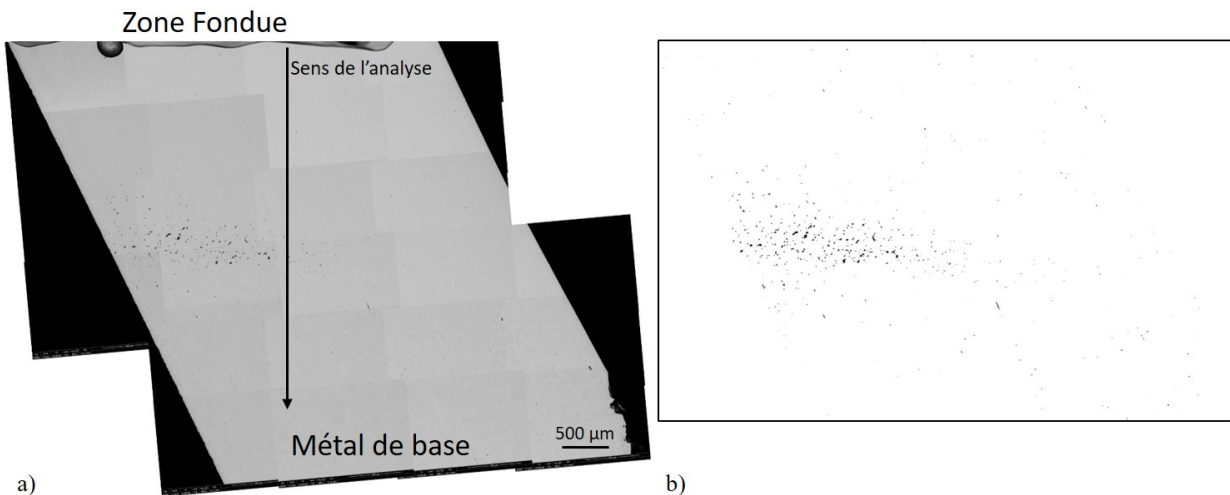


FIGURE 4.7 – a) Montage de micrographies MEB-BSE pour couvrir l'ensemble de la ZAT de l'échantillon flué à 4100h, b) Seuillage à l'aide du logiciel de traitement d'image ImageJ®.

La Figure 4.8 a (2500 heures de fluage) montre une faible densité de cavités, de petites tailles, réparties uniformément sur une plage de 2.5 mm, de part et d'autre de la frontière entre la ZAT et le métal de base (trait pointillé). Par la suite, l'augmentation du nombre et de la taille des cavités se concentrent au niveau de cette zone, sur une plage de 2 mm. La fréquence

maximale du nombre de cavités est située dans la ICHAZ, à environ 2mm de la ligne de fusion. La taille maximale des cavités dans la ICHAZ passe de  $13.54 \mu\text{m}$  à 2500 heures à  $62.67 \mu\text{m}$  pour l'échantillon à rupture (Tableau 4.3). Il est possible de voir sur les graphiques que les tailles les plus importantes des cavités sont localisées au niveau du pic, c'est-à-dire dans la ICHAZ. Les cavités présentes dans le métal de base et la FGHAZ restent relativement petites (inférieure à  $10 \mu\text{m}$ ).

Une différence du nombre de cavités existe entre les deux ZAT de l'échantillon à rupture, ce qui pourrait signifier un retard d'endommagement de la deuxième ICHAZ par rapport à la ZAT de la rupture.

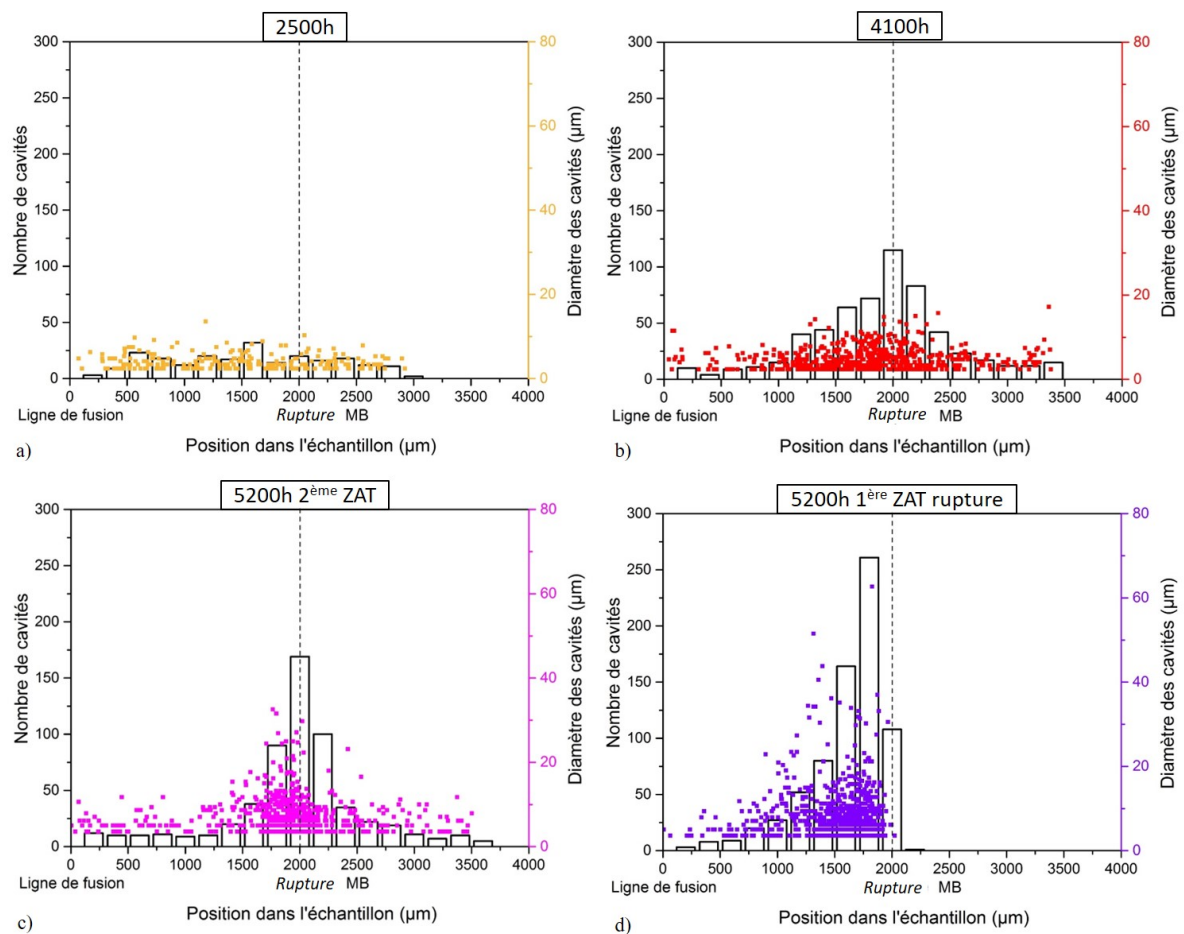


FIGURE 4.8 – Diagrammes à doubles ordonnées donnant le nombre de cavités (histogramme, avec l'échelle sur l'axe à gauche) et le diamètre des cavités (nuage de points, avec l'échelle sur l'axe à droite) en fonction de la position dans l'échantillon, en abscisse. Cette analyse est illustrée pour différents temps de sollicitation en fluage : a) 2500h, b) 4100h, c) 5200h pour la 2ème ZAT et d) 5200h pour la 1ère ZAT rompue. La surface analysée est identique pour chaque échantillon avec des intervalles discrets qui défilent de la ligne de fusion jusqu'au métal de base.

TABLE 4.3 – Évolution du diamètre moyen des cavités en fonction du temps de sollicitation en fluage (2500 heures - 5200 heures).

Diamètre ( $\mu\text{m}$ )	2500 heures	4100 heures	5200 heures 2ème ZAT	5200 heures 1ère ZAT
<b>Moyenne</b>	4,0	5,0	7,9	8,9
<b>Minimum</b>	2,4	2,4	3,5	3,5
<b>Maximum</b>	13,5	17,2	32,5	62,7

Certains auteurs ont étudié la cavitation par microscopie optique (Siefert et Parker, 2016 à 625°C et 80 MPa et Li *et al.*, 2009 à 600°C et 90 MPa). Ils observent une germination des cavités dans la ZAT à environ 20% de la durée de vie. Le nombre de cavités augmente jusqu'à environ 70% de la durée de vie du matériau. Néanmoins, les auteurs soulignent la dépendance de la densité de cavités par rapport au grandissement utilisé au microscope. Dans notre cas, les observations au MEB, même à fort grandissement n'ont pas permis d'observer suffisamment de cavités pour faire une analyse statistique quantitative avant 50% de la durée de vie en fluage. Cependant, la densité de cavités observées par les mêmes auteurs (Li *et al.*, 2009) est très faible à 20% de la durée de vie (Figure 4.9).

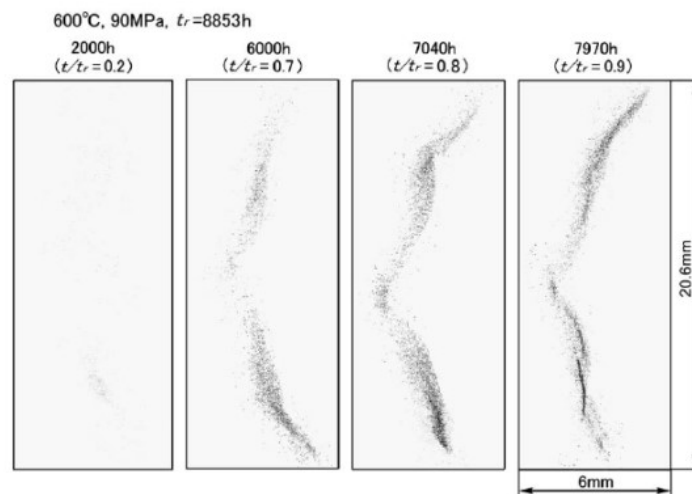


FIGURE 4.9 – Micrographies optiques montrant l'évolution des cavités dans la ZAT à différents stades de la durée de vie en fluage du Grade 91 (Li *et al.*, 2009).

La Figure 4.10 à double entrée en ordonnée, présente les résultats obtenus concernant l'évolution du nombre de cavités et de leur fraction surfacique par  $\text{mm}^2$ , en fonction du temps de fluage. Pour réaliser ce graphique, la même surface a été prise pour chaque échantillon et les cavités sélectionnées possèdent une surface supérieure à  $10 \mu\text{m}^2$ . Le nombre de cavités et la fraction surfacique pour la 2ème ZAT de l'échantillon à rupture ont été ajoutés sur le graphique, représentés par des symboles ronds. Ces points semblent être des états intermédiaires entre 4100h et

la rupture.

Sur cette Figure, le nombre de cavités apparent augmente de manière continue jusqu'à la rupture alors que la fraction surfacique des cavités augmente peu durant le fluage, puis rapidement après 4100 heures, c'est-à-dire à partir du stade III en fluage. Ce résultat indiquerait qu'à partir du stade III, la phase de coalescence des cavités débute.

Dans la littérature, Li, (Li *et al.*, 2009), observe une stabilisation du nombre de cavités à partir de 80% de la durée de vie. Cette différence peut s'expliquer soit par la résolution des analyses, soit par une phase de coalescence plus importante chez cet auteur.

La caractérisation MEB a montré que les cavités sont rassemblées dans une bande localisée à 2 mm de la ligne de fusion, c'est-à-dire dans la ICHAZ, proche du métal de base. L'endommagement par cavitation débute dès le stade II en fluage (20-30% de la durée de vie), avec la présence de petites cavités en faibles concentrations mais uniformes. Une bande de cavités apparaît dès 2500 heures et se renforce en densité et en taille avec le fluage.

Cette analyse reste semi-quantitative car il manque des informations en volume. En effet, la coupe 2D peut biaiser l'estimation du diamètre des cavités. Ce biais a été schématisé sur la Figure 4.11. L'observation 2D sous-estime le vrai diamètre dans le cas de cavités sphériques. Par contre, lorsque la forme est très complexe, comme sur la Figure 4.11, le diamètre peut être surestimé. Pour cela, il était intéressant de mener une étude en parallèle, par Tomographie X de laboratoire.

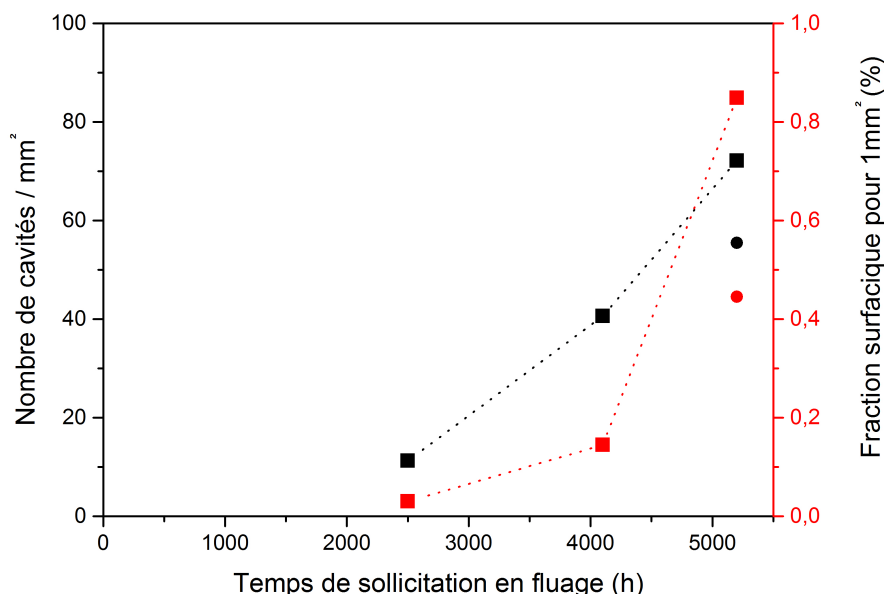


FIGURE 4.10 – Diagramme en double entrée en ordonnée permettant une mise en parallèle du nombre de cavités/mm<sup>2</sup> avec la fraction surfacique, pour 1 mm<sup>2</sup> dans la ZAT, en fonction du temps de sollicitation en fluage, porté en abscisse.

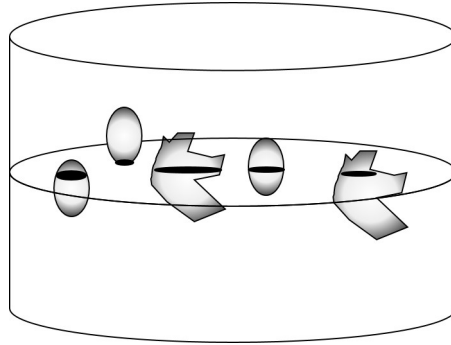


FIGURE 4.11 – Schématisation du biais de mesure de particules sur une coupe 2D, avec des sphères ou des formes plus complexes.

#### 4.2.2 Analyse et identification des conditions optimales en tomographie X de laboratoire

La technique de tomographie X, décrite dans le Chapitre 2, permet d'accéder à une information en volume, sur la localisation et la taille des cavités.

Cette technique est basée sur l'absorption des rayons X par la matière traversée. Pour améliorer le rapport signal sur bruit de fond, il a été décidé de réduire l'épaisseur des échantillons en découpant un quart de l'éprouvette cylindrique, pour avoir une épaisseur traversée maximale de 4 mm. Dans ces conditions, la résolution spatiale atteinte est de  $3 \mu m$  (taille de voxel de  $3 \mu m \times 3 \mu m \times 3 \mu m$ ) et la hauteur d'analyse d'environ 4 mm.

La détection des cavités se base sur un seuillage en niveaux de gris, d'après l'histogramme issu de l'analyse tomographique, (Figure 4.12 b). Cet histogramme représente le nombre de pixels en fonction de la nuance de gris (allant de 0, pour le noir, jusqu'à  $2^{16} = 65536$ , pour le blanc). Ces nuances représentent l'absorption plus ou moins élevée des rayons X par la matière, permettant l'identification des phases et des porosités. Un exemple d'histogramme et d'une coupe 2D de l'échantillon à 4100 heures de fluage sont présentés sur la Figure 4.12. Cet histogramme contient plusieurs pics de fréquence de nuances de gris, dont le premier pic est associé au fond. Le pic central, représentant le matériau, est relativement large, signifiant qu'un grand panel de nuances de gris compose l'image. Des pics secondaires de part et d'autre du pic principal, associés à des artefacts, se produisent généralement pour un matériau massif et métallique. Un artefact est visible sur la coupe 2D de la Figure 4.12 a. Les cavités -moins absorbantes- sont situées sur le flanc gauche du pic de la matrice, pour des niveaux de gris entre 20 000 et 30 000. Cela signifie que les nuances de gris qui composent les cavités ne se détachent pas de manière significative du matériau. Ainsi, en fonction du seuillage utilisé, du bruit de fond peut apparaître sur les reconstructions.

Le logiciel d'analyse VGstudio©, suite au seuillage, va identifier les pixels venant des cavités.



Ces dernières apparaissent en variation de couleur, suivant leur taille, sur les représentations 3D (Figures 4.13, 4.14).

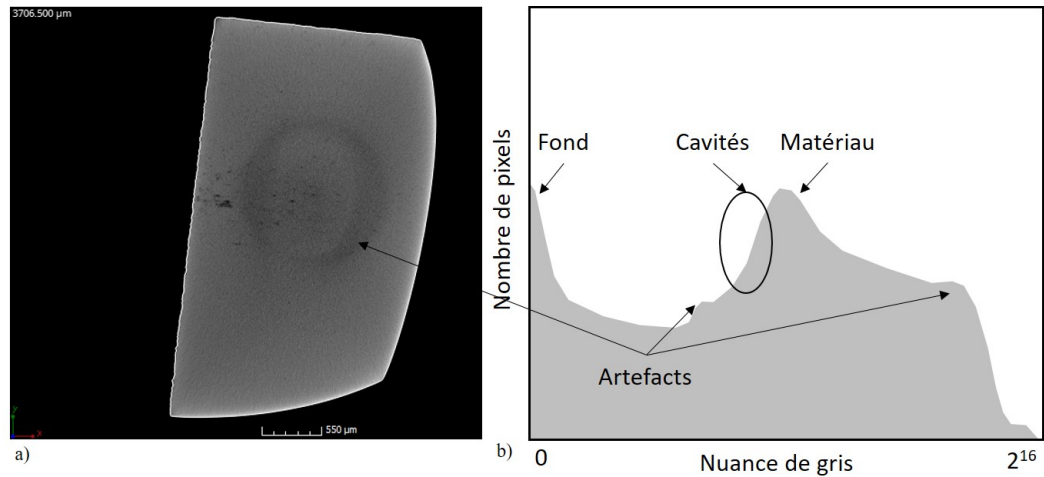


FIGURE 4.12 – a) Image d'une coupe 2D d'une caractérisation tomographique pour l'échantillon flué pendant 4100 heures, b) histogramme de niveaux de gris, associé à la coupe 2D.

Une première série de mesures centrées sur la ZAT a été faite sur chaque échantillon. Une partie des résultats est illustrée dans l'Annexe B. Aucune cavité n'a été détectée sur les échantillons de référence jusqu'à 2500 heures de fluage. Pour ce dernier échantillon, le MEB a révélé la présence de cavités dont les diamètres sont trop petits pour être détectées avec la tomographie X de laboratoire. En effet la résolution de  $3 \mu m$  ne permet pas de détecter des diamètres inférieurs à  $10 \mu m$ . L'étude en tomographie X s'est donc basée sur l'échantillon flué à 4100h et les deux ZAT de l'échantillon à rupture.

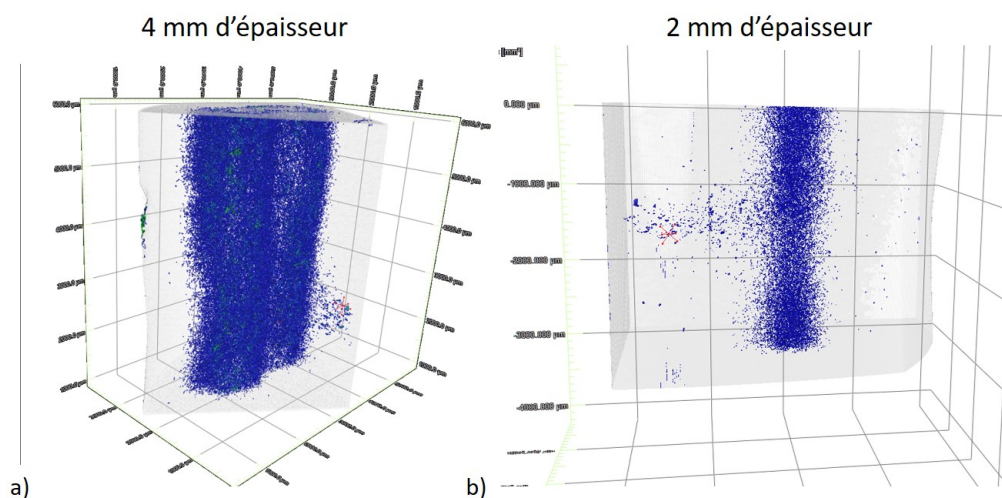


FIGURE 4.13 – Comparaison de l'analyse des cavités pour l'échantillon flué à 4100 heures sur a) un quart d'échantillon d'épaisseur 4 mm et sur b) un échantillon découpé d'épaisseur d'environ 2 mm.

Les premières tentatives de caractérisation des cavités par tomographie X se sont avérées compliquées. En effet, comme le montre la Figure 4.13 a, en fixant un seuillage en niveau de gris permettant de détecter les cavités, une colonne de bruit de fond apparaît au centre de l'échantillon et s'étale sur la quasi-totalité de l'épaisseur. La détection de la bande de cavités devient difficile même pour un seuillage relativement faible, ici 23000 sur la Figure 4.13 a. Ce phénomène signifie que les cavités sont trop petites pour cette résolution et que trop peu de pixels les composent, ne permettant pas de faire la distinction entre la matrice et les cavités.

Une deuxième découpe a été effectuée sur les échantillons afin de réduire encore leur épaisseur à 2 mm. La bande de cavités est dans ce cas réduite mais la qualité de l'analyse est améliorée (voir Figure 4.13 b avec un seuillage de 24000). Cette réduction d'épaisseur n'a pas été nécessaire sur la ZAT rompue, en raison de la striction.

Pour cette étude, la majorité des cavités sont de petites tailles, ce qui ne permet pas une bonne détection en tomographie X sur un échantillon massif et métallique. Une deuxième série d'essais a été réalisée sur un tomographe de laboratoire Tescan uniTOM XL qui a fourni des résultats similaires. Ainsi, l'analyse des cavités sur nos échantillons arrive aux limites des performances de la tomographie X de laboratoire. Pour améliorer nettement le rapport signal/bruit de fond en augmentant l'intensité du faisceau incident sur l'échantillon, la tomographie synchrotron se trouve très recommandée.

Trois seuillages, 24000, 25000 et 26000, ont été sélectionnés et utilisés pour détecter les cavités pour les trois échantillons de l'étude. Les résultats sont présentés sur la Figure 4.14. Ces images montrent que le seuillage influence beaucoup les résultats. Une colonne de bruit de fond apparaît au centre de l'échantillon pour les seuillages les plus élevés. Cette colonne de bruit de fond est due à un biais lors de la détection des cavités par le logiciel, qui identifie des pixels de la matrice comme des cavités. Pour le seuillage le plus faible, 24000, la colonne de bruit de fond est moins présente mais la bande de cavités est également réduite. La zone d'analyse a été réduite en largeur et en hauteur pendant le post-traitement afin de ne pas prendre en compte le bruit de fond.

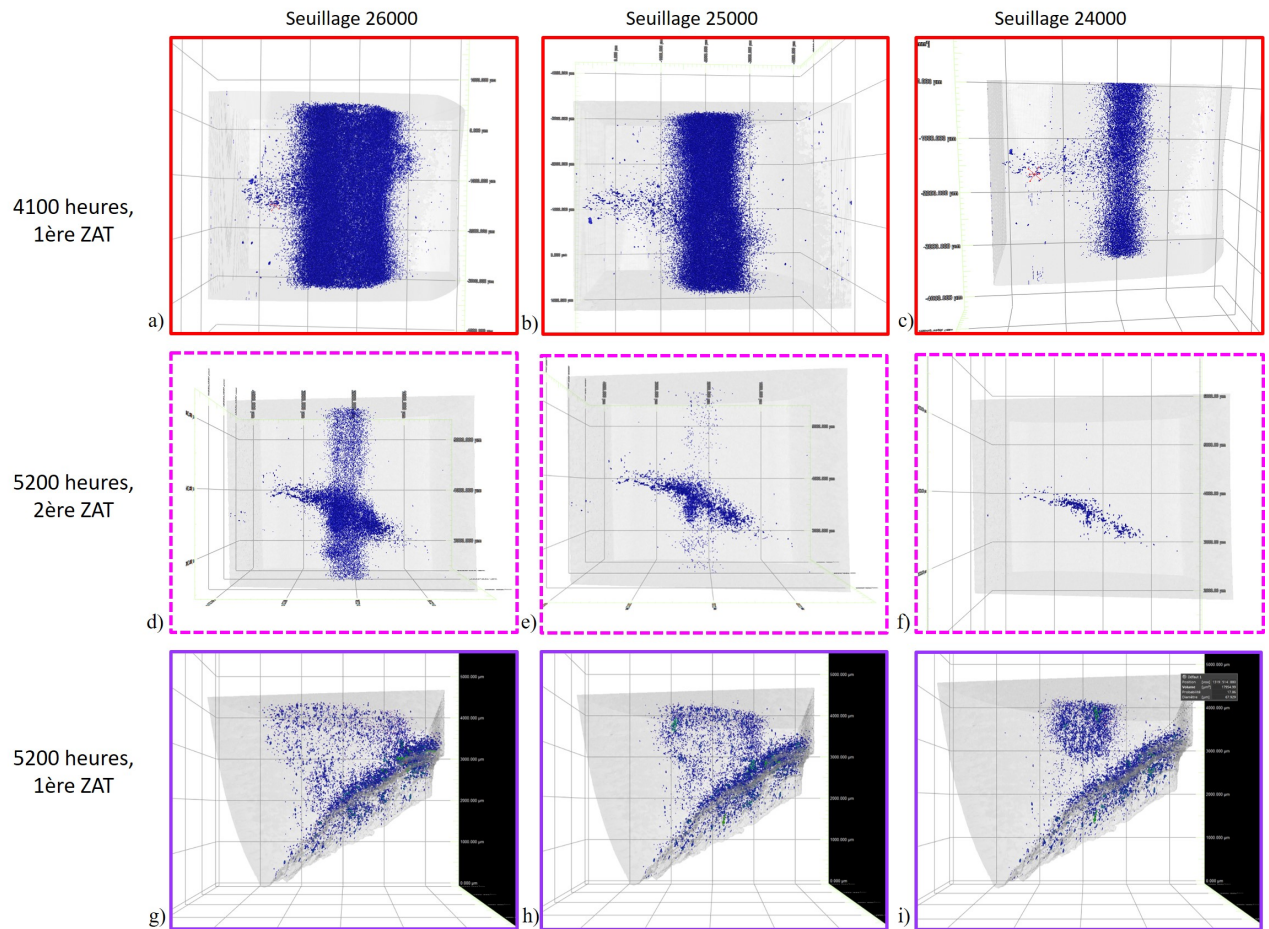


FIGURE 4.14 – Évolution de la qualité de définition des cavités, en fonction de la variation du seuillage du niveau de gris, 26000, 25000, 24000, respectivement a), b), c) pour l'échantillon flué à 4100 heures, d), e), f) pour l'échantillon flué 5200 heures la 2ème ZAT et g), h), i) pour l'échantillon flué 5200 heures la 1ère ZAT.

Pour déterminer les dimensions, le diamètre des cavités a été illustré en fonction de la position dans la largeur pour l'échantillon à 4100 heures, sur la Figure 4.15. La colonne de bruit de fond apparaît clairement sur ce graphique. Les fausses cavités détectées dans la colonne de bruit possèdent des diamètres très variés qui peuvent atteindre des tailles importantes, rendant les filtres impossibles à utiliser.

D'après ce graphique, les dimensions adéquates pour l'ensemble des échantillons et des seuillages sont de  $580 \mu\text{m}$  de largeur, de  $2300 \mu\text{m}$  de hauteur sur l'ensemble de la longueur, pour avoir les informations à cœur et en surface de l'échantillon, (Figure 4.15 b et 4.15 c).

La Figure 4.16 présente une comparaison du nombre de cavités suivant la position de l'échantillon pour différents seuillages pour l'échantillon à 4100h et à la rupture. Il est possible de voir, pour l'échantillon à 4100 heures, Figure 4.16 a, une forte augmentation du nombre de cavités pour le seuillage à 26000, au centre de l'échantillon. Cela signifie que la zone d'analyse pour ce seuillage comporte encore du bruit de fond. Ce phénomène n'est pas visible pour les autres

seuillages et pour l'échantillon à rupture. Le seuillage à 25000, possédant un nombre plus important de cavités mais ne présentant pas de pic représentatif du bruit de fond, semble être le seuillage optimal pour mener cette étude.

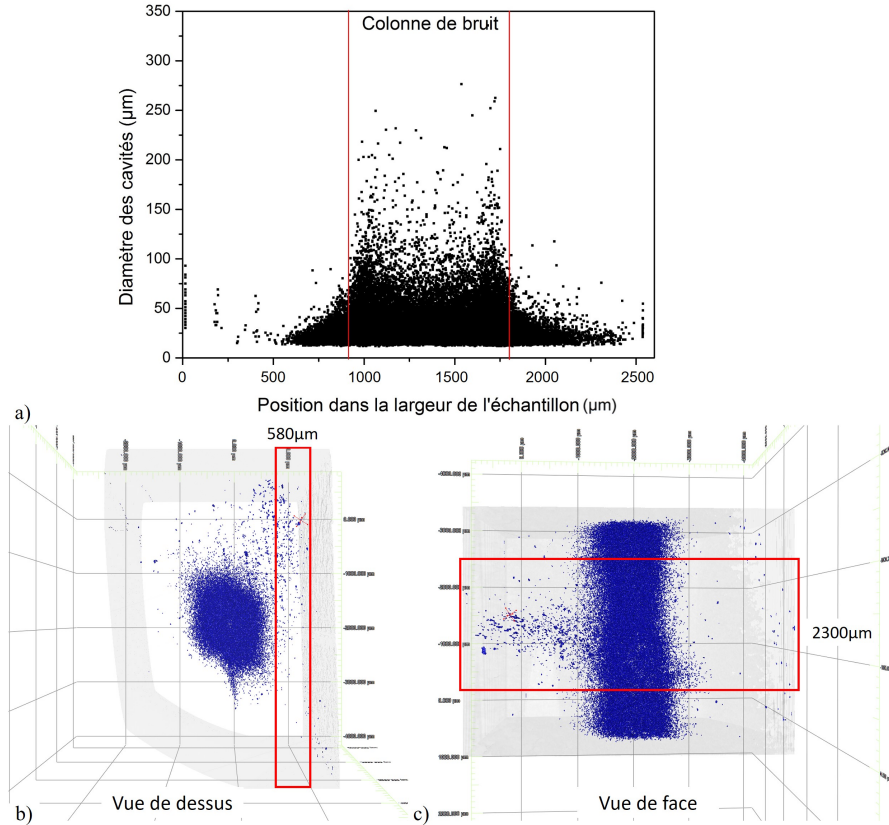


FIGURE 4.15 – Analyse tomographique des cavités sur l'échantillon flué à 4100 heures a) Variation du diamètre des cavités en fonction de la position le long de l'échantillon, b) et c) définition des dimensions d'analyse sur les images 3D.

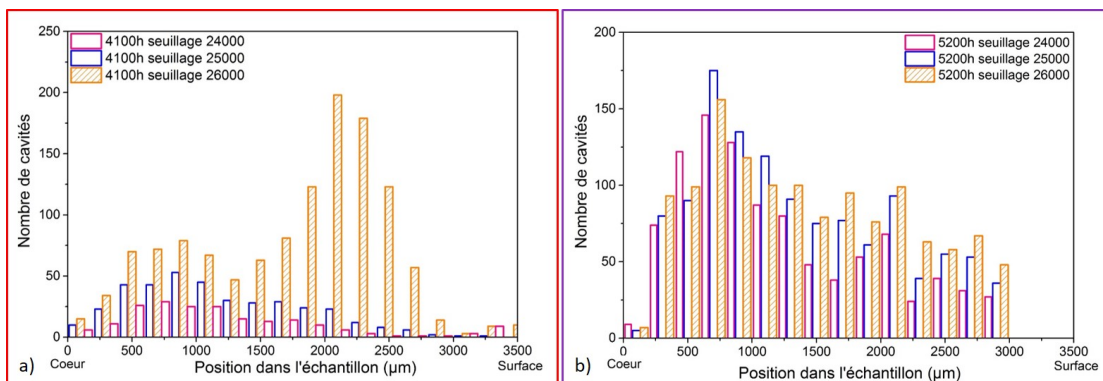


FIGURE 4.16 – Variation du nombre de cavités suivant la position dans la ZAT, en fonction de trois valeurs de seuillages, 24000, 25000 et 26000 a) pour l'échantillon flué à 4100h et b) l'échantillon à rupture.

### 4.2.3 Résultats de l'analyse en tomographie X

La Figure 4.17 a illustre une reconstruction tomographique de la 2ème ZAT de l'échantillon flué pendant 4100 heures. Sur l'image 3D, des soufflures apparaissent, localisées dans la zone fondue (en bas de l'échantillon), avec des tailles relativement importantes par rapport aux cavités de fluage (diamètre des soufflures pouvant atteindre jusqu'à  $400 \mu m$ ). La bande de cavités de fluage est bien visible au milieu de l'échantillon, au niveau de la ICHAZ. Les cavités sont localisées à une hauteur particulière formant une bande d'environ 1 mm de haut. La hauteur de la bande détectée en tomographie X est plus étroite que celles de 2 mm obtenue au MEB.

La technique de la tomographie X permet d'observer la forme des cavités de grande taille. Deux exemples sont présentés sur la Figure 4.17 b et c. Les cavités semblent avoir une forme lamellaire, qui suit les joints de grains. Sur la Figure 4.17 b il est possible de voir que des groupes de cavités voisines apparaissent connectées en plusieurs points pour former un réseau de cavités. Cette inter-connexion des cavités dans le volume de la ICHAZ peut être interprétée soit comme un début de coalescence des cavités, soit par une propagation à longue distance des fissures intergranulaires rencontrant des zones de faiblesse du matériau. Néanmoins, cette inter-connexion des cavités peut être masquée en analyse 2D et peut également induire un biais de mesure dans l'estimation du diamètre de cercle équivalent.

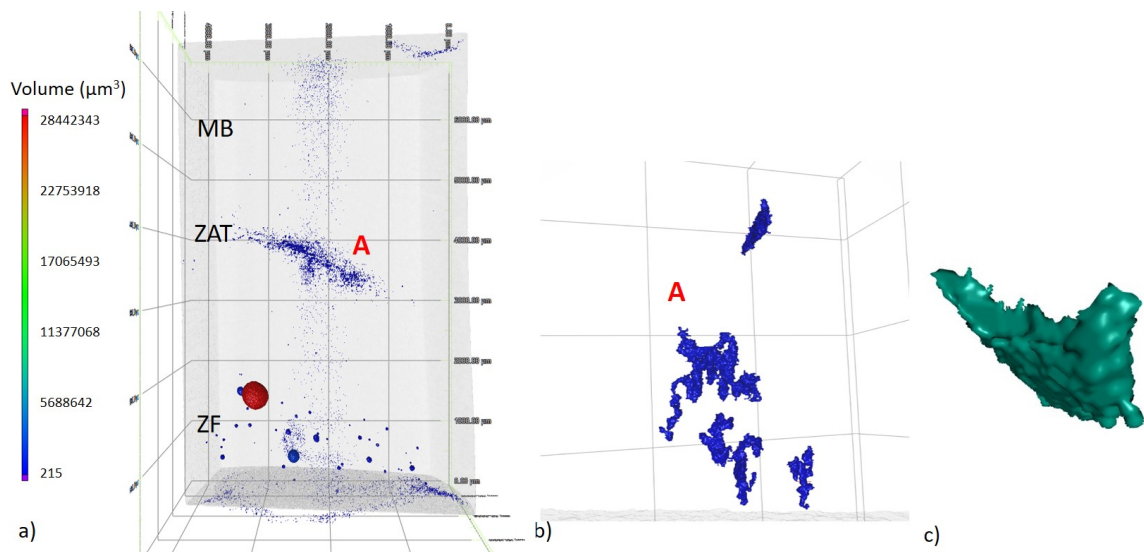


FIGURE 4.17 – a) Reconstruction 3D de l'analyse tomographique de la deuxième ZAT de l'échantillon flué à 5200h, b) et c) agrandissement des reconstructions 3D de cavités des grandes tailles, issues de l'échantillon à rupture.

Comme pour l'analyse au MEB, l'évolution aussi bien du nombre de cavités dans le volume d'étude que celle du diamètre des cavités en fonction de la position dans l'échantillon ont été répertoriées pour chaque échantillon (Figure 4.18) Les histogrammes des graphiques 4.18, montrent l'évolution du nombre de cavités dans la ZAT en fonction de la position, cette fois-ci du coeur jusqu'à la surface de l'échantillon. D'après ces Figures, le nombre de cavités augmente au cours

du fluage de manière globale. Néanmoins un pic de forte densité se forme au coeur de l'échantillon, excepté pour la 2ème ZAT de l'échantillon à rupture. Ce phénomène sera plus détaillé dans le Chapitre 6.

Les nuages de points sur les graphiques 4.18, définissent le diamètre des cavités dans la ZAT en fonction de la position, du coeur jusqu'à la surface de l'échantillon. Ces derniers augmentent avec le temps de sollicitation en fluage, avec les tailles les plus importantes situées au niveau du pic de densité.

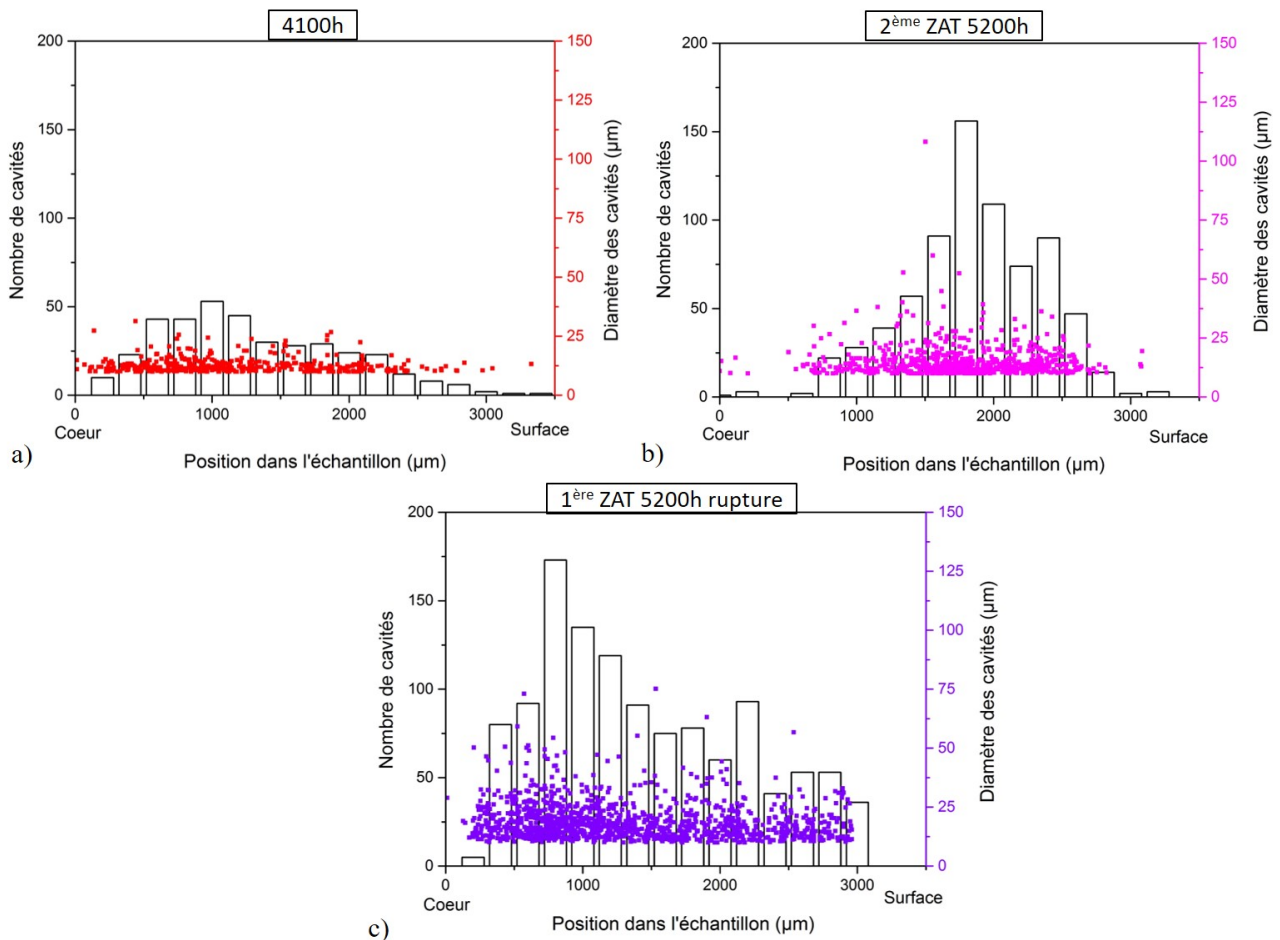


FIGURE 4.18 – Diagrammes à doubles ordonnées donnant le nombre de cavités (histogramme, avec l'échelle sur l'axe à gauche) et le diamètre des cavités (nuage de points, avec l'échelle sur l'axe à droite) en fonction de la position dans l'échantillon, en abscisse. Cette analyse est illustrée pour différents temps de sollicitation en fluage : a) 4100h, b) 5200h pour la 2ème ZAT et c) 5200h pour la 1ère ZAT. La surface analysée est identique pour chaque échantillon avec des intervalles discrets qui défilent du coeur de l'échantillon jusqu'à la surface.

Le graphique à double ordonnée de la Figure 4.19 résume les évolutions de la densité de cavités et de la fraction volumique par  $mm^3$  au cours du fluage. Le graphique confirme les évolutions précédentes, avec une augmentation du nombre et du diamètre des cavités au cours du fluage. Les diamètres moyen, minimal et maximal des cavités, dans les différents échantillons sont notés

dans le Tableau 4.4. La taille minimale de cavités détectée avec cette technique est bien aux environs de  $10\mu m$ , comme il était attendu avec cette résolution. Ce minimum est présent pour chaque échantillon, signifiant la présence de petites cavités jusqu'à la rupture.

La deuxième ZAT de l'échantillon rompu présente un endommagement intermédiaire entre 4100h et la rupture. Cette zone possède un diamètre de cavités maximal plus grand que la première ICHAZ, mais un diamètre moyen plus faible. Ainsi, la présence de cavités de taille importante, qui peut se traduire par le phénomène de coalescence, commence à apparaître après 4100 heures de fluage.

TABLE 4.4 – Analyse de la taille des cavités pour les échantillons flués pendant 4100 et 5200 heures, d'après les analyses tomographiques sur le volume restreint.

Diamètre ( $\mu m$ )	4100 heures	5200 heures 2ème ZAT	5200 heures 1ère ZAT
Moyenne	12,8	14,8	19,0
Minimum	9,9	9,9	9,9
Maximum	31,3	108,2	75,1

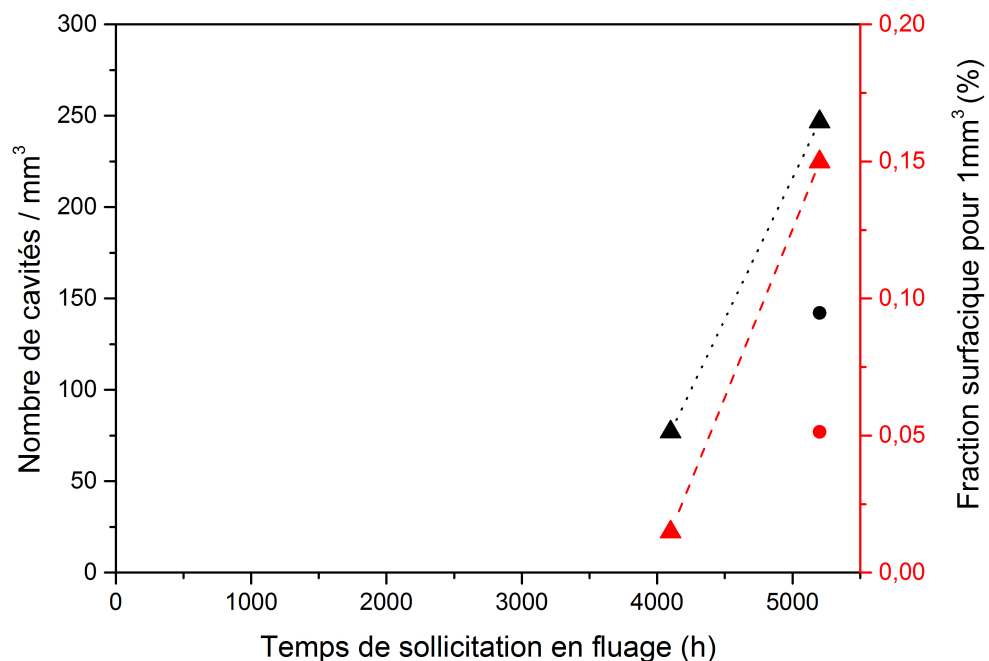


FIGURE 4.19 – Diagramme en double entrée en ordonnée de l'évolution du nombre de cavités/ $mm^3$  (à gauche) et de la fraction volumique pour  $1 mm^3$  (à droite), dans la ICHAZ, en fonction du temps de sollicitation en fluage.

Comparativement avec les analyses MEB, les évolutions sont similaires, le nombre de cavités continue à augmenter jusqu'à la rupture, accompagné d'une augmentation de leur fraction volumique. Les tailles de cavités mesurées par tomographie X sont supérieures à celles mesurées au MEB. Comme il était attendu, la taille des cavités est sous-estimée en analyse 2D, mais permet d'accéder à des diamètres plus petits.

Pour conclure sur l'analyse des cavités, durant le fluage à 600 °C sous une contrainte de 100 MPa, l'acier subit un endommagement croissant. Une bande de cavités apparaît à partir de 2500 heures de fluage, c'est-à-dire au milieu du stade II de fluage. Cette bande est localisée au coeur de l'échantillon, au niveau de la ICHAZ, proche du métal de base. Le nombre de cavités augmente de manière sensiblement linéaire de 2500 heures de fluage jusqu'à la rupture, pour atteindre une densité de 250 cavités par  $mm^2$  dans la ICHAZ. La taille des cavités augmente drastiquement à partir de 4100 heures, c'est-à-dire au cours du stade III de fluage. L'analyse tomographique aux rayons X a permis une analyse 3D des cavités et ainsi de voir la présence d'inter-connexions à la rupture, confirmant le phénomène de coalescence. Malgré les résultats obtenues, cette étude a permis de souligner que la tomographie X de laboratoire ne semble pas adaptée pour la caractérisation des cavités de fluage dans le joint soudé en Grade 91. Il serait intéressant de caractériser ces dernières en tomographie X en rayonnement synchrotron afin d'améliorer la résolution et le rapport signal sur bruit.

*Ces observations sur les cavités nous ont mené à nous questionner sur l'origine de leur formation ainsi que sur leur rôle dans le comportement ultérieur du joint soudé.*



### 4.3 Détermination des contraintes internes

Pour répondre aux questions soulevées dans le paragraphe 4.2.3, nous avons entrepris une caractérisation des contraintes internes par diffraction des rayons X (DRX) en rayonnement synchrotron.

Certains auteurs se sont intéressés à la répartition des contraintes internes pour expliquer le phénomène de cavitation. Ils estiment que la concentration des déformations et le fort taux de triaxialité influencent la distribution des cavités. En effet, il est établi que les lacunes diffusent des zones à contraintes triaxiales peu élevées vers les zones à contraintes triaxiales élevées, (Abd El-Azim, El-Desoky, *et al.*, 2013; Li *et al.*, 2009; Watanabe *et al.*, 2005; Ogata, Sakai, et Yaguchi, 2010). Ces hypothèses sont issues de simulations numériques et n'ont pas été vérifiées expérimentalement, ce qui suggère le développement d'une étude. Pour cela nous avons cherché à suivre l'évolution des contraintes le long du joint soudé durant le fluage. Cette évolution des contraintes sera abordée dans les paragraphes qui suivent.

#### 4.3.1 Mesure des contraintes par la méthode des $\sin^2 \Psi$

Les essais *in situ* réalisés sur la ligne P21 de PETRA III au synchrotron de Desy à Hambourg ont été décrits dans le Chapitre 2, paragraphe 2.3.4.2. Ces essais permettent d'obtenir des diffractogrammes donnant l'intensité diffractée de l'angle de diffraction  $2\theta$  de Bragg. Comme nous l'avons vu dans le Chapitre 2, il est possible de mesurer la déformation élastique via la position des pics de diffraction :

$$\epsilon_n = \ln\left(\frac{\sin\theta_0}{\sin\theta}\right) \quad (4.3)$$

avec

- $\epsilon_n$  : la déformation mesurée,
- $2\theta$  : la position du pic du réseau déformé,
- $2\theta_0$  : la position du pic du réseau non déformé.

Ainsi, avec la détermination de la déformation élastique mesurée, il est possible de déduire l'état de contrainte du matériau. Pour notre projet, nous avons utilisé la méthode des  $\sin^2 \Psi$ , (Geandier, 2002; Laboratoire LM3/MET-X; Lodini and Baudin, 2012; He, 2009).

La méthode des  $\sin^2 \Psi$  repose sur la détermination de l'équation de la déformation mesurée dans la direction  $\vec{n}$  (Figure 4.20). Cette direction a comme composantes  $(\sin\Psi \cdot \cos\Phi; \sin\Psi \cdot \sin\Phi; \cos\Psi)$ . La déformation mesurée  $\epsilon_{\Phi\Psi}$  est définie par la projection du tenseur de déformation  $\bar{\epsilon}$  sur la direction de mesure  $\vec{n}$  :

$$\epsilon_{\Phi\Psi} = n \cdot \bar{\epsilon} \cdot n^t \quad (4.4)$$

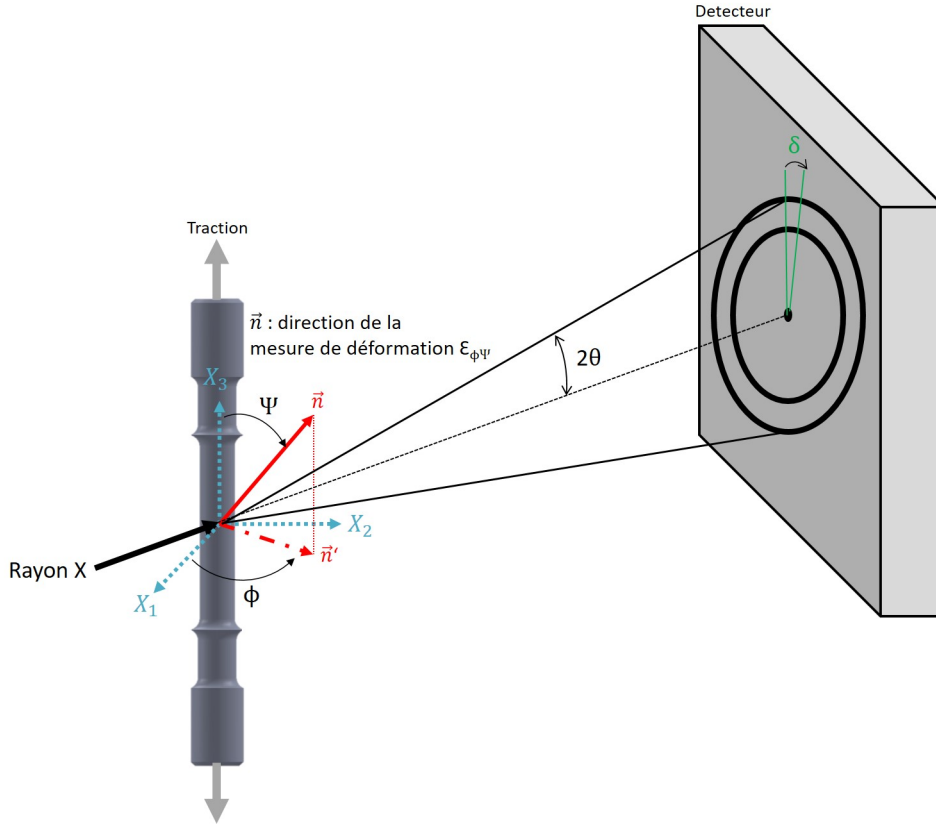


FIGURE 4.20 – Schématisation des repères utilisés pour l'analyse  $\sin^2 \Psi$ , a) illustration de la direction de la mesure de déformation et des angles  $\Psi$  et  $\Phi$ , b) définition des contraintes  $\sigma_{11}$ ,  $\sigma_{22}$ ,  $\sigma_{33}$  lors d'un essai DRX sur nos éprouvettes.

Cette relation peut s'écrire sous forme matricielle suivante :

$$\begin{bmatrix} \sin\Psi \cdot \cos\Phi & \sin\Psi \cdot \sin\Phi & \cos\Psi \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \epsilon_{11} & \epsilon_{12} & \epsilon_{13} \\ \epsilon_{12} & \epsilon_{22} & \epsilon_{23} \\ \epsilon_{13} & \epsilon_{23} & \epsilon_{33} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \sin\Psi \cdot \cos\Phi \\ \sin\Psi \cdot \sin\Phi \\ \cos\Psi \end{bmatrix}$$

Après développement, l'équation 4.4 devient :

$$\epsilon_{\phi\Psi} = \sin^2\Psi \cos^2\Phi \epsilon_{11} + \sin^2\Psi \sin^2\Phi \epsilon_{22} + \cos^2\Psi \epsilon_{33} + \sin^2\Psi \sin 2\Phi \epsilon_{12} + \sin^2\Phi \sin 2\Psi \epsilon_{23} + \cos^2\Phi \sin 2\Psi \epsilon_{13} \quad (4.5)$$

Dans le cas d'un état triaxial de contraintes, les relations contraintes-déformations sont définies par :

$$\epsilon_{ij} = \frac{1+\nu}{E} \sigma_{ij} - \frac{\nu}{E} \delta_{ij} \sigma_{kk} \quad (4.6)$$

$$\text{avec, } \delta_{ij} = 1 \text{ si } i=j \text{ et } \delta_{ij} = 0 \text{ si } i \neq j : \left\{ \begin{array}{l} \epsilon_{11} = \frac{1}{E}\sigma_{11} - \frac{\nu}{E}\sigma_{22} - \frac{\nu}{E}\sigma_{33} \\ \epsilon_{22} = \frac{1}{E}\sigma_{22} - \frac{\nu}{E}\sigma_{11} - \frac{\nu}{E}\sigma_{33} \\ \epsilon_{33} = \frac{1}{E}\sigma_{33} - \frac{\nu}{E}\sigma_{11} - \frac{\nu}{E}\sigma_{22} \\ \epsilon_{12} = \frac{1+\nu}{E}\sigma_{12} \\ \epsilon_{13} = \frac{1+\nu}{E}\sigma_{13} \\ \epsilon_{23} = \frac{1+\nu}{E}\sigma_{23} \end{array} \right.$$

En exprimant les déformations en fonction des contraintes, l'équation 4.6 devient :

$$\epsilon_{\Phi\Psi} = \frac{1+\nu}{E}(\sigma_{11}\cos^2\Phi + \sigma_{12}\sin 2\Phi + \sigma_{22}\sin^2\Phi - \sigma_{33})\sin^2\Psi + \frac{1+\nu}{E}\sigma_{33} - \frac{\nu}{E}(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) + \frac{1+\nu}{E}(\sigma_{13}\cos\Phi + \sigma_{23}\sin\Phi)\sin 2\Psi \quad (4.7)$$

Dans cette dernière équation, il est possible d'identifier certains termes représentant des contraintes particulières. La trace du tenseur des contraintes est définie par  $Tr(\sigma) = (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33})$ , la contrainte normale dans la direction  $\Phi$  est  $\sigma_{\Phi} = (\sigma_{11}\cos^2\Phi + \sigma_{12}\sin 2\Phi + \sigma_{22}\sin^2\Phi)$  et la contrainte de cisaillement dans la direction  $\Phi$  est  $\tau_{\Phi} = (\sigma_{13}\cos\Phi + \sigma_{23}\sin\Phi)$ . Ainsi l'équation 4.7 peut être simplifiée par l'écriture :

$$\epsilon_{\Phi\Psi} = \frac{1+\nu}{E}(\sigma_{\Phi} - \sigma_{33})\sin^2\Psi + \frac{1+\nu}{E}\sigma_{33} - \frac{\nu}{E}Tr(\sigma) + \frac{1+\nu}{E}\tau_{\Phi}\sin 2\Psi \quad (4.8)$$

ou encore :

$$\epsilon_{\Phi\Psi} = \frac{1}{2}S_2(\sigma_{\Phi} - \sigma_{33})\sin^2\Psi + \frac{1}{2}S_2\sigma_{33} + S_1Tr(\sigma) + \frac{1}{2}S_2\tau_{\Phi}\sin 2\Psi \quad (4.9)$$

avec,

- $\frac{1}{2}S_2 = \frac{1+\nu}{E}$
- $S_1 = -\frac{\nu}{E}$

L'angle  $\Psi$  peut être défini d'après les transformations par les angles  $\delta$  (fixé pour intégrer les anneaux de diffraction),  $\theta$  (la position du pic de diffraction) et  $\gamma$  (le tilt de l'échantillon, nul dans notre cas), (Heidelbach *et al.*, 1999) :

$$\cos\Psi = A \left( \left\{ 1 - \left[ \frac{(\sin^2\theta\sin^2\delta)}{(1-A^2)} \right] \right\} \times \left\{ 1 - \left[ \frac{(\sin^2\gamma\sin^2\delta)}{(1-A^2)} \right] \right\} \right)^{1/2} - \frac{(\sin\gamma\sin\theta\sin^2\delta)}{(1-A^2)} \quad (4.10)$$

$$A = \cos\theta\cos\gamma + \sin\theta\sin\gamma\cos\delta \quad (4.11)$$

Dans notre cas,  $\sin^2\Psi$  se simplifie par l'équation suivante :

$$\boxed{\sin^2\Psi = 1 - (\cos\theta^2(1 - \sin^2\delta))} \quad (4.12)$$

Dans le cas général des contraintes triaxiales, la courbe  $\epsilon_{\Phi\Psi}$  en fonction de  $\sin^2\Psi$ , schématisée sur la Figure 4.21, possède comme paramètres :

- origine =  $\frac{1+\nu}{E}\sigma_{33} - \frac{\nu}{E}(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) = \frac{1}{2}S_2\sigma_{33} + S_1Tr(\sigma)$
- pente =  $\frac{1+\nu}{E}(\sigma_{11} \cdot \cos^2\Phi + \sigma_{12} \cdot \sin 2\Phi + \sigma_{22} \cdot \sin^2\Phi - \sigma_{33}) = \frac{1}{2}S_2(\sigma_{\Phi} - \sigma_{33})$
- ouverture =  $\frac{1+\nu}{E}(\sigma_{13} \cdot \cos\Phi + \sigma_{23} \cdot \sin\Phi) = \frac{1}{2}S_2\tau_{\Phi}$

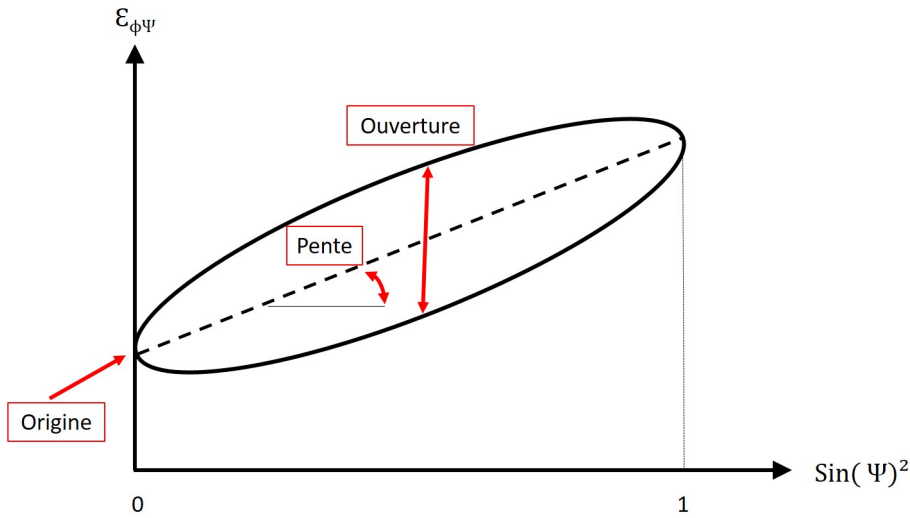


FIGURE 4.21 – Représentation schématique graphique de la courbe elliptique  $\epsilon_{\Phi\Psi}$  en fonction de  $\sin^2\Psi$ , dans le cas de contraintes triaxiales.

### 4.3.2 Démarche expérimentale

Les essais DRX au synchrotron ont été menés sur les échantillons pré-flués pendant 500h, 1500h, 2500h et 4100h, remis en condition de fluage à 600 °C et 100 MPa. Deux échantillons de référence ont également été analysés en DRX, le premier sans contrainte ni température et le deuxième soumis à une température de 600 °C dans la machine de fluage (voir Chapitre 2). Les mesures ont été réalisées tous les 100μm le long du joint soudé pour couvrir l'ensemble des zones, dans une première direction de l'échantillon appelé, 0 °, puis après une rotation de l'échantillon à 90 ° (un schéma illustre l'orientation des échantillons lors des mesures, à la fin de cette partie, Figure 4.25).

Pour déterminer le tenseur complet des contraintes, il faut mesurer la déformation, dans plusieurs directions indépendantes, mais également déterminer les constantes d'élasticité radiocristallogra-

phiques. En effet, la diffraction des rayons X mesure la déformation moyenne des cristallites du volume d'analyse et non la déformation macroscopique. Or dans un matériau polycristallin, l'état de déformation des cristallites est généralement différent de l'état macroscopique. L'équation 4.13 de la déformation devient, avec les constantes radiocristallographiques  $S_1(hkl)$  et  $S_2(hkl)$  :

$$\epsilon_{\Phi\Psi} = \frac{1}{2}S_2(hkl) \cdot (\sigma_{\Phi} - \sigma_{33})\sin^2\Psi + \frac{1}{2}S_2(hkl) \cdot \sigma_{33} + S_1(hkl) \cdot Tr(\sigma) + \frac{1}{2}S_2(hkl) \cdot \tau_{\Phi}\sin 2\Psi \quad (4.13)$$

Suivant l'anisotropie du matériau, la différence entre les constantes macroscopiques et radiocristallographiques peut être plus ou moins importante. Dans le cas du fer  $\alpha$ , les écarts de contraintes pour les plans  $\{200\}$ ,  $\{211\}$  et  $\{222\}$  sont respectivement +25%, -6% et -17%. En faisant l'hypothèse que la différence entre les constantes radiocristallographiques et macroscopiques pour les plans  $\{211\}$  est également faible pour notre matériau, nous avons choisi d'étudier les variations du pic  $\{211\}$  pour analyser la déformation élastique macroscopique, (Laboratoire LM3/MET-X).

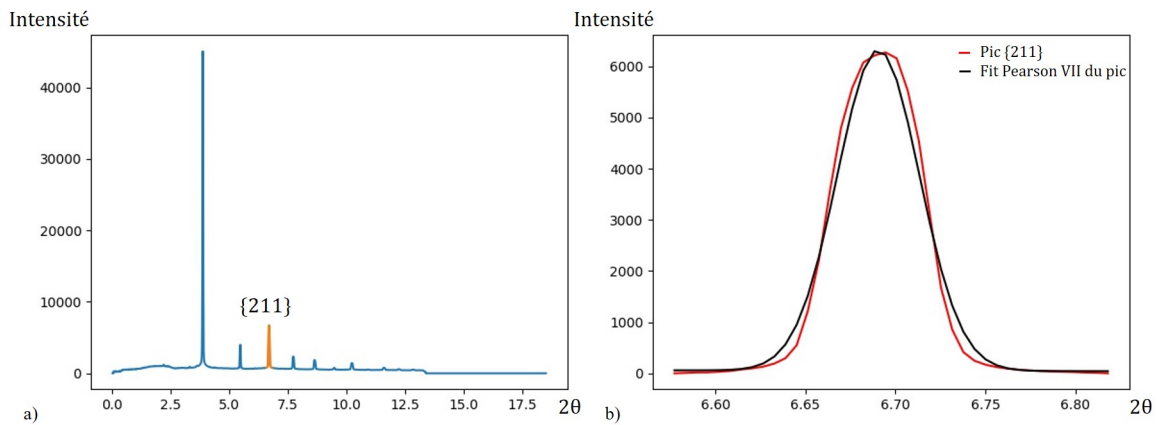


FIGURE 4.22 – a) Diffractogramme de l'intensité en fonction de la position  $2\theta$ , issu d'une mesure DRX en rayonnement synchrotron sur une position donnée d'un échantillon de l'étude. Le pic analysé  $\{211\}$  a été mis en orange. b) Grandissement du pic  $\{211\}$  avec le fit Pearson VII.

Pour l'utilisation de la méthode  $\sin^2\Psi$ , le pic  $\{211\}$  a été isolé du reste du diffractogramme (en orange sur la Figure 4.22 a) et le bruit de fond a été retiré. Une fonction Pearson VII a été utilisé afin de modéliser ce pic. Le résultat du fit accompagné du pic expérimental sont illustrés sur la Figure 4.22 b. Cette modélisation permet, entre autres, d'accéder à la position précise du pic de diffraction.

Ce fit n'est pas parfait en raison de la forme particulière du pic expérimental. En effet, l'épaisseur importante de l'échantillon lors des essais de DRX modifie la largeur du pic de diffraction. De plus, la microstructure martensitique revenue, qui est riche en dislocations et possédant une solution solide complexe, influence la forme du pic de diffraction. Ce phénomène est très accentué dans le métal de base, il est présent dans la ZAT et peu influant dans la zone fondue (comparaison illustrée sur la Figure C.2. Annexe C.) Néanmoins, la position du pic, qui est notre donnée recherchée, ne semble pas être altérée.

Avec la position du pic de diffraction, nous pouvons déterminer la déformation et le  $\sin^2 \Psi$ , comme expliqué précédemment. Cependant, il est nécessaire de connaître la position du pic du réseau non déformé  $\theta_0$ . Cette valeur peut être déterminée d'après une microstructure type sans contrainte résiduelle. L'utilisation d'un peigne permet d'isoler les microstructures et de relaxer les contraintes résiduelles grâce à des découpes très fines. Cette méthode reste néanmoins difficile à mettre en place et la relaxation des contraintes résiduelles n'est pas totalement garantie. Les essais sur le peigne nous ont fourni des valeurs de  $\theta_0$  aux environs de  $3,38^\circ$  pour le pic  $\{211\}$ . Des variations de l'ordre du  $10^{-3}^\circ$  ont été mesurées entre les différentes zones du joint soudé. Cependant, au vu des grandes incertitudes de mesures, nous avons préféré analyser les évolutions de  $-\ln(\sin\theta)$ , qui est proportionnel à la déformation.

La Figure 4.23 montre la courbe  $-\ln(\sin\theta)$  en fonction  $\sin^2\Psi$  dans le métal de base pour l'échantillon flué pendant 4100 heures. Sur cette Figure, chaque point représente la déformation  $-\ln(\sin\theta)$  en fonction de  $\sin^2\Psi$  pour un secteur du cliché de diffraction, soit ici 45 points. Nous avons découpé le cliché de diffraction en 90 secteurs et nous avons fait la moyenne des positions du pic  $\{211\}$  des secteurs opposés, afin de réduire les erreurs de calibration. Sur la Figure 4.23 les points rouges illustrent le cas où  $\sin\Psi$  est positif et les points bleus le cas où  $\sin\Psi$  est négatif. Les points sont répartis de manière aléatoire autour d'une droite, ne formant pas d'ellipse (dans le métal de base pour la Figure 4.23). Le cisaillement, caractérisé par l'ouverture de l'ellipse, est donc très faible, ce qui est attendu pour un échantillon en traction uniaxiale. D'après cette analyse, nous pouvons déduire la pente et l'origine des courbes de  $-\ln(\sin\theta)$  en fonction de  $\sin^2\Psi$  pour déterminer les contraintes.

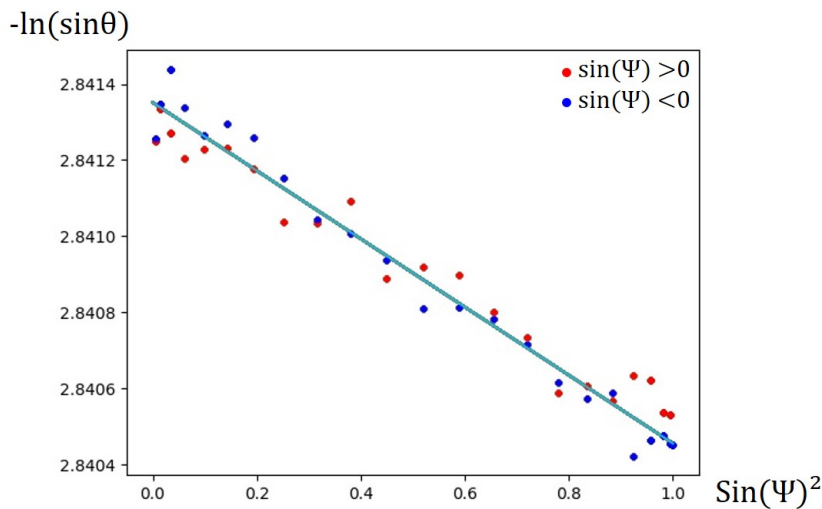


FIGURE 4.23 – Courbe expérimentale  $-\ln(\sin\theta)$  en fonction  $\sin^2\Psi$  d'une mesure DRX au synchrotron dans le métal de base pour l'échantillon flué pendant 4100 heures.

Ces valeurs ont été tracées en fonction de la position le long de l'échantillon : un exemple est

illustré sur la Figure 4.24. D'après ce dernier graphique, il est possible de voir que des variations interviennent le long de l'échantillon, pour la pente et l'origine. Néanmoins, cette Figure montre également, une variation générale de l'ordonnée à l'origine le long de l'échantillon. Cette variation est visible même dans les zones homogènes du métal de base : elle n'est donc pas causée par les contraintes. En effet, l'ordonnée à l'origine dépend de la température, or un gradient de température était présent dans le four au moment des essais. La température au centre du four était fixée à  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ , mais à cause du dimensionnement de la machine de fluage synchrotron non adaptée à la taille de nos échantillons, les têtes d'amarrage étaient situées en dehors du four, créant un gradient de température au niveau de la zone utile. Les températures sur les extrémités de l'échantillon variaient de  $5$  à  $15\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Pour cette raison, nous avons décidé de ne pas utiliser les valeurs d'ordonnée à l'origine et d'exploiter seulement les pentes et ouvertures (si la présence d'une ellipse est avérée) de la courbe  $-\ln(\sin\theta)$  en fonction  $\sin^2\Psi$ .

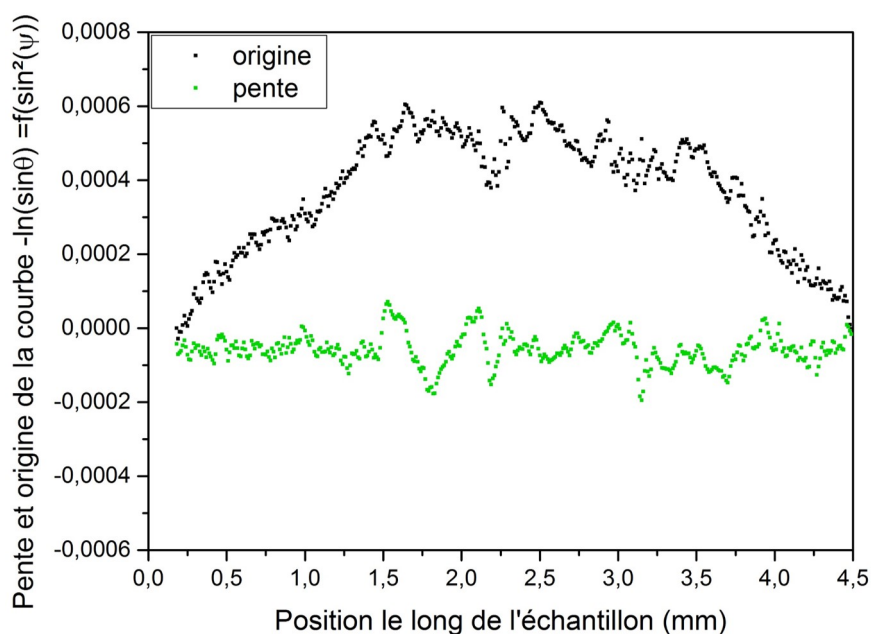


FIGURE 4.24 – Variation de la pente, l'ouverture et l'origine de la courbe  $-\ln(\sin\theta)$  en fonction de  $\sin^2\Psi$  en fonction de la position de long de l'échantillon flué à 4100 heures.

Le Tableau 4.5 présente les équations de la pente et de l'ouverture pour deux directions indépendantes,  $0\text{ }^{\circ}$  et  $90\text{ }^{\circ}$ . Nous avons réalisé deux séries de mesures sur chaque échantillon, pour les orientations à  $0\text{ }^{\circ}$  et  $90\text{ }^{\circ}$ . Notre objectif est de connaître l'état de contraintes le long du joint soudé et son évolution pendant le fluage. Il ne nous a pas semblé nécessaire, dans un premier temps, de déterminer le tenseur complet des contraintes.

D'après le Tableau 4.5 pour pouvoir déterminer les contraintes, il faut connaître la valeur du module d'Young et du coefficient de Poisson dans les conditions expérimentales à  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Ghosh a déterminé une équation empirique du module de cisaillement  $\mu$  en fonction de la composition

et de la température, (Ghosh et Olson, 2002). En considérant la microstructure ferritique, le module de cisaillement est donné en  $N/m^2$  par :

$$\mu_{\alpha-Fe} = \left( 8,407 + x_j \left( \frac{d\mu}{dx_j} \right)_{T_{total}} \right) \left[ 1 - 0,48797 \left( \frac{T}{T_c} \right) + 0,12651 \left( \frac{T}{T_c} \right)^3 \right] \times 10^{10} \quad (4.14)$$

pour,

- une température inférieure à la température de Curie,  $T_c = 1033K$ ,
- $x_j$  la composition atomique du matériau,
- $\left( \frac{d\mu}{dx_j} \right)$  des constantes déterminées pour chaque élément, (Ghosh et Olson, 2002).

Avec cette équation, à  $25^\circ C$  et pour un coefficient de Poisson de 0,3, le module de Young est de 205 GPa. Cette valeur est très proche de notre valeur expérimentale de 203 GPa. À  $600^\circ C$ , le module d'Young théorique est de 155 GPa.

Ainsi pour nos calculs de contraintes, nous avons utilisé un module de Young de 155 GPa et un coefficient de Poisson de 0,3.

TABLE 4.5 – Équations de la pente et de l'ouverture de la courbe elliptique  $\epsilon_{\Phi\Psi}$  en fonction  $\sin^2\Psi$ , pour l'orientation  $0^\circ$  et  $90^\circ$  de l'échantillon

	Orientation $0^\circ$	Orientation $90^\circ$
$\Phi$	$90^\circ$	$0^\circ$
<b>Ouverture</b>	$\frac{1+\nu}{E}\sigma_{23}$	$\frac{1+\nu}{E}\sigma_{13}$
<b>Pente</b>	$\frac{1+\nu}{E}(\sigma_{22} - \sigma_{33})$	$\frac{1+\nu}{E}(\sigma_{11} - \sigma_{33})$

Le joint soudé, de par sa fabrication, possède une forme en trapèze dans l'échantillon, (Figure 4.25). Ainsi suivant l'orientation de l'échantillon choisie, le faisceau de rayons X traverse ou non une superposition de zones du joint soudé ou non. Dans le cas de l'orientation à  $90^\circ$ , au niveau de la ICHAZ, le faisceau traverse à la fois la FGHAZ, la ICHAZ et le métal de base. Ainsi, les déformations et les contraintes mesurées sont intégrées sur plusieurs microstructures et sur plusieurs zones (coeur, surface) dans des états de contraintes différents. Une interprétation complète des résultats nécessiterait une simulation mécanique prenant en compte les différences de comportement plastique entre les différentes zones et l'intégration de la déformation élastique, le long du trajet du faisceau, dans l'échantillon. Par la suite, nous utiliserons essentiellement l'orientation à  $0^\circ$ , qui minimise la superposition des zones traversées par le faisceau pour déterminer une contrainte  $\sigma_{22}$  moyenne sur l'épaisseur de l'échantillon.



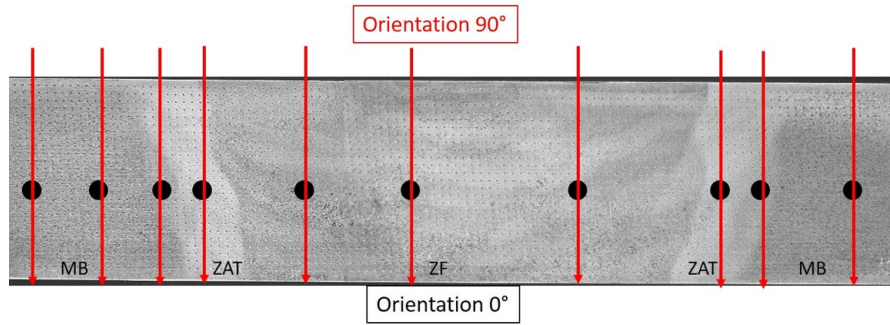


FIGURE 4.25 – Micrographie optique du joint soudé, illustrant la zone traversée par le faisceau rayons X dans l'orientation  $0^\circ$  et  $90^\circ$  de l'échantillon.

### 4.3.3 Analyse des courbes $-\ln(\sin\theta) = f(\sin^2\Psi)$ le long de l'échantillon

L'analyse des variations de la pente des courbes  $-\ln(\sin\theta)$  en fonction de  $\sin^2\Psi$  fournit des informations sur l'évolution de la déformation élastique, suivant la zone dans l'échantillon. La Figure 4.26 présente ces évolutions pour les échantillons flués pendant 500, 1500, 2500 et 4100 heures et pour l'échantillon de référence. Les différentes zones du joint soudé sont indiquées sur la Figure.

De nombreuses oscillations sont mesurées le long de l'échantillon, dues aux incertitudes de mesures. La mesure de la déformation est réalisée au pixel près. Ainsi l'incertitude de mesure due au protocole expérimental peut s'écrire :

$$\text{Incertainitude avec fit} = \frac{\text{taille pixel}/10}{\text{Distance (échantillon - détecteur)} \times \tan(2\theta)} \quad (4.15)$$

L'incertitude de mesure de la déformation est de  $1,4 \cdot 10^{-4}$ . Sur la Figure 4.26, les valeurs brutes mesurées dans une zone avec un état de contrainte homogène, (comme le métal de base sur les dix premiers ou les dix derniers points) fluctuent dans une bande dont la largeur est inférieure à  $2 \cdot 10^{-4}$ . Cette valeur est cohérente avec l'incertitude de mesure. Cependant, la dispersion des résultats est beaucoup plus grande dans la zone fondue, ce qui est vraisemblablement un héritage des passes de soudure successives exacerbé par la présence de soufflures de grande taille. Ainsi, malgré le traitement de revenu pour relaxer les contraintes résiduelles, dues au procédé de soudage, des variations de contraintes persistent dans cette zone. Au vu des dispersions et de la localisation de la rupture qui n'intervient pas dans la zone fondue, nous ne nous intéresserons pas aux variations de contraintes dans cette zone.

Au niveau des ZAT, l'état de déformation n'est pas significativement différent de celui du reste de l'éprouvette dans le cas de l'échantillon de référence. En revanche, une similitude de variation de pente dans la ZAT apparaît pour les échantillons flués, avec la formation d'un maximum bordé de chaque côté par un minimum local. Ainsi, les résultats sont reproductibles d'un échantillon à l'autre, malgré des incertitudes de mesure élevées.

Les valeurs de pente pour l'échantillon de référence sont décalées par rapport aux échantillons flués, avec une valeur proche de 0.

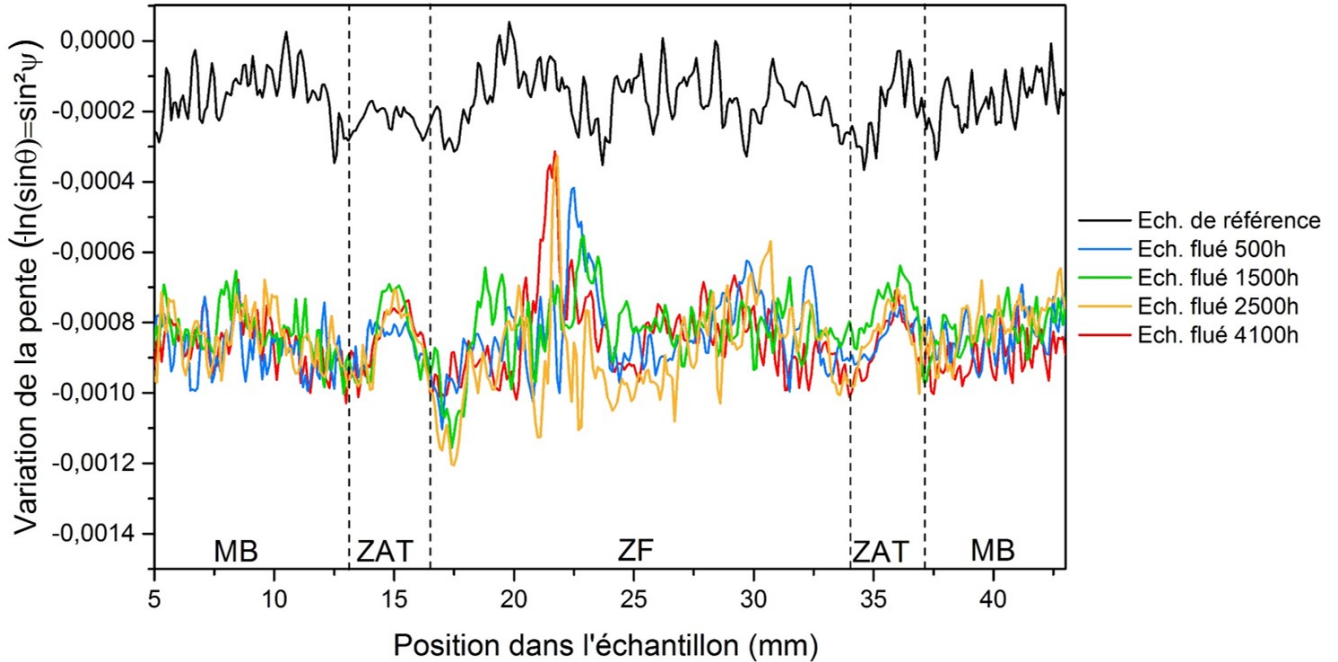


FIGURE 4.26 – Variation de la pente, obtenue des courbes  $-\ln(\sin\theta) = f(\sin^2\Psi)$ , en fonction de la position dans le joint soudé, pour chaque échantillon de l'étude (référence, flués pendant 500, 1500, 2500 et 4100 heures)

Afin de vérifier la présence ou non d'un cisaillement dans les différents échantillons, nous montrons les courbes de  $-\ln(\sin\theta) = f(\sin^2\Psi)$  au niveau de certaines positions remarquables, à côté de la courbe de variation de pente, pour l'échantillon flué pendant 4100 heures (Figure 4.27). Dans le métal de base (images A et H, Figure 4.27), les points de la courbe  $-\ln(\sin\theta) = f(\sin^2\Psi)$  sont regroupés autour d'une droite, avec peu de dispersion. Cette arrangement permet la détermination des contraintes par la méthode des  $\sin^2\Psi$ , sans effet de texture et de cisaillement.

Dans la zone fondue ((image C, Figure 4.27), les points de la courbe  $-\ln(\sin\theta) = f(\sin^2\Psi)$ ) présentent une forte dispersion, ce qui explique les valeurs anormales de la pente au même point. Ce phénomène peut s'expliquer par la présence d'un gradient de déformation local, qui peut être causé par la présence de défauts comme les soufflures. En effet, l'analyse en tomographie rayons X a révélé la présence de soufflures de tailles importantes dans la zone fondue. Ainsi la détermination d'une pente pour la courbe  $-\ln(\sin\theta) = f(\sin^2\Psi)$  est compliquée, augmentant l'incertitude pour la détermination des contraintes.

Les positions aux frontières avec la ZAT, (images E et G, Figure 4.27), présentent une faible dispersion des points pour les courbes  $-\ln(\sin\theta) = f(\sin^2\Psi)$ , mais une répartition moins aléatoire des points  $\sin\Psi > 0$  et  $\sin\Psi < 0$ , par rapport au métal de base.

Dans la ZAT, la forme de la courbe  $-\ln(\sin\theta) = f(\sin^2\Psi)$ , est plus proche de celle d'une ellipse. Tous les points  $\sin\Psi > 0$  sont présents d'un côté de la pente et les autres points  $\sin\Psi < 0$  de l'autre côté. De plus, une corrélation nette apparaît entre les courbes  $-\ln(\sin\theta) = f(\sin^2\Psi)$  (Figure 4.28), expliquant la répartition des points.

Le cisaillement dans la ZAT est donc nettement différent de zéro, alors qu'il était négligeable dans le métal de base et aléatoire dans la zone fondue.

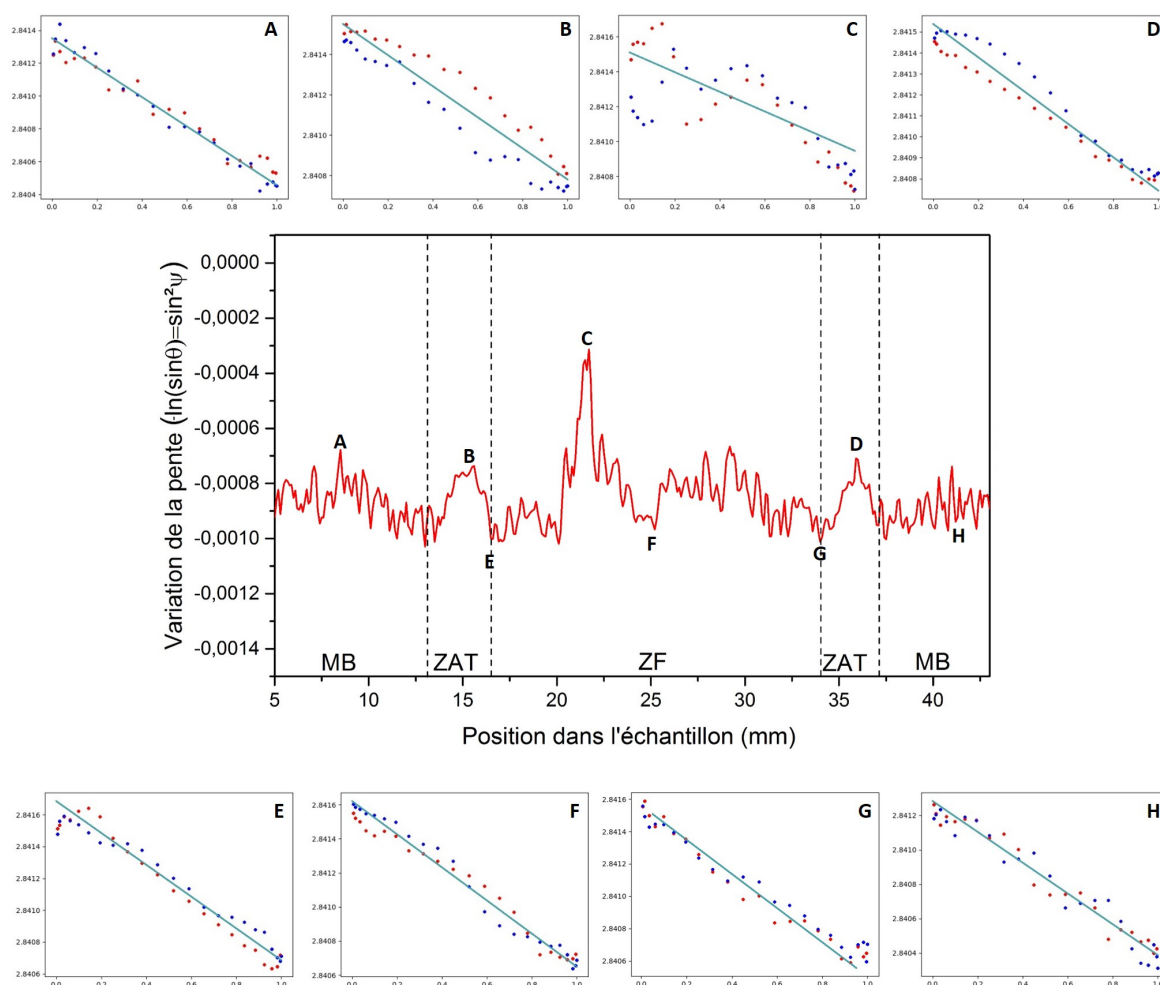


FIGURE 4.27 – Superposition de l'évolution de la contrainte  $\sigma_{22}$  et des courbes  $-\ln(\sin\theta) = f(\sin^2\Psi)$  en fonction de la position dans l'échantillon flué pendant 4100 heures remis en condition de fluage à  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  et  $100\text{ MPa}$ .

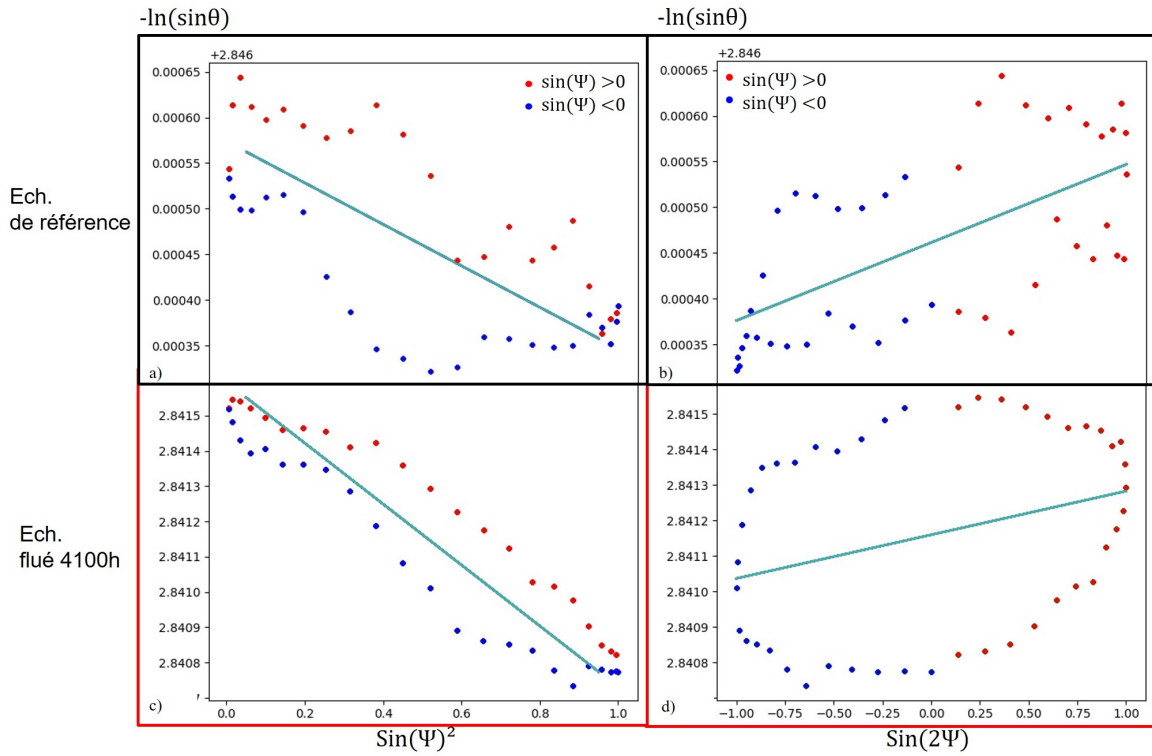


FIGURE 4.28 – Corrélation entre  $-\ln(\sin\theta) = f(\sin^2\Psi)$  et  $-\ln(\sin\theta) = f(\sin 2\Psi)$  dans a) et b) l'échantillon de référence et c) et d) l'échantillon flué pendant 4100h .

### 4.3.4 Détermination des contraintes

#### 4.3.4.1 Contraintes transverses $\sigma_{22}$

Les contraintes transverses  $\sigma_{11}$  ( $90^\circ$ ) et  $\sigma_{22}$  ( $0^\circ$ ) ont été déterminées d'après :

$$\sigma_{ii} = \sigma_{23} + p_{ii} \times \left( \frac{E}{1 + \nu} \right) \quad (4.16)$$

où  $p_{ii}$  est la pente de  $-\ln(\sin\theta) = f(\sin^2\Psi)$  et la contrainte  $\sigma_{33}$  est fixée à 100 MPa. Les Figures 4.29 a et b, illustrent les courbes de  $\sigma_{22}$  en MPa en fonction, de la position dans le joint soudé pour chaque échantillon flué et de référence. Les contraintes  $\sigma_{22}$  ont été moyennées (moyenne glissante sur 10 points) pour diminuer le bruit de mesure. Les différentes zones du joint soudé sont indiquées sur les Figures.

Concernant l'échantillon de référence, les valeurs de contraintes sont décalées en compression. Néanmoins, les points sur la courbe de  $-\ln(\sin\theta) = f(\sin^2\Psi)$  présentent une forte dispersion par rapport aux échantillons flués, qui peuvent expliquer le décalage et les variations de contraintes. Ainsi, il ne semble pas y avoir de variation significative de contrainte  $\sigma_{22}$  le long de l'échantillon.

Sur ces Figures 4.29, la contrainte  $\sigma_{22}$  évolue de manière similaire le long du joint soudé, pour

tous les échantillons flués. Les contraintes mesurées dans le métal de base sont proches de zéro, attendues pour un essai de traction uniaxiale. Elles décroissent (environ 15 MPa) dans les échantillons déformés vers un minimum à l'interface, entre le métal de base et la ZAT, passent par un maximum (15 MPa) dans la ZAT, et redescendent vers un minimum local à l'interface entre ZAT et métal fondu.

L'augmentation locale des contraintes est visible pour les deux ICHAZ du joint soudé. De fortes oscillations sont présentes dans la zone fondue, possédant des variations de contraintes, en traction et en compression, importantes.

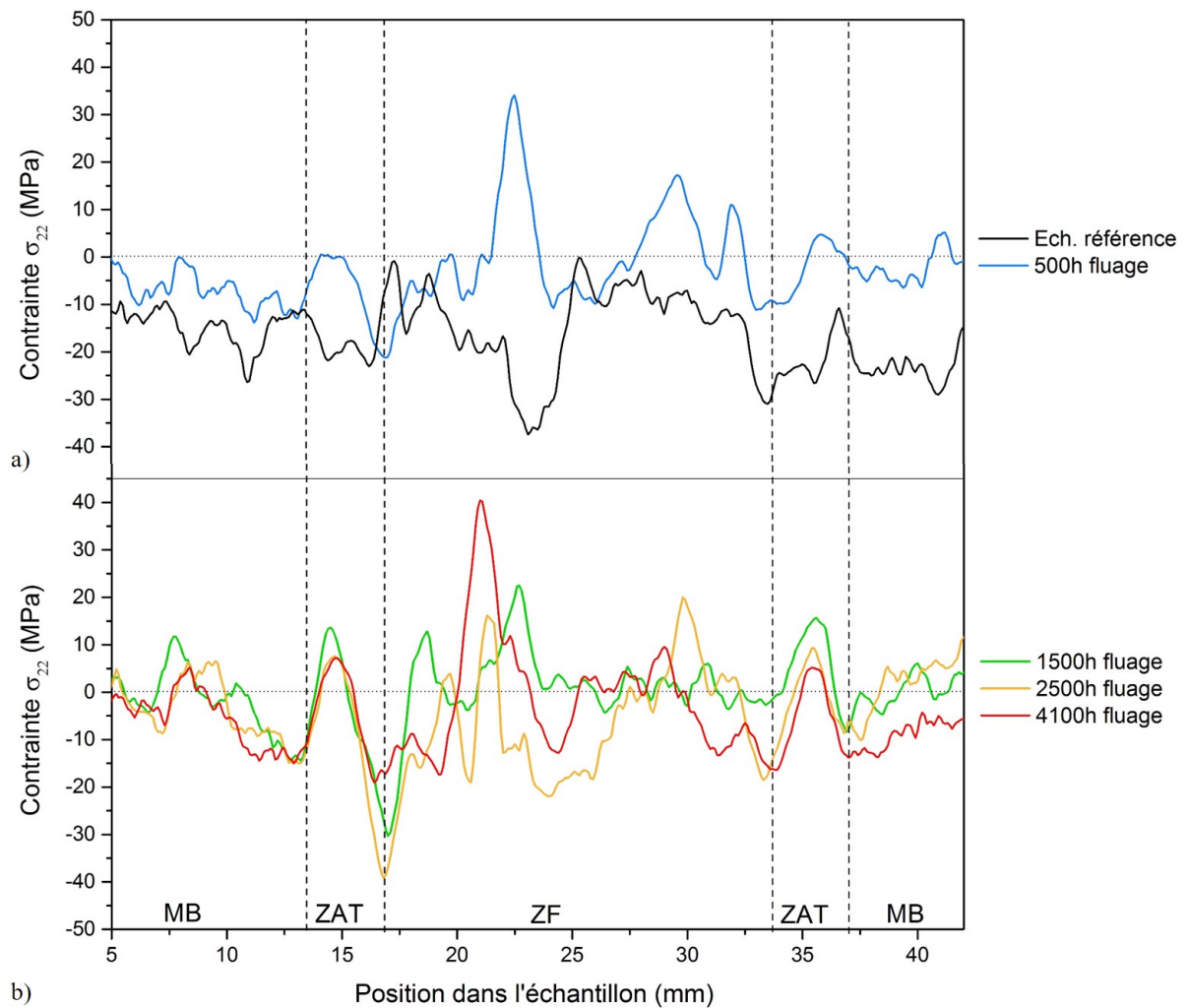


FIGURE 4.29 – Évolution de la contrainte  $\sigma_{22}$  le long du joint soudé pour chaque échantillon de l'étude, a) échantillon de référence, de référence à  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  et flué pendant 500 heures, b) échantillon flué pendant 1500, 2500 et 4100 heures.

Le même protocole d'analyse a été suivi pour l'orientation à  $90\text{ }^{\circ}$ , permettant de déterminer la contrainte  $\sigma_{11}$ . Pour rappel, cette analyse possède plus d'incertitudes de mesures au niveau des frontières entre les zones du joint soudé.

La comparaison des contraintes  $\sigma_{11}$  et  $\sigma_{22}$  le long de l'échantillon flué pendant 4100 heures est présentée sur la Figure 4.30. Les variations des contraintes  $\sigma_{11}$  et  $\sigma_{22}$  sont similaires dans le métal de base et dans la ZAT et différent dans la zone fondue. En effet, à un point donné, le faisceau ne traverse pas les mêmes défauts, expliquant la différence entre  $\sigma_{22}$  et  $\sigma_{11}$  dans la zone fondue.

Ainsi les contraintes  $\sigma_{11}$  et  $\sigma_{22}$  sont similaires et caractéristiques de la microstructure, pour le métal de base et la ZAT et sembleraient varier en fonction de la présence des défauts dans la zone fondue.

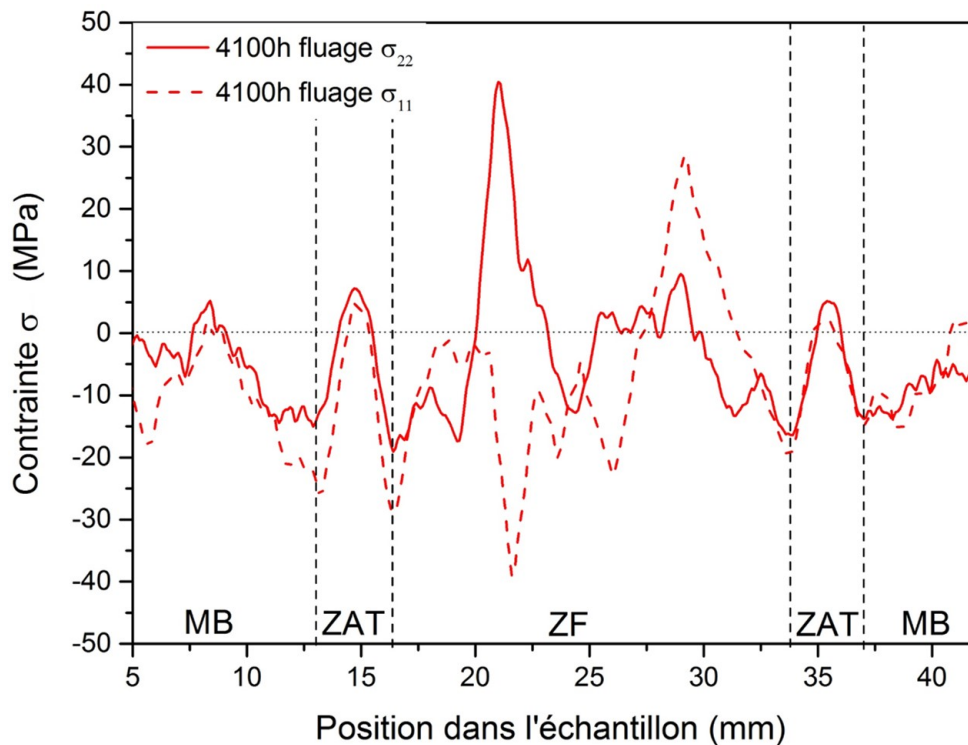


FIGURE 4.30 – Comparaison de la contrainte  $\sigma_{11}$  et  $\sigma_{22}$  le long du joint soudé, pour l'échantillon flué pendant 4100 heures

#### 4.3.4.2 Contraintes de cisaillement

L'analyse des courbes  $-\ln(\sin\theta) = f(\sin^2\Psi)$  a montré la présence de cisaillement au niveau de la ZAT. La Figure 4.31 présente les variations des contraintes de cisaillement  $\sigma_{23}$  le long de l'échantillon, pour les échantillons de l'étude, centrée sur la ZAT. La contrainte  $\sigma_{23}$  est proche de zéro pour l'échantillon de référence et le métal de base des échantillons flués. Comme pour les variations de la contrainte  $\sigma_{22}$ , un pic de contrainte de cisaillement se forme dans la ZAT, avec un maximum localisé dans la ICHAZ et un minimum situé dans la FGHAZ, proche de la zone fondue.

La Figure 4.32 illustre les variations de contraintes de cisaillement  $\sigma_{13}$  (dans l'orientation  $90^\circ$ ), au niveau de la même zone d'analyse. Les contraintes  $\sigma_{13}$  oscillent autour de 0 dans le métal de

base, puis des pics en compression et tension apparaissent vers la ZAT. En comparaison avec la Figure 4.31, et comme attendu, les tendances d'évolutions de contraintes sont moins bien définies au niveau de la ZAT. En effet, les variations étant faibles par rapport aux incertitudes de mesures, le fait de moyenner sur plusieurs zones du joint soudé, atténue davantage ces variations. Ainsi, les contraintes  $\sigma_{13}$  ne seront pas exploitées.

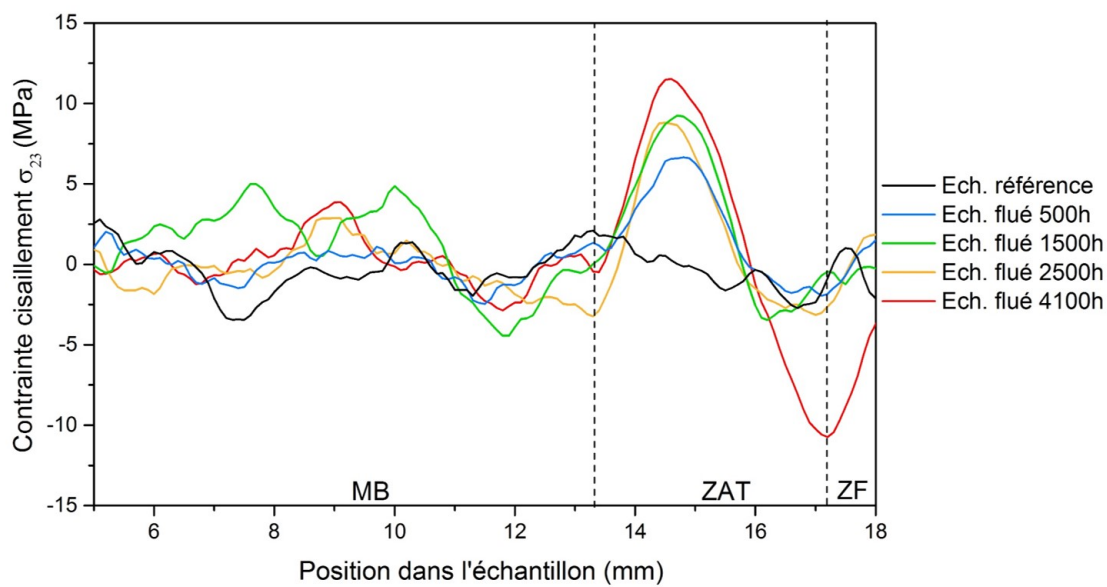


FIGURE 4.31 – Comparaison des variations de la contrainte de cisaillement  $\sigma_{23}$  centré autour de la ZAT, pour chaque échantillon de l'étude.

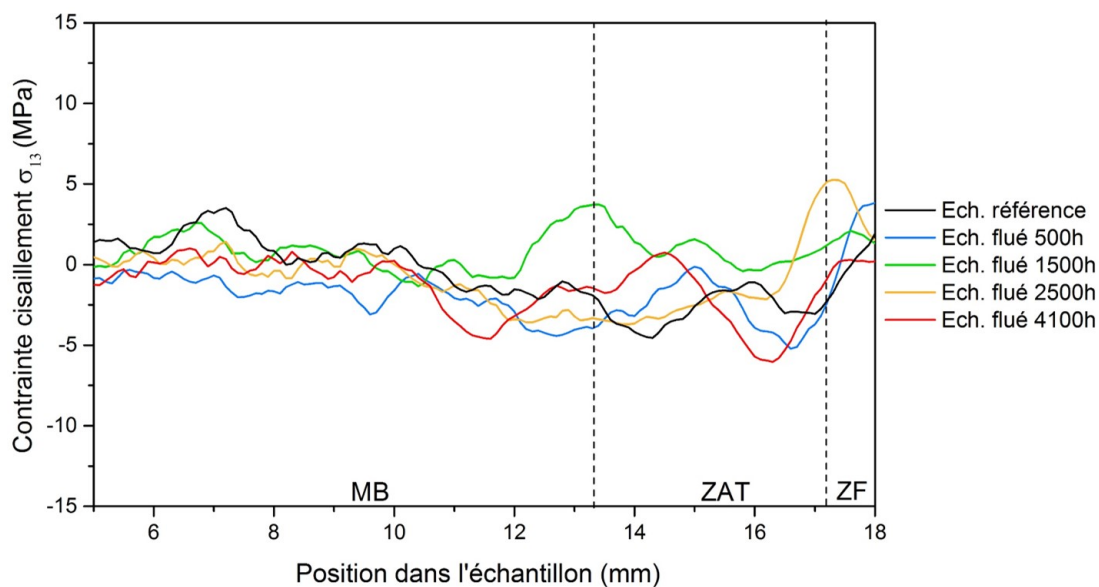


FIGURE 4.32 – Comparaison des variations de la contrainte de cisaillement  $\sigma_{13}$  centré autour de la ZAT, pour chaque échantillon de l'étude

### 4.3.5 Discussion

En résumé, durant les essais de fluage réalisés *in situ*, le métal de base et la zone fondue sont dans un état de traction uniaxiale, sauf au voisinage de la ZAT où elles sont en compression suivant les directions transverses. La ZAT est en tension suivant les directions 1 et 2. Cet état de contrainte s'explique de façon naturelle s'il est admis que la ZAT se déforme plus que les zones voisines dans la direction de traction. En supposant une déformation à volume constant (ce qui est inexact en présence de cavités), la déformation plastique transverse sera négative. Les déformations élastiques que nous mesurons préservent la continuité du déplacement à l'interface. Par ailleurs, le cisaillement  $\sigma_{23}$  est dû à l'inclinaison de la ZAT vis-à-vis de l'échantillon. Cependant, les contraintes  $\sigma_{11}$  et  $\sigma_{22}$  ont été évaluées en supposant une contrainte  $\sigma_{33}$  constante et égale à la contrainte nominale. La prise en compte de la réduction de section dans la zone de striction augmenterait localement la contrainte  $\sigma_{33}$ , et par conséquent les contraintes  $\sigma_{11}$  et  $\sigma_{22}$ . Au vu des endommagements qui mènent à une rupture de type IV, c'est-à-dire dans la ICHAZ proche du métal de base, nous avons suivi l'évolution dans le temps de la différence entre le maximum de contraintes dans la ZAT et le minimum à l'interface avec le métal de base. (Figure 4.33).

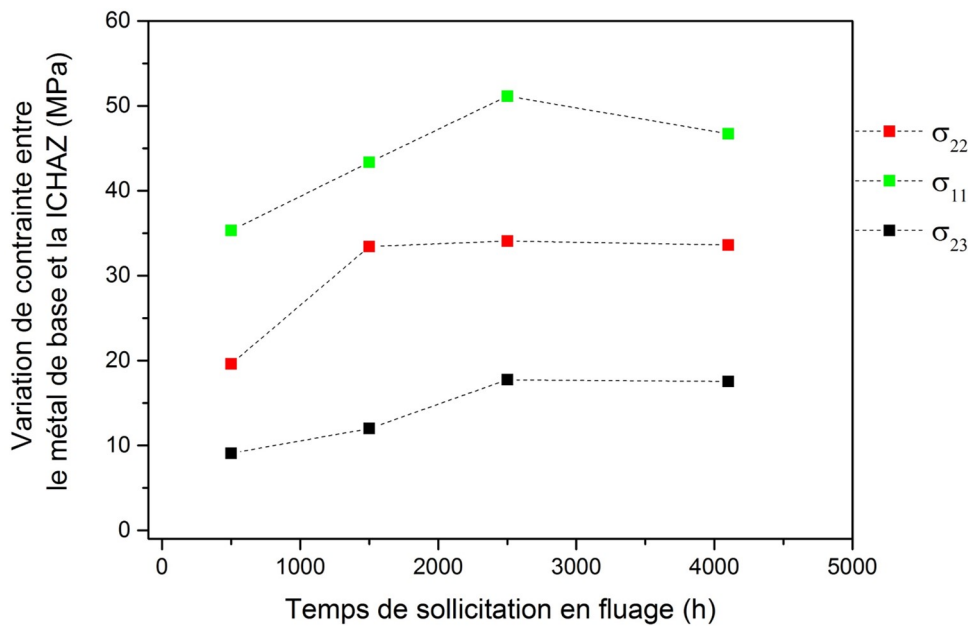


FIGURE 4.33 – Variation des contraintes  $\sigma_{11}$ ,  $\sigma_{22}$  et  $\sigma_{23}$  entre le métal de base et la ICHAZ, en fonction du temps de sollicitation en fluage.

D'après la Figure 4.33, une différence de contraintes, entre le métal de base et la ICHAZ, est visible, dès la fin du stade I de fluage. Elle s'amplifie jusqu'à 2500 heures, c'est-à-dire au milieu du stade II, puis semble passer par un état de saturation.

Nous avons donc cherché à comprendre cette saturation de contraintes, par une modélisation simplifiée de l'évolution des contraintes.



Pour cela, nous admettons que la déformation de l'échantillon se déroule à volume constant. L'éprouvette est soumise à une contrainte de traction de 100 MPa, elle se déforme élastiquement dans la direction  $z$  de  $\sigma_{zz}/E$ , et dans les directions  $x$  et  $y$  de  $-\sigma_{zz} \cdot \nu/E$ . On suppose qu'à partir d'une situation initiale libre de contraintes internes, la ZAT se déforme plus que les milieux voisins d'une quantité  $\epsilon_{zz}^p$ . Ainsi, lors du fluage, la déformation suivant les directions transverses se traduit par de la compression plastique :

$$\Delta\epsilon_{xx}^p = \Delta\epsilon_{yy}^p = \frac{-\Delta\epsilon_{zz}^p}{2} \quad (4.17)$$

Pour que la déformation totale, dans les directions  $x$  et  $y$ , soit continue à l'interface, il faut que cette déformation plastique soit compensée par une déformation élastique supplémentaire :

$$\epsilon_{xx-ZAT}^p + \epsilon_{xx-ZAT}^{el} = \epsilon_{xx-MB}^p + \epsilon_{xx-MB}^{el} \quad (4.18)$$

$$\epsilon_{xx-ZAT}^{el} + \Delta\epsilon_{xx}^p = \epsilon_{xx-MB}^{el} \quad (4.19)$$

En supposant que  $\epsilon_{xx-ZAT}^{el} = -\epsilon_{xx-MB}^{el}$ , nous avons donc :

$$\Delta\epsilon_{xx}^p = -2\epsilon_{xx-ZAT}^{el} = \frac{-\Delta\epsilon_{zz}^p}{2} \quad (4.20)$$

alors :

$$\epsilon_{xx-ZAT}^{el} = \frac{\Delta\epsilon_{zz}^p}{4} \quad (4.21)$$

Au cœur du matériau, nous supposons que le système est infini, ce qui conduit à une contrainte transversale, donnée par :

$$\epsilon_{xx-ZAT} = \frac{\epsilon_{xx}}{E} - \frac{\epsilon_{yy}\nu}{E} \quad (4.22)$$

avec  $\sigma_{xx} = \sigma_{yy}$ ,

$$\sigma_{xx-ZAT} = \epsilon_{xx-ZAT}^{el} \frac{E}{1-\nu} \quad (4.23)$$

Les contraintes de Von Mises dans nos conditions (sans cisaillement et  $\sigma_{11} = \sigma_{22}$ ) se simplifient par :

$$\sigma_{VM-ZAT} = \sigma_{zz-ZAT} - \sigma_{xx-ZAT} \quad (4.24)$$

Les contraintes internes diminuent la contrainte effective sur les dislocations dans la ZAT. A l'inverse, elles l'augmentent dans le métal de base et dans la zone fondue au voisinage de la ZAT. En tenant compte de la réduction locale de section de l'éprouvette, on obtient :

$$\sigma_{VM-ZAT} \approx \sigma_0(1 + \epsilon_{zz-ZAT}^p) - \frac{\epsilon_{zz-ZAT}^p E}{4(1-\nu)} \quad (4.25)$$

$$\sigma_{VM-MB} \approx \sigma_0(1 + \epsilon_{zz-ZAT}^p) + \frac{\epsilon_{zz-ZAT}^p E}{4(1-\nu)} \quad (4.26)$$

Cette évolution est simulée sur la Figure 4.34 a, avec une loi de vitesse de déformation commune :

$$\dot{\epsilon}_{zz} = A \left( \frac{\sigma_{VM-ZAT} + \sigma_a}{\sigma_0} \right)^n \quad (4.27)$$

avec, d'après nos mesures,  $A = 10^{-10} s^{-1}$ ,  $\sigma_0 = 100 MPa$  et  $\sigma_a$  représentant l'adoucissement fixé à 25 MPa dans la ZAT et 0 dans le métal de base. La différence initiale des vitesses de déformation provoque l'apparition d'une contrainte  $\sigma_{xx-ZAT}$  qui se stabilise quand :

$$\sigma_{zz-ZAT} - \sigma_{xx-ZAT} + \sigma_a = \sigma_{zz-MB} - \sigma_{xx-MB} \quad (4.28)$$

$$\sigma_{xx-ZAT} - \sigma_{xx-MB} = 2\sigma_{xx-ZAT} = \sigma_a \quad (4.29)$$

Compte tenu de la vitesse initiale de déformation de la ZAT ( $\approx 10^{-9} s^{-1}$ ), le temps de stabilisation est de quelques centaines de secondes, inférieur à la durée du stade I.

Cette évolution ne correspond pas à celle de la Figure 4.33 pour laquelle  $\sigma_{xx-ZAT} - \sigma_{zz-MB}$  n'atteint la saturation qu'à 2500 heures.

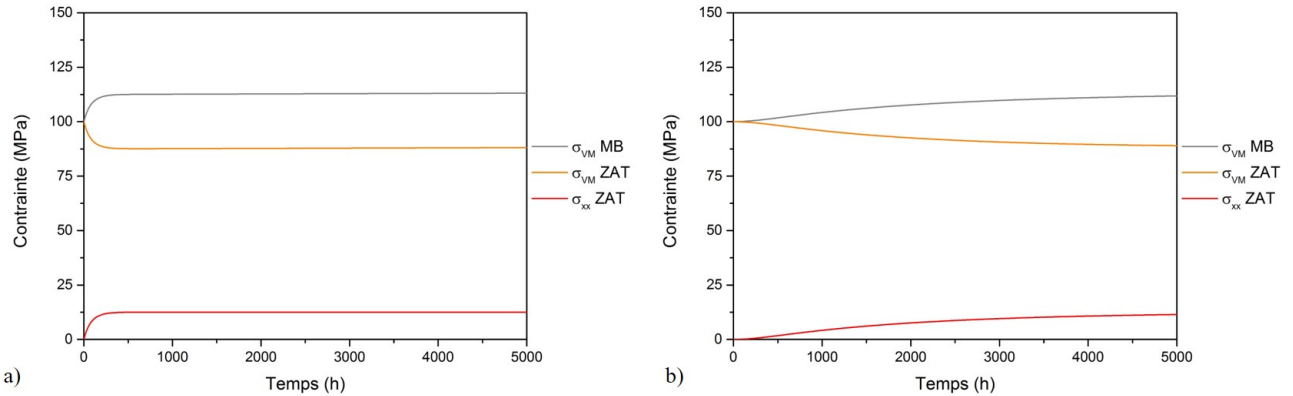


FIGURE 4.34 – Évolution des contraintes de Von Mises dans le métal de base et la ZAT ainsi que la contrainte transverse dans la ZAT, au cours du temps pour a) un adoucissement constant et b) un adoucissement croissant.

Parmi nos hypothèses de calcul, deux peuvent être remises en cause :

- La déformation de la ZAT à volume constant. Si la ZAT contient des cavités en fraction volumique croissante, la variation de  $\epsilon_{xx}^p$  sera inférieure en valeur absolue à  $\epsilon_{zz}^p/2$ , et la contrainte interne augmentera plus lentement, ou baissera. Cependant, les cavités n'apparaissent qu'à 2500 heures : elles ne peuvent expliquer l'augmentation de  $\sigma_{xx-ZAT}$  avant 2500 heures.
- Une variation de l'adoucissement  $\sigma_a$  en cours d'essai : si nous remplaçons la valeur constante par une fonction  $\sigma_a(t) = \sigma_{a0}(1 - \exp(-\frac{t}{t_r}))$  qui est nulle en début d'essai et sature à  $\sigma_{a0}$  aux temps longs ( $t > t_r = 2000$  heures). Dans ce cas, la courbe de variation

des contraintes, (Figure 4.34 b) se rapproche de nos mesures expérimentales (Figure 4.33).

Ainsi, il semble que l'évolution des contraintes internes soit pilotée par l'adoucissement du matériau.

Nous nous intéressons maintenant à l'évolution des contraintes triaxiales à coeur et en surface dans la ZAT. La Figure 4.35 représente l'évolution de la trace du tenseur des contraintes  $\sigma_{xx} + \sigma_{yy} + \sigma_{zz}$ , au coeur de la ZAT, en surface de la ZAT et au coeur du métal de base près de la ZAT. En admettant que la trace est différente au coeur et en surface car la contrainte normale à la surface est nulle, ces dernières varient de la contrainte initiale  $\sigma_{zz}$  à, respectivement,  $[\sigma_{zz} + \sigma_{a0}]$ ,  $[\sigma_{zz} + \sigma_{a0}/2]$  et  $[\sigma_{zz} + \sigma_{a0}]$ .

Le facteur de triaxialité défini par :

$$\frac{(\sigma_{xx} + \sigma_{yy} + \sigma_{zz})}{3\sigma_{VM}} \quad (4.30)$$

passse de 0.33 en début d'essai à 0.46 au centre de la ZAT et 0.23 au centre du métal de base. La croissance des cavités sera donc favorisée au coeur de la ZAT, peu favorisée en surface de la ZAT et inhibée dans le métal de base.

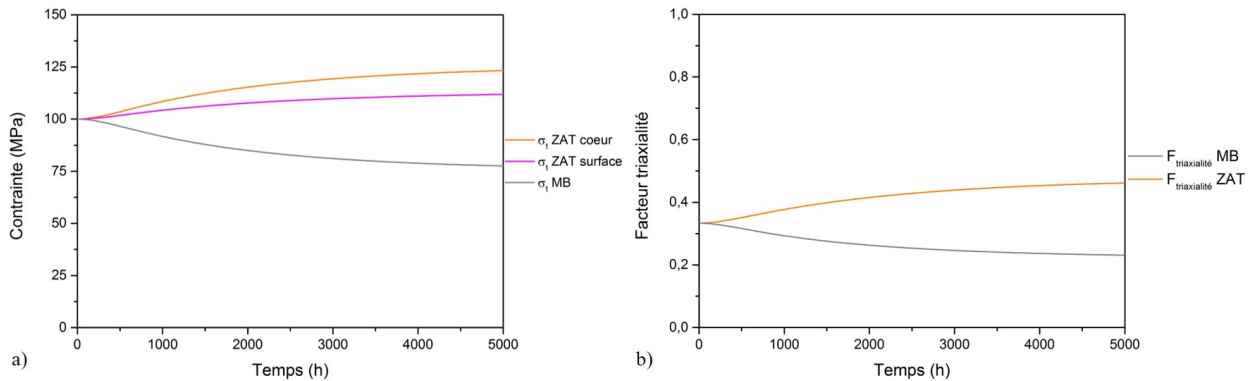


FIGURE 4.35 – a) Évolution de la contrainte de la trace du tenseur des contraintes dans la ZAT, à coeur et en surface et dans le métal de base. b) Évolution du facteur de triaxialité dans la ZAT et dans le métal de base, au cours du temps.

L'analyse ci-dessus reste sommaire : elle ne prend pas en compte l'inclinaison de la ZAT, ni les différences d'état de contrainte entre coeur et surface, ni entre matériau loin de la soudure et proche de celle-ci. Elle serait utilement complétée par une simulation par éléments finis. Celle-ci permettrait, par ailleurs, une analyse plus fine des pics de diffraction en intégrant la déformation le long du trajet du faisceau au travers de l'échantillon.

Concernant l'influence de la germination et de la croissance des cavités, nos observations, par microscopie optique ou par MEB, montrent que des cavités apparaissent dans la ZAT et dans le métal de base dès 2500 heures. Leur densité et leur taille augmentent ensuite dans la ICHAZ.

Nos observations recourent donc celles de Ogata, (Ogata *et al.*, 2009). La rupture est intergranulaire et les cavités se propagent sur certains joints de grains (mais pas tous) et semblent s'arrêter aux points triples. Les pointes de fissure sont émoussées, ce qui laisse supposer une déformation viscoplastique locale élevée ou du glissement localisé aux points triples. De plus, les cavités forment des amas que la Tomographie X révèle être connectés entre eux. Une telle connexion a déjà été observée par Gupta, (Gupta *et al.* 2015).

Ceci pose un problème quant à la quantification de l'endommagement et à sa modélisation :

- Le comptage et la mesure de la taille des cavités se font généralement à partir d'observations de surface. Différents auteurs ont mis en évidence un effet de la résolution des images sur le nombre de cavités : la taille des pixels doit en effet être plus petite que la largeur des fissures intergranulaires. De plus, un comptage à partir d'images de surface va considérer comme séparées des cavités en fait connectées, et va surestimer le nombre de cavités et sous-estimer leur taille.
- Les modèles qui tentent d'expliquer la croissance des cavités s'appuient sur des cas de figures simples : cavité sphérique isolée ou fissure isolée, (Ogata, Sakai, et Yaguchi, 2011 ; Zhang *et al.*, 2020 ; Maleki, Zhang, et Nikbin, 2010). Ces modèles s'appliquent mal, tant au niveau local de la pointe de fissure (qui est émoussée), des mécanismes locaux de plasticité (possible glissement des joints de grains), qu'à l'échelle d'un amas de cavités où le champ de contraintes est particulièrement complexe.

Les différents modèles d'endommagement admettent que la germination des cavités initiales se fait aux points triples ou à l'interface entre précipités intergranulaires et matrice, et qu'elle est due à une forte plasticité locale permise par l'adoucissement du matériau. Si elle est probablement correcte, cette hypothèse est insuffisante : elle ne rend pas compte de la localisation de l'endommagement au cœur du matériau, alors que la déformation de la surface est la même que celle du cœur. Ogata (Ogata *et al.*, 2010) a mis en évidence, à partir de simulations par éléments finis, une corrélation entre le facteur de triaxialité et la zone de nucléation et de croissance des cavités. Nos mesures confirment cette corrélation.

---

## Synthèse Chapitre 4

---

Les essais de fluage, sur le joint soudé en Grade 91, ont permis d'obtenir 4 échantillons, issus des essais interrompus : 500, 1500, 2500 et 4100 heures, et un échantillon à rupture à 5200 heures. La rupture est bien localisée dans la ICHAZ, proche du métal de base et parallèle à la ligne de fusion (rupture de type IV). L'analyse au MEB a révélé une rupture intergranulaire par décohésion au centre de l'échantillon et une rupture ductile avec une striction au bord de l'échantillon.

L'analyse menée au MEB et en tomographie X a permis de voir qu'une bande de cavités apparaît à partir de 2500 heures (milieu stade II) et se localise dans la ICHAZ et au coeur de l'échantillon. La bande de cavités se renforce en densité au cours du fluage pour atteindre 250 *cavités/mm*<sup>2</sup>. Les cavités sont situées au niveau des joints de grains et leur taille augmente drastiquement à partir de 4100 heures de fluage. Plusieurs inter-connexions de cavités dans le volume apparaissent à partir du stade III de fluage. Suite à notre étude, la technique en tomographie X de laboratoire ne semble pas adaptée pour la détection des cavités de fluage dans le joint soudé en Grade 91. La tomographie X en rayonnement synchrotron permettrait d'améliorer la résolution et le rapport signal sur bruit.

L'étude DRX *in situ* au synchrotron a permis de mesurer des contraintes dans le joint soudé, avec la méthode des ( $\sin^2\Psi$ ). Un maximum local de contraintes transverses et de cisaillement sont présents dans la ZAT, bordé de minimum locaux au niveau des frontières avec le métal de base et la zone fondue. La différence de contraintes, entre le métal de base et la ICHAZ, apparaît dès le début du stade I en fluage puis s'amplifie jusqu'à 2500 heures. La saturation de la variation de contraintes dans la ZAT est visible au moment de l'apparition de la bande de cavités. Nous avons vu que l'évolution des contraintes pouvait être pilotée par un adoucissement non constant. Nous avons donc regardé l'évolution microstructurale de la ICHAZ par rapport au métal de base dans le Chapitre suivant.



# Chapitre 5 : Analyse de la ICHAZ au cours du fluage

*L'étude bibliographique, présentée dans le Chapitre 1, a permis de mettre en avant des paramètres microstructuraux modifiés après la rupture en fluage, comme la dureté ou l'état de précipitation. Dans cette partie de l'étude, nous nous intéresserons à l'évolution microstructurale du matériau au cours du fluage. Un focus sera mis sur les modifications de l'état de précipitation, la microstructure (taille de grains et joints de grains) et la sous-structure.*

*Rappel : les analyses des éprouvettes pré et post fluage suivront le code couleur présenté dans le Chapitre 4 (0h ; 500h ; 1500h ; 2500h ; 4100h ; 5200h).*

## Sommaire

---

<b>5.1</b>	<b>Évolution de la dureté</b>	<b>162</b>
<b>5.2</b>	<b>Analyse des précipités</b>	<b>165</b>
5.2.1	Les carbures $M_{23}C_6$	167
5.2.2	Les précipités V(C, N)	169
5.2.3	La Phase de Laves	170
5.2.4	Comparaison avec le métal de base	172
5.2.5	Évolution de la composition chimique des précipités	174
5.2.6	Discussion	175
<b>5.3</b>	<b>La microstructure de la matrice au cours du fluage</b>	<b>177</b>
5.3.1	Analyse de la taille de grains	179
5.3.2	Analyse de la désorientation	183
<b>5.4</b>	<b>La sous-structure de dislocations</b>	<b>187</b>
5.4.1	Analyse du vieillissement thermique d'un joint soudé à 600 °C	190
<b>5.5</b>	<b>Discussion sur la chute de résistance en fluage de la ICHAZ</b>	<b>190</b>

---

## 5.1 Évolution de la dureté

L'évolution des propriétés mécaniques est évaluée par le biais de la micro-dureté. Dans le Chapitre 4, il a été établi que les essais de fluage à 600 °C et 100 MPa mènent à une rupture de type IV, localisée dans la ICHAZ, proche du métal de base. L'analyse de la dureté permet, dans un premier temps, de détecter une hétérogénéité de comportement au sein du joint soudé au cours du fluage.

Une série de cartographies de micro-dureté ont été réalisées sur l'ensemble du joint soudé, pour chaque échantillon de l'étude, (*cf.* Chapitre 3-Figure 3.27). Les cartographies des échantillons flués à 500h et 1500h sont présentées en Annexe-C. Les cartographies de micro-dureté permettent de repérer les zones du métal de base, de la ZAT et de la zone fondue, (Figure 5.1). Les frontières entre ces zones ont été délimitées par des traits en pointillés, d'après les micrographies optiques des joints attaqués chimiquement.

L'analyse de ces cartographies de micro-dureté ne montre pas de modification majeure de la dureté Vickers HV1, au cours du fluage. Cependant, un léger adoucissement apparaît à partir de 4100 heures, sur l'ensemble du joint. La rupture de l'échantillon à 5200h est bien localisée dans la ICHAZ qui semble avoir une plus faible dureté.

Une comparaison des variations de dureté sur une seule ligne située au centre de l'échantillon est illustrée sur la Figure 5.2.a pour la ICHAZ rompue (qui sera nommée 1ère ICHAZ par la suite) et sur la Figure 5.2.c et .d pour la ICHAZ non rompue (nommée 2ème ICHAZ par la suite).

Les courbes, pour la 1ère ICHAZ (graphique 5.2.b) présentent les duretés les plus élevées dans la zone fondue, les duretés les plus faibles dans le métal de base et de grandes variations dans la ZAT. La frontière entre la zone fondue et la ZAT est identifiable par une brusque diminution de la dureté au niveau de la ligne de fusion.

Ces courbes confirment bien le léger adoucissement dans la zone fondue et dans la ZAT, à partir de 4100h de fluage. L'adoucissement est plus important dans la ICHAZ et s'intensifie avec la rupture. Avant 4100h, les courbes de dureté sont relativement similaires. Il n'y a donc pas ou peu de modifications de la dureté avant le début du stade III du fluage.

Pour éviter les effets de bord, les indentations ont été réalisées à 300  $\mu\text{m}$  des surfaces externes de l'échantillon. Cependant, ce protocole de mesure ne permet pas d'obtenir les informations au plus proche de la rupture. Cette dernière a été identifiée par des traits pointillés sur le graphique. Cela laisse supposer que la dureté va encore diminuer aux environs de la rupture. Au niveau de ce trait pointillé, une chute de dureté apparaît pour 4100 heures. En conclusion, un adoucissement significatif, très localisé, opère au niveau de la ICHAZ, proche du métal de base, à partir de 4100 heures de fluage.

Les Figures 5.2 d et e représentent les courbes de dureté pour la deuxième ICHAZ. Deux bandes de cavités sont visibles au niveau de la ICHAZ, proche du métal de base, sur la micrographie optique, (Figure 5.2 c). Sur cette micrographie deux traits A et B sont schématisés pour re-



présenter la localisation des filiations de micro-dureté des graphiques 5.2 d et 5.2 e. Le premier graphique 5.2 d, niveau A, traverse une bande de cavités. Le deuxième graphique 5.2 e, niveau B, traverse deux bandes de cavités. Sur ces trois graphiques, un trait en pointillé a été rajouté pour représenter le début du nuage de cavités.

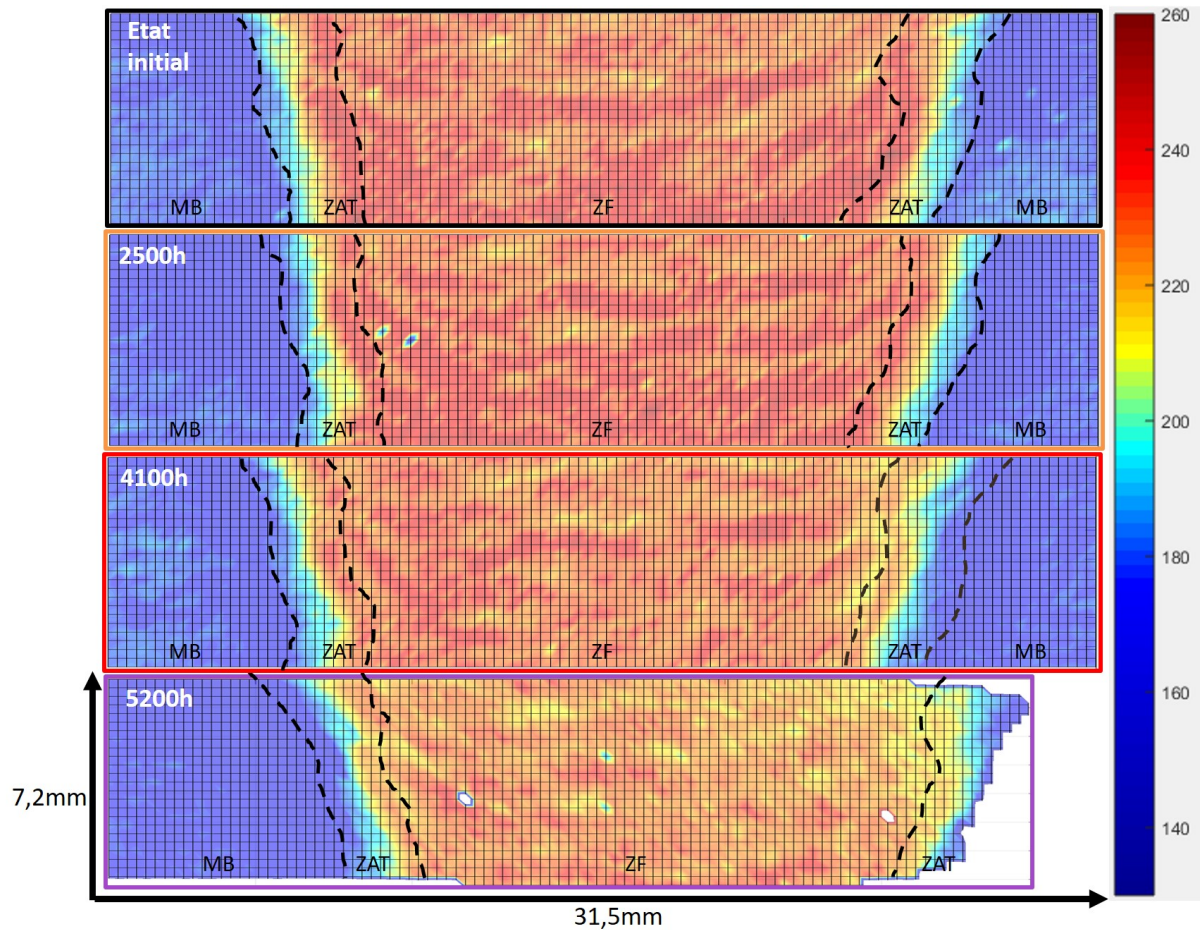


FIGURE 5.1 – Série de cartographies de microdureté Vickers HV1 des joints soudés en fonction du temps de fluage : sans fluage, 2500h, 4100h et après la rupture en fluage à 5200h. Les différentes zones du joint soudé ont été délimitées par des traits pointillés.

Les courbes de dureté sont similaires à celle de la première ICHAZ, avec le maximum situé dans la zone fondue, le minimum localisé dans le métal de base et la ligne de fusion identifiable par une brusque diminution de la dureté. De ce côté du joint soudé, seule la courbe de l'état rompu présente un adoucissement notable.

Pour le graphique A (Figure 5.2 c), la zone de cavités dessinée est plus étroite que pour le graphique B (Figure 5.2 d), car un seul nuage de cavités est traversé. Pour cette courbe, un fort adoucissement est relevé exclusivement dans la ICHAZ, avec un pic présentant un minimum, comme pour l'échantillon à 4100 heures sur la Figure 5.2 a. Il semblerait que ce pic, devienne la future localisation de la rupture.

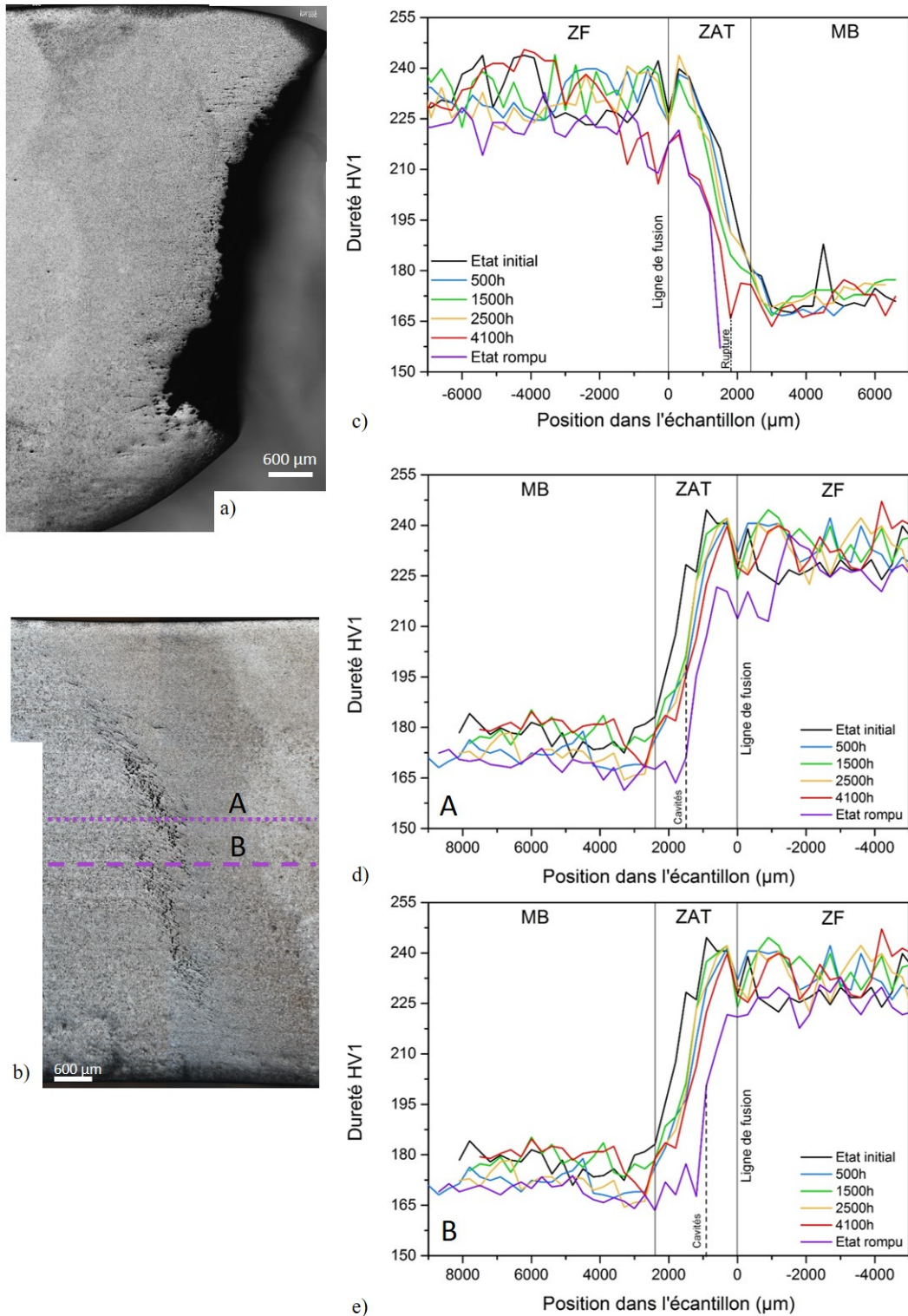


FIGURE 5.2 – Micrographies optiques de a) la 1ère ZAT rompu et b) la 2ème ZAT après 5200h de fluage. Comparaison d'une filiation de microdureté Vickers HV1 d'une moitié des joints soudés en fonction du temps de fluage : sans fluage, 500h, 1500h, 2500h, 4100h et après la rupture en fluage à 5200h, c) pour les 1ères ZAT, d) et e) pour les 2èmes ZAT situés respectivement au niveau A et B sur la micrographie optique b).

Sur le graphique B, ( Figure 5.2 d), la zone de cavités est plus importante, car deux nuages de cavités sont traversés. Ainsi, la courbe de dureté, pour cet échantillon, présente deux pics dans la zone de cavités, qui représente les zones de faiblesse.

Sur les Figures 5.2, la dureté dans la ICHAZ passe de 195 HV1 pour l'état initial à 163 HV1 pour l'état rompu de la 2ème ICHAZ. Le minimum de dureté pour l'état initial est localisé à 3,3 mm de la ligne de fusion alors que pour l'état rompu, il est localisé à 1,8 mm de la ligne de fusion. Abd-El-Azim relève un comportement similaire après 14379 heures de fluage à 650 °C et 40 MPa. L'auteur mesure une baisse de dureté dans la FGHAZ proche du métal de base (il ne considère pas la zone ICHAZ existante) qui passe de 190 HV à 160 HV avec un minimum localisé avant fluage à 2,3 mm de la zone de fusion à 1,9 mm après fluage, (Abd El-Azim *et al.*, 2013a).

Il est intéressant de noter que la zone du métal de base, proche de la ICHAZ (zone THAZ dans le Chapitre 1 1.2.2), présente la plus faible dureté, mais sans variation significative au cours du fluage.

Pour conclure, la dureté varie de manière significative à partir du stade tertiaire de fluage. Un adoucissement prend naissance majoritairement dans la ICHAZ et s'amplifie avec le temps. Un minimum de dureté apparaît dans la ICHAZ, qui semble devenir la zone de faiblesse et la future localisation de la rupture.

## 5.2 Analyse des précipités

Comme il est rappelé dans le Chapitre 1, paragraphe 1.4.2, le durcissement de cet acier est tributaire des mécanismes de la précipitation, des dislocations, de la solution solide, de l'écrouissage et de l'affinement des grains de la structure. Le niveau de propriétés d'usage du Grade 91 est maintenu via une microstructure complexe caractérisée par une forte densité de dislocations et de précipités. En effet, Hald (Hald, 2008) relève que la majorité des précipités sont présents sur les joints et les sous-joints de grains, assurant leur ancrage lors des sollicitations thermomécaniques.

Pour rappel, les précipités peuvent être contournés ou cisailés en fonction de leur diamètre et également de leur cohérence avec la matrice. La Figure 5.4 montre l'évolution qualitative de la contrainte qu'oppose un précipité au mouvement des dislocations, en fonction de son diamètre. Sur cette Figure 5.4 deux domaines apparaissent, le mécanisme de cisaillement pour des petits diamètres et le mécanisme de contournement pour des diamètres importants. Ces deux mécanismes opèrent dans des domaines séparés par une taille critique, optimale dans la résistance au mouvement des dislocations, au-delà de laquelle les précipités peuvent être contournés par les dislocations (Figure 5.4).

D'après Hald, (Hald, Korcakova, 2002) la contribution des précipités, lors des sollicitations en fluage pour les aciers 9-12 %Cr, présente des similitudes avec le mécanisme d'Orowan, c'est-à-dire à la contrainte qu'opposent les précipités aux mouvements des dislocations. Cette contrainte

peut s'écrire :

$$\sigma_{OROWAN} = 3,32 \times \mu \times b \times \frac{\sqrt{f_p}}{d_p} \quad (5.1)$$

avec,

- $\mu$  le module de cisaillement,
- $b$  le vecteur de Burgers,
- $f_p$  la fraction volumique de précipités,
- $d_p$  le diamètre des précipités.

Maruyama a estimé la contrainte d'Orowan pour la phase de Laves, les  $M_{23}C_6$  et les MX, sur le tableau de la Figure 5.3. D'après cette Figure, la phase de Laves possède la plus faible contrainte d'Orowan donc participe de façon peu conséquente à la résistance au fluage (Maruyama, Sawada et Koike, 2001).

Particle	Volume fraction V(%)	Diameter $d_p$ (nm)	Spacing $l_p$ (nm)	Orowan stress $\sigma_{or}$ (MPa)
$Fe_2(W, Mo)$	1.5	70	410	95
$M_{23}C_6$	2	50	260	150
MX	0.2	20	320	120

FIGURE 5.3 – Évaluation de la Contrainte d'Orowan pour les précipités ( $Fe_2(W, Mo)$ ,  $M_{23}C_6$  et MX ) au cours du contournement par les dislocations, en fonction de leurs caractéristiques dimensionnelles (Fraction volumique, V(%), diamètre,  $d_p$ , espacement entre les particules,  $l_p$ ) (Maruyama, Sawada et Koike, 2001).

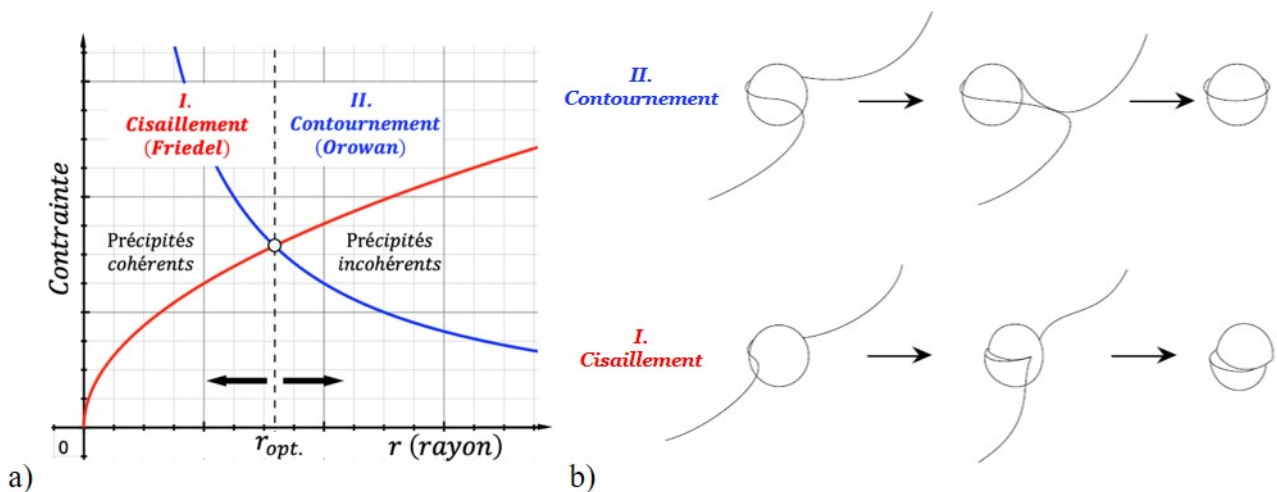


FIGURE 5.4 – a) Évolution qualitative de la contrainte qu'opposent une population de précipités, cohérents et de taille uniforme, en fonction de leur rayon, au mouvement des dislocations, b) Illustration du phénomène de cisaillement et de contournement des précipités par les dislocations, (Deschamps 2003).

Ainsi, la mesure de l'influence des précipités sur la stabilité en fluage du Grade 91 doit s'appuyer sur l'évaluation de leur fraction volumique et leur taille, (Hald, Korcakova, 2002).

D'après la littérature (cf. Chapitre 1), les précipités du Grade 91 ont tendance à grossir pendant le fluage. Ainsi, la force nécessaire aux dislocations pour passer l'obstacle varie au cours du fluage. Il est donc important de connaître l'évolution de la taille des précipités au cours du fluage. Cette évolution illustrée par les micrographies obtenues en microscopie électronique en transmission (Figure 5.5), qui font le parallèle entre l'état de précipitation, au sein de la zone ICHAZ, entre l'état initial et l'état rompu après fluage. Pour étudier cette évolution, nous avons utilisé des répliques extractives en carbone (cf. Chapitre 2), associées à l'analyse par spectroscopie en sélection d'énergie (EDS-MET), afin d'isoler chaque famille de précipités. Néanmoins, cette technique ne permet pas d'accéder à la densité des précipités et donc de calculer la contrainte d'Orowan. Cependant, cette étude permettra d'apprécier l'impact de l'évolution dimensionnelle sur la résistance au fluage.

Nous passerons, dans les paragraphes suivants, en revue les différents précipités, notamment, les carbures ( $M_{23}C_6$  et  $V(C, N)$ ) ainsi que la phase de Laves. Nous étudierons les états flués, en nous focalisant sur la ICHAZ, et ferons une comparaison qualitative avec le métal de base.

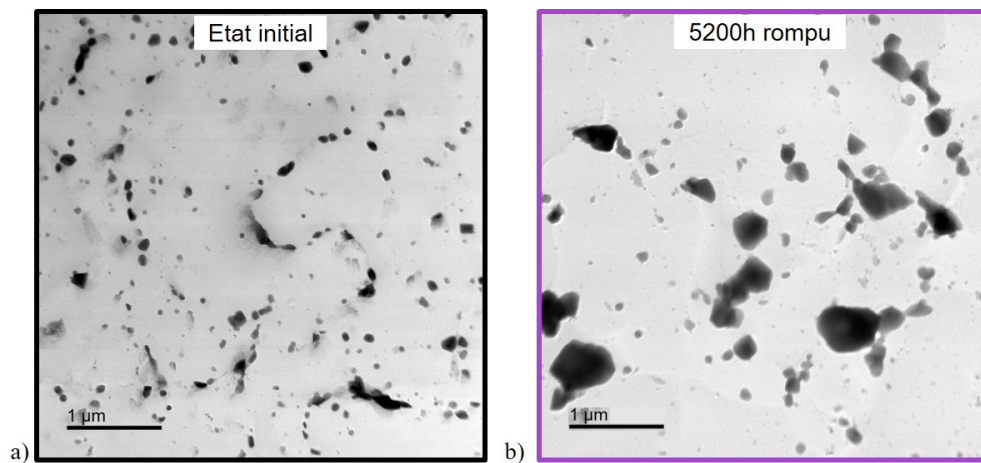


FIGURE 5.5 – Micrographies en champ clair obtenues au MET, comparant l'état de précipitation entre la ICHAZ a) non fluée et b) rompue après fluage à 600 °C et 100 MPa.

### 5.2.1 Les carbures $M_{23}C_6$

La première analyse s'est focalisée sur l'évolution des  $M_{23}C_6$  dans la ICHAZ au cours du fluage. Les Figures 5.6 regroupent les résultats des analyses statistiques de l'évolution de la précipitation des carbures  $M_{23}C_6$  au sein de la zone ICHAZ. Un exemple du protocole d'analyse, expliqué dans le Chapitre 2, est illustré dans l'Annexe-C. Les Figures 5.6 a) donnent la variation du diamètre moyen des carbures  $M_{23}C_6$  associée au premier et au troisième quartiles, alors que la Figure 5.6 b) traduit les fréquences des diamètres apparents.

Cette étude a été réalisée sur 400 précipités par échantillon, prélevés sur les répliques extractives en carbone.

Le grossissement des  $M_{23}C_6$  au cours du fluage est relativement conséquent avec une taille moyenne initiale de 149 nm et une taille finale de 228 nm. La taille maximale des  $M_{23}C_6$  mesurée sur les 400 précipités de l'échantillon rompu est de 623 nm. La taille minimale pour ce même échantillon est de 15 nm. Ce grossissement est visible sur la micrographie de la réplique extractive de la Figure 5.5.

Le premier quartile, présenté sur la Figure 5.6 a et les fréquences de taille de la Figure 5.6 b, montrent que des  $M_{23}C_6$  de petites tailles sont toujours présents au cours du fluage mais en densité plus faible.

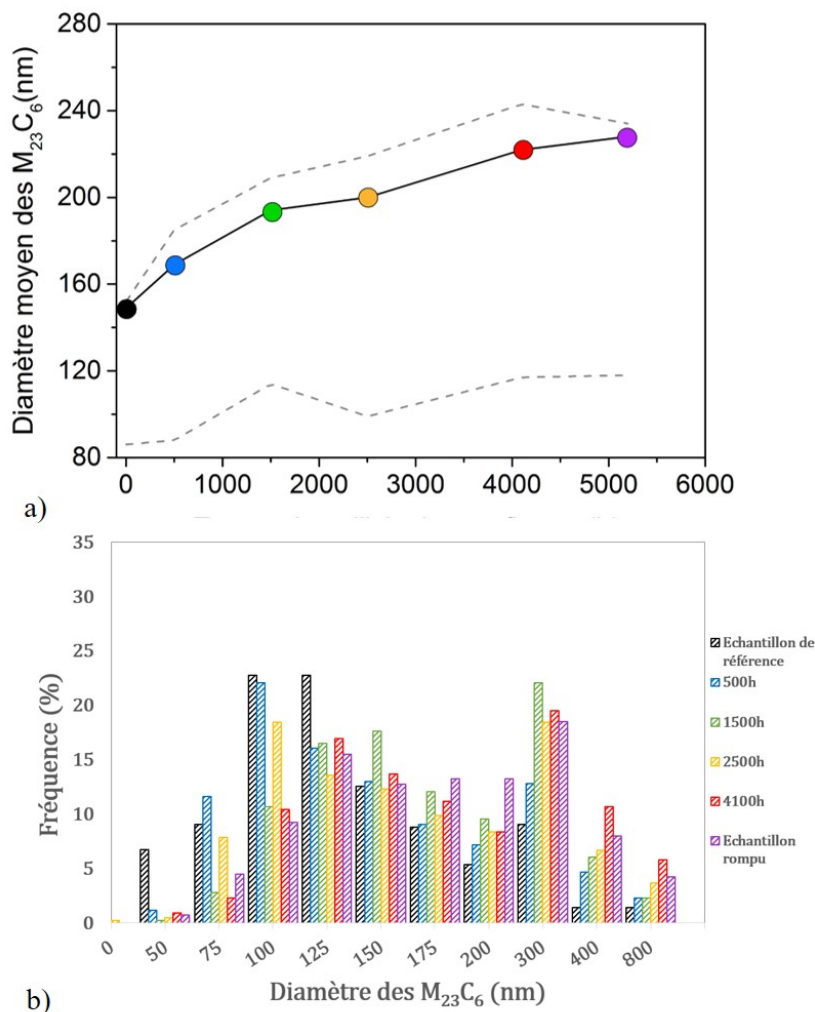


FIGURE 5.6 – Analyse de l'évolution du diamètre moyen des  $M_{23}C_6$  de la ICHAZ en fonction du temps de fluage : sans fluage, 500h, 1500h, 2500h, 4100h et après la rupture en fluage à 5200h ; a) moyenne, premier et troisième quartiles des surfaces apparentes, b) distribution du diamètre apparent de cercle équivalent.

Ainsi, grâce aux essais interrompus, il a été possible de suivre l'évolution de la précipitation au

cours du fluage. Cette évolution, relativement importante jusqu'au stade II de fluage, ralentit jusqu'à la rupture.

### 5.2.2 Les précipités V(C, N)

L'analyse des précipités MX s'est portée exclusivement sur les V(C, N), avec une étude statistique de 450 précipités par échantillon. Il y avait trop peu de Nb(C, N) pour pouvoir réaliser une analyse quantitative similaire.

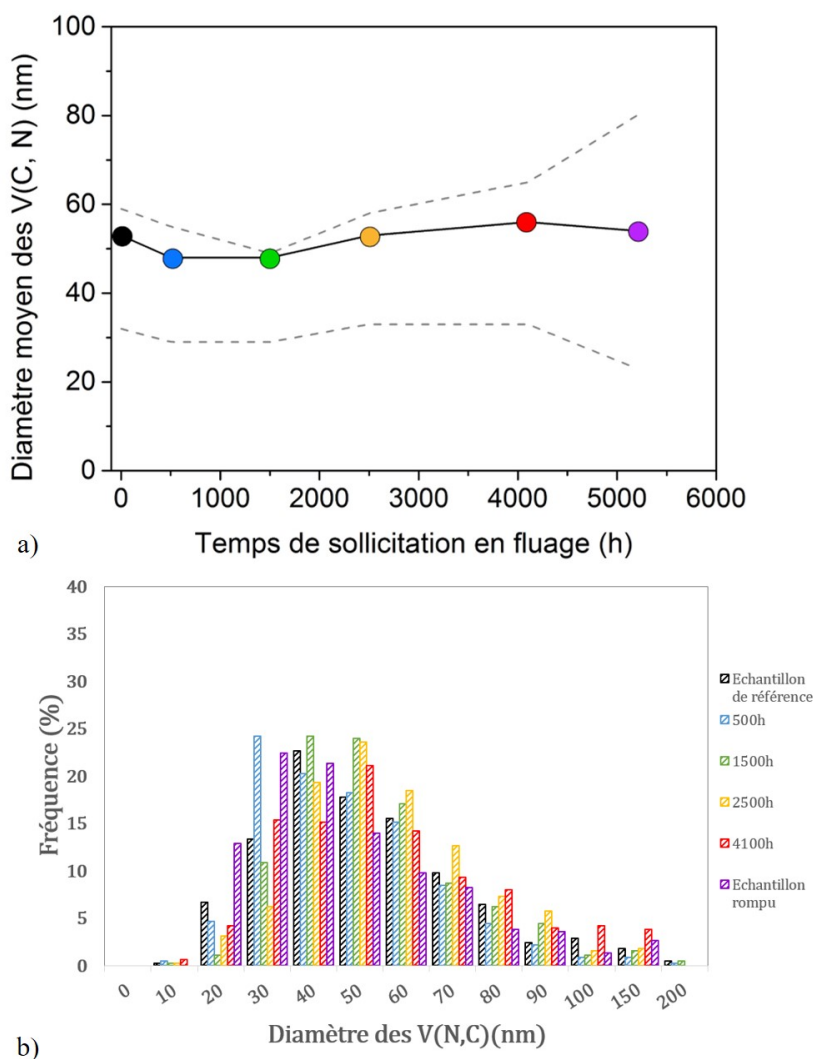


FIGURE 5.7 – Analyse de l'évolution du diamètre moyen des V(C, N) de la ICHAZ en fonction du temps de fluage : sans fluage, 500h, 1500h, 2500h, 4100h et après la rupture en fluage à 5200h; a) moyenne, premier et troisième quartiles des surfaces apparentes, b) distribution du diamètre apparent de cercle équivalent.

Comme pour les  $M_{23}C_6$ , la Figure 5.7.a illustre la courbe des variations du diamètre moyen associée au premier et troisième quartiles. La Figure 5.7.b, présente les fréquences des diamètres

apparents au cours du fluage. D'après ces figures, aucun effet notable du fluage sur le grossissement des V(C, N) n'est relevé. Le diamètre moyen de V(C, N) est initialement de 53 nm et de 54 nm sur l'échantillon rompu. Hald ne relève également aucune variation de la taille des précipités au cours du fluage, (Hald, 2008). En effet, les MX sont des précipités très stables en température, jusqu'à environ 1300 °C (diagramme Thermocalc© Figure 2.1, Chapitre 2).

Néanmoins, un élargissement du premier et troisième quartiles pour l'échantillon rompu est visible sur les Figures 5.7 ainsi qu'une fréquence supérieure pour les plus gros précipités à 4100h et à la rupture. Cette configuration suggère qu'un léger grossissement des MX se produit à long terme, probablement pour ceux qui sont situés sur les joints de grains.

### 5.2.3 La Phase de Laves

La dernière étude concerne la phase de Laves. Cette nouvelle phase a été détectée en faible densité dans nos échantillons, à partir de 500h de fluage. Les Figures 5.10 montrent les micrographies réalisées sur des lames FIB de l'échantillon à 1500 heures de fluage. La nouvelle phase, très grossière, apparaît en contraste plus clair sur les images HAADF, ce qui signifie que la phase est riche en éléments d'alliage à Z élevé (Mo) (Figure 5.10 et Tableau 5.1).

Une étude a été réalisée pour caractériser cette phase, comme pour les précipités précédents, illustrée sur la Figure 5.8. La composition chimique initiale a été déterminée sur l'échantillon flué pendant 500 heures et est présentée sur le tableau 5.1. Ces analyses confirment bien que cette nouvelle phase est la phase de Laves qui est un composé de type  $Fe_2Mo$  contenant du silicium. C'est une phase qui cristallise dans le système hexagonal avec comme paramètres de maille  $a = 4,75\text{\AA}$  et  $c = 7,76\text{\AA}$ .

TABLE 5.1 – Composition chimique (%at.) de la phase de Laves réalisée en EDS sur MET.

Composition	Cr	Fe	Mo	V	Nb	N	Si
Phase de Laves	10,2	52,5	21,3	0,4	0,3	3,6	12,0
Dispersion	9,8-10,2	51,1-53,6	20,4-22,3	0,06-1,0	0,2-0,3	1,9-5,4	10,8-12,9

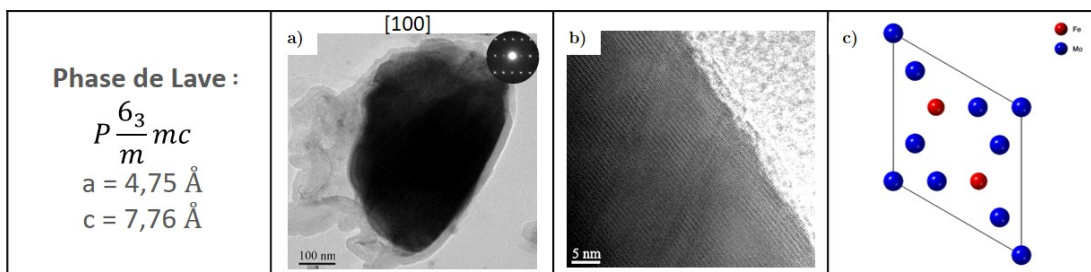


FIGURE 5.8 – Analyse MET des Phases de Laves orienté suivant l'axe de zone [001]. a) Image HRTEM, b) Image HAADF en mode STEM, c) projection de la structure cristallographique, avec le logiciel CrystaMaker © de la structure.



Comme présenté dans la Chapitre 1, les particules de la phase de Laves sont des composés intermétalliques qui apparaissent après des longs maintiens à haute température. D'après Hald, (Hald, 2008), cette phase apparaît pour des températures inférieures à  $650\text{ }^{\circ}\text{C}$ . En effet, l'auteur observe que lorsque la température de fluage est proche de la température de mise en solution pour la phase de Laves, la germination de cette dernière est très difficile.

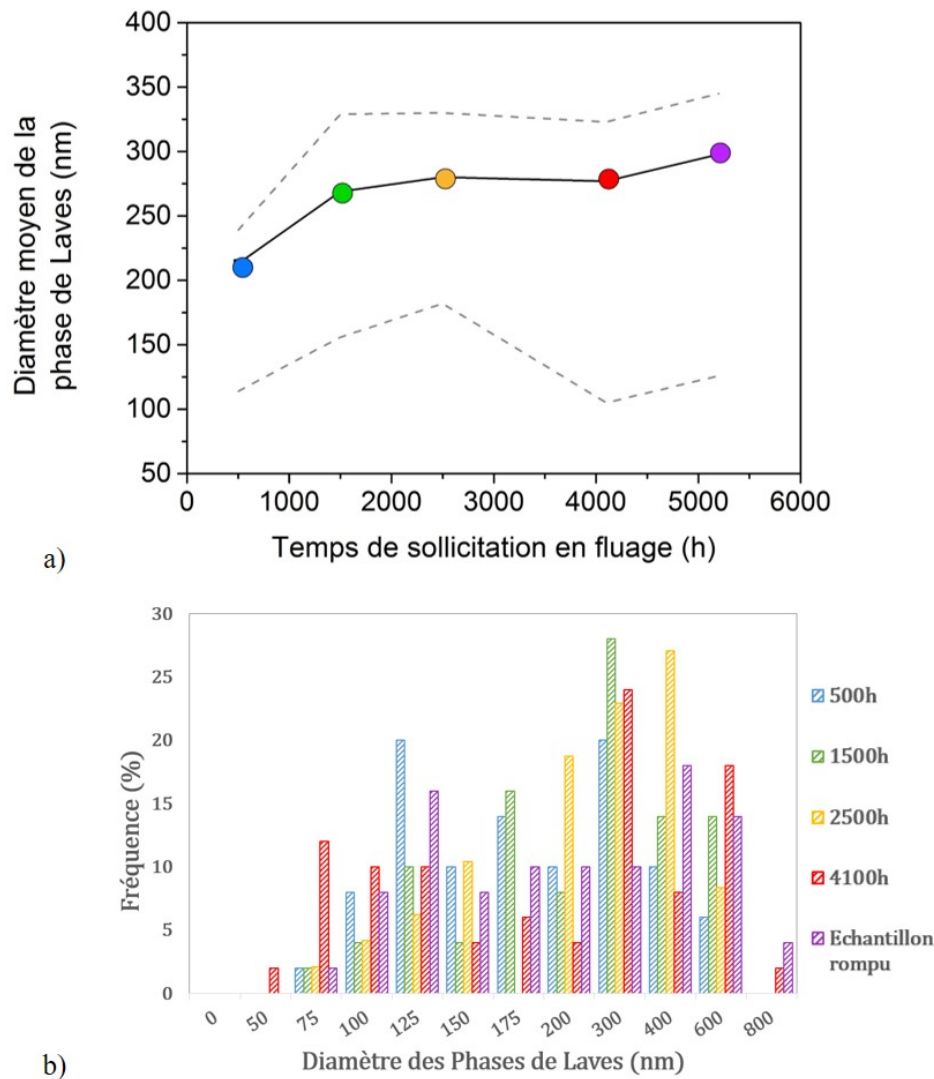


FIGURE 5.9 – Analyse de l'évolution de la surface apparente de la phase de Laves en fonction du temps de fluage : 500h, 1500h, 2500h, 4100h et après la rupture en fluage à 5200h ; a) moyenne, premier et troisième quartiles des surfaces apparentes, b) distribution de la surface apparente de la phase de Laves.

Les Figures 5.9 montrent l'évolution de la taille de la phase de Laves au cours du fluage à  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  et 100 MPa. Comme mentionné précédemment, les mesures débutent à 500 heures de fluage, où la première phase a été détectée. La phase de Laves est déjà de taille importante à 500 heures de fluage, (179 nm de diamètre), ce qui signifie que la germination a déjà débuté et que la

croissance initiale est très rapide. La phase continue à grossir durant l'essai de fluage de façon accélérée jusqu'à 2500 heures et se stabilise jusqu'à la rupture avec un diamètre moyen final de 294 nm (avec un maximum à 690 nm et un minimum à 60 nm). La densité semble également plus importante à partir de 2500 heures de fluage, mais la quantification de cette augmentation n'est pas possible avec la technique des répliques extractives en carbone. Sur les Figures 5.10, les particules de la phase de Laves sont situées sur les joints de grains, ce qui contribue à leur croissance.

D'après l'analyse de Hald (*cf.* Chapitre 1-Figure 1.7), la taille de ces phases augmente très rapidement puis se stabilise. L'auteur mesure un diamètre moyen de 250 nm après la stabilisation lors du vieillissement thermique à 600 °C du P92, (Hald, 2008). Nos résultats sont donc cohérents avec ce qui est rapporté dans la littérature.

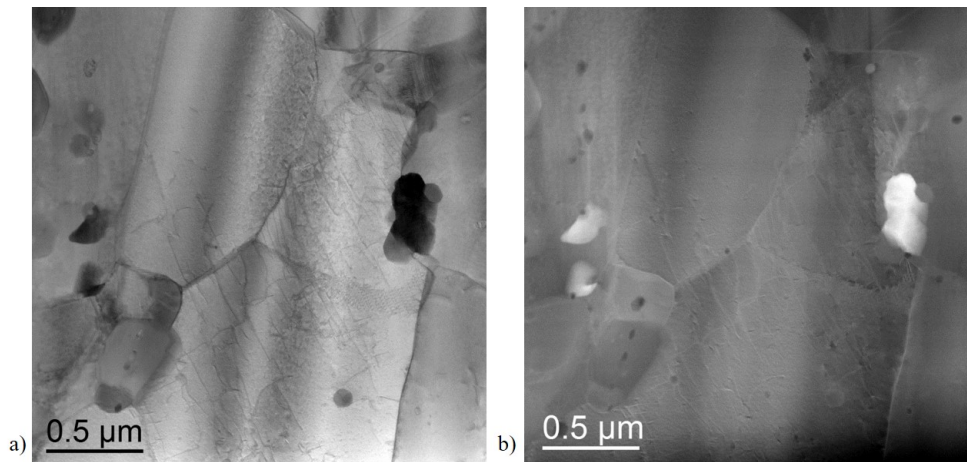


FIGURE 5.10 – Micrographie MET sur une lame FIB de la ICHAZ, après 1500 heures de fluage à 600 °C et 100 MPa, a) image en champ clair, b) image HAADF.

#### 5.2.4 Comparaison avec le métal de base

Une comparaison de l'évolution des précipités a été réalisée entre la ICHAZ et le métal de base, afin de détecter une éventuelle différence de comportement de la ICHAZ. La Figure 5.11, compare les diamètres moyens des différents types de précipités dans la ICHAZ et le métal de base. Comme précédemment, les barres d'erreur sont définies par le premier et le troisième quartiles. Les répliques ont été réalisées dans le métal de base, pour chaque échantillon, mais seulement quelques-unes ont été analysées. Au vu du caractère chronophage de l'analyse (environ 2 jours par point), il a été décidé d'étudier en priorité l'état initial, l'état final et 4100 heures de fluage.

Concernant les  $M_{23}C_6$ , (Figure 5.11 a)) ces derniers n'ayant pas été dissous durant le soudage, leur taille est initialement plus importante dans le métal de base que dans la ICHAZ (voir Chapitre 3, Figure 3.21) : le diamètre moyen de l'état non flué dans le métal de base est de 185 nm contre 128 nm dans la ICHAZ. Néanmoins, les  $M_{23}C_6$  évoluent peu dans le métal de base, au cours du fluage, avec un diamètre moyen de 213 nm à rupture. Ainsi, leur croissance est ralentie par rapport à la ICHAZ.

L'évolution des précipités V(C, N) est présentée sur la Figure 5.11 b). Le diamètre moyen des trois échantillons analysés pour le métal de base (initial, 4100h et 5200h) sont similaires au diamètre moyen dans la ICHAZ. Il n'y a pas de grossissement des V(C, N) dans le métal de base au cours du fluage.

La phase de Laves a également été analysée. Néanmoins, elle n'est pas présente dans l'échantillon initial et en quantité suffisante dans l'échantillon à 4100h pour pouvoir faire une analyse quantitative (2 précipités détectés sur les 10 cartographies EDS réalisées). Ainsi, la comparaison a seulement été faite avec l'échantillon à rupture. La taille des particules de la phase de Laves est plus élevée dans le métal de base que dans la ICHAZ, (Figure 5.11.c). Cependant, le nombre de particules analysées étant plus limité que dans la ICHAZ (22 précipités contre 45 dans la ICHAZ), il est donc difficile de conclure sur l'évolution de la phase de Laves dans le métal de base. Des analyses supplémentaires seraient intéressantes dans une étude ultérieure. Malgré cela, la phase de Laves est bien présente dans le métal de base, avec une croissance significative, mais en plus faible densité.

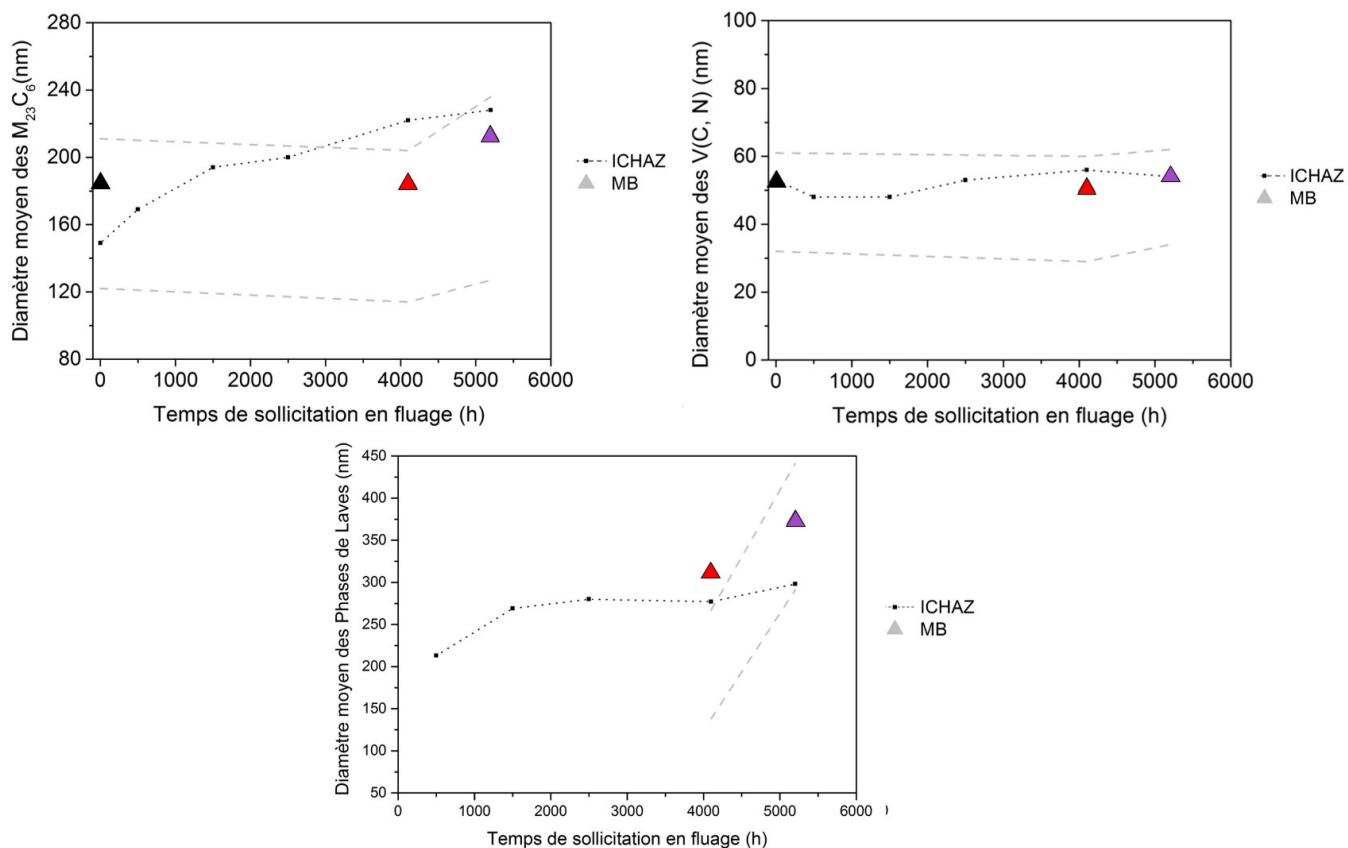


FIGURE 5.11 – Comparaison de l'évolution des diamètres moyens apparents des précipités associés aux premiers et troisièmes quartiles dans le métal de base, en fonction du temps de fluage, pour les a)  $M_{23}C_6$ , b) V(C, N) et c) la phase de Laves.

### 5.2.5 Évolution de la composition chimique des précipités

Une analyse de l'évolution de la composition chimique a été réalisée sur les  $M_{23}C_6$ , les V(C, N) et la phase de Laves, afin d'étudier l'impact du fluage sur la composition. Les courbes d'évolution du pourcentage atomique des éléments en fonction du temps de fluage sont présentées sur la Figure 5.12. Pour l'étude, 7 éléments sont étudiés, le chrome, le fer, le molybdène, le silicium, le vanadium, le niobium et l'azote.

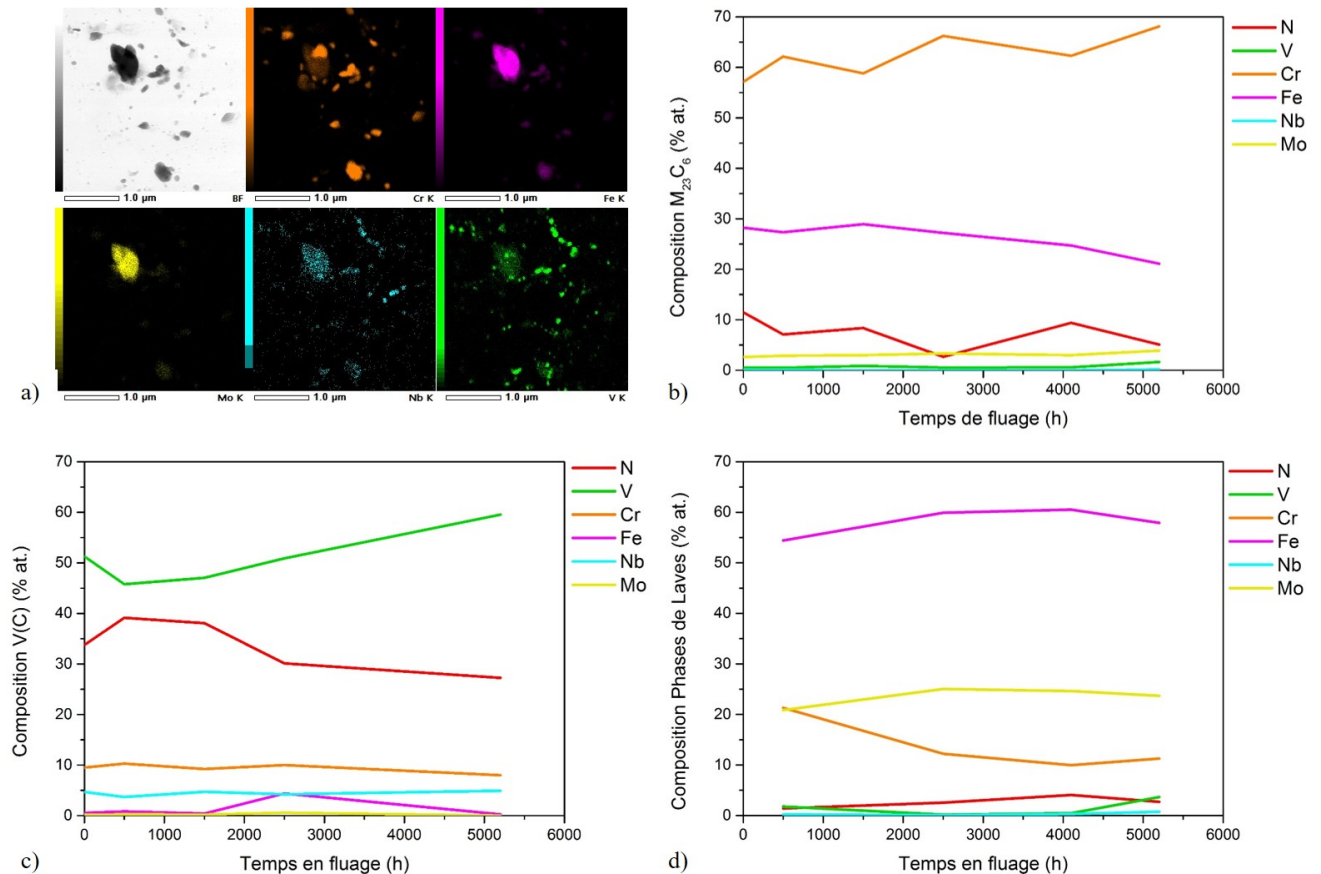


FIGURE 5.12 – a) Cartographies EDS au MET sur des répliques extractives en carbone dans la ICHAZ de l'échantillon rompu en fluage à 600 °C et 100 MPa ; Évolution de la composition moyenne (% at.) des précipités b)  $M_{23}C_6$ , c) V(C) et d) de la phase de Laves, d'après les analyses EDS dans la ICHAZ, en fonction du temps de fluage : sans fluage, 500h, 1500h, 2500h, 4100h et 5200h.

Il ne semble pas y avoir de variation de la composition des Phases de Laves et des V(C, N) au cours du fluage. Concernant les  $M_{23}C_6$ , la composition évolue légèrement. Les auteurs dans la littérature ont également relevé ces variations de composition. Dans notre étude, le chrome passe de 58,1% at. à 65,9% at. après 5200h à 600 °C dans la ICHAZ. D'après Panait, (Panait *et al.*, 2010b), la composition en chrome passe de 61,2% at. initialement à 70,5% at. après 113431h de fluage à 600 °C dans le métal de base. Abd-El-Azim, (Abd El-Azim *et al.*, 2005), mesure une variation de 61,53% at. initialement à 68,6% at. après 26000h à 600 °C. Les auteurs notent égale-

ment une diminution de la composition en fer (27.4% at. à 21.6% at. dans notre étude, 27,7% at. à 17% at. pour Panait) et une légère augmentation en molybdène (3,04% at. à 3,7% at. pour notre cas, 5,7% at. à 6,8% at. pour Panait).

Les fractions atomiques entre les études sont légèrement différentes, dû à la composition initiale du matériau, d'une part et parce que les auteurs ne considèrent pas les mêmes éléments pour l'analyse, d'autre part. Par exemple, Abd-El-Azim considère 5 éléments différents : le chrome, le fer, le molybdène, le vanadium et le niobium. Dans notre étude, 7 éléments sont analysés. Néanmoins, les tendances de variation de composition sont similaires, c'est-à-dire que les  $M_{23}C_6$  s'enrichissent en chrome au cours du fluage.

### 5.2.6 Discussion

La taille des précipités augmente par diffusion des éléments d'alliage des petits précipités vers les gros. Les précipités situés sur les anciens joints de grains austénitiques sont majoritairement plus gros que les autres, au cours du fluage. En effet, les anciens joints de grains austénitiques, ne disparaissant pas pendant le fluage, jouent le rôle de court-circuits de diffusion. Par leurs structures moins « compactes », ils accélèrent la diffusion des différents éléments d'alliage, aussi bien interstitiels que substitutionnels. Ce comportement favorise le grossissement des précipités sur les joints des anciens grains austénitiques (Abd El-Azim *et al.*, 2005). Ce grossissement au cours du temps de certains précipités au détriment d'autres plus petits traduirait une mûrissement d'Ostwald (Ostwald Ripening). En faisant abstraction des déformations élastiques, la cinétique de cette réaction suivrait une loi classique LSW (loi de Lifshitz et Slyozof et Wagner) décrite par l'équation suivante :

$$d_p^n - d_0^n = k_d \times t \quad (5.2)$$

avec,

- $d_p$  et  $d_0$  sont les diamètres moyens des précipités, respectivement, à l'instant  $t$  et au début de la phase de maturation,
- $k_d$  est une constante de proportionnalité qui dépend, entre autres, des coefficients de diffusion des éléments d'alliage quittant les petites particules vers celles en voie de coalescence, de l'enthalpie spécifique d'interface entre le précipité et la matrice ainsi que de la concentration de saturation de l'élément d'intérêt,
- $n$  est un exposant dont la valeur est comprise entre 2 et 5 en fonction du mécanisme de coalescence :
  - $n = 2$  : diffusion aux interfaces,
  - $n = 3$  : diffusion en volume du soluté dans la matrice,
  - $n = 4$  : diffusion dans les joints de grains à forte désorientation,
  - $n = 5$  : diffusion dans les joints de grains à faible désorientation.

Cette loi a été utilisée pour simuler nos données expérimentales sur l'évolution des  $M_{23}C_6$  au cours du fluage. La Figure 5.13 illustre les données expérimentales à partir de 500 heures de fluage. Le fit avec la loi LSW a été obtenu pour les valeurs :

- $K_d$  : 3522,
- $n$  : 3.15,
- $d_0$  : 163.1 nm.

La valeur de la constante  $n=3.15$  nous indique que la coalescence des  $M_{23}C_6$  est contrôlée par la diffusion en volume ( $n = 3$ ), corroboré par la littérature, (Maruyama, Sawada et Koike, 2001).

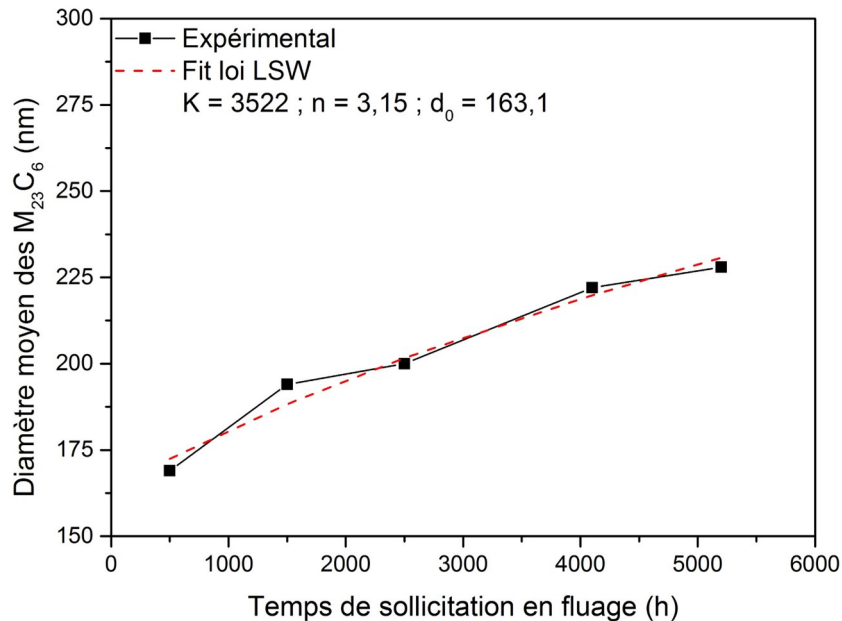


FIGURE 5.13 – Évolution du diamètre des carbures  $M_{23}C_6$  au cours du fluage, fittée par la loi LSW pour les paramètres  $K = 3522$ ,  $n = 3$  et  $d_0 = 163,1$  nm.

L'analyse des lames FIB au MET, (Figure 5.14) montre que les très gros précipités sont localisés aux joints de grains, de blocs et aux points triples (quelques exemples indiqués par des flèches rouges), alors que les petits précipités sont majoritairement dans les grains (flèches bleues).

Ainsi le grossissement des précipités est favorisé par la diffusion des éléments d'alliage constitutifs des carbures  $M_{23}C_6$ , le long des joints de grains, conduisant ainsi à leur coalescence. Lorsque le taux de coalescence est élevé, les précipités sont moins efficaces pour épingler les dislocations. Ainsi, les précipités intergranulaires contribuent peu ou pas au durcissement, pouvant induire un adoucissement du matériau.

Concernant les MX, leur évolution n'est pas visible au cours de nos essais de fluage. Dans la littérature, les auteurs affirment que les MX sont contrôlés par la diffusion aux joints de grains à faible désorientation ( $n = 5$ ). De manière générale, le taux de coalescence des MX est inférieur au taux de coalescence des  $M_{23}C_6$  (jusqu'à 10 fois moins élevé), (Maruyama, Sawada et Koike, 2001). Cette faible valeur de  $K_d$  pour les MX est due à la faible solubilité du niobium et du vanadium dans la matrice ferritique.

Cette étude a permis de mettre en avant les évolutions de l'état de précipitation au sein de la ICHAZ au cours du fluage. Cette évolution se traduit par la coalescence des carbures  $M_{23}C_6$ , due au phénomène de mûrissement d'Ostwald, avec une diffusion des éléments d'alliage en volume. Nous avons relevé une légère variation de composition des carbures  $M_{23}C_6$  au cours du fluage, qui semblent s'enrichir en chrome et molybdène. Ainsi, les carbures  $M_{23}C_6$  coalescés se retrouvent le long des joints de grains dans la ICHAZ.

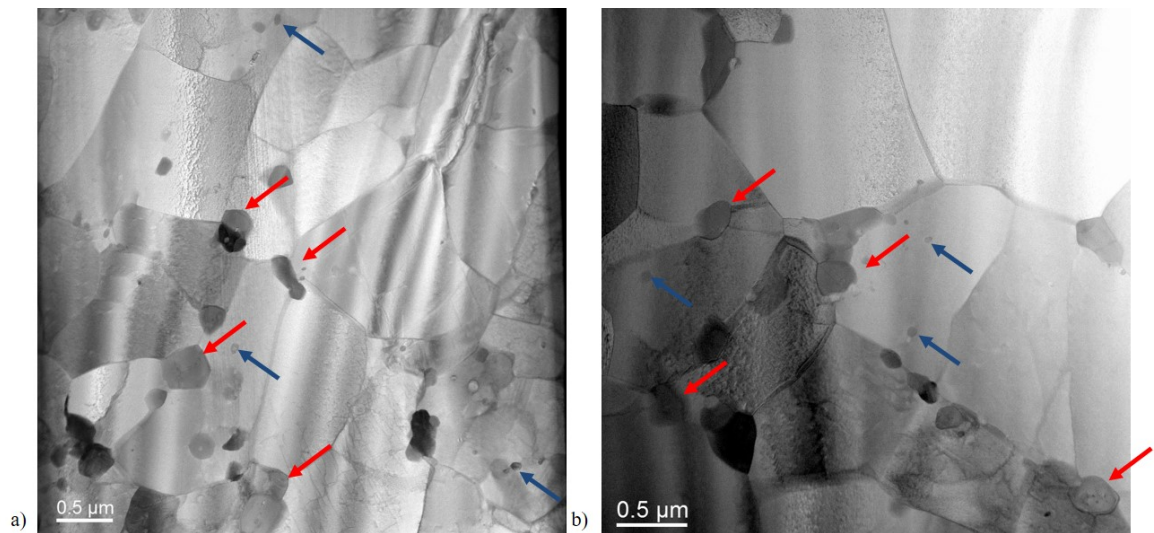


FIGURE 5.14 – Micrographies obtenues en champ clair au MET, à partir de lames FIB dans la ICHAZ pour a) l'échantillon flué pendant 1500h et b) l'échantillon rompu après 5200h de fluage. Certains gros précipités  $M_{23}C_6$  sont indiqués par des flèches rouges et les petits par des flèches bleues.

La croissance des carbonitrides MX est bien inférieure à celle des carbures  $M_{23}C_6$ . Leur croissance n'a pas été détectée au cours du fluage à 600 °C et 100 MPa.

L'apparition de la phase néfaste de Laves a été observée à partir de 500 heures de fluage, avec une croissance très rapide puis une stabilisation. Ces phases sont également présentes au niveau des joints de grains.

Ces évolutions de précipitation relevées vont entraîner une diminution du durcissement par précipitation de la ICHAZ.

D'après Abe, le développement de la taille des précipités s'accompagne d'une migration des joints de sous-grains causant une coalescence des lattes ou des sous-grains (Abe, 2004). Afin de vérifier ces assertions, l'évolution de la microstructure a été analysée au cours du fluage.

### 5.3 La microstructure de la matrice au cours du fluage

Après l'étude de l'évolution de la taille des précipités, nous abordons dans cette partie l'évolution microstructurale de la matrice (grains, taille des grains, joints de grains, désorientation, densité de dislocations, etc.) au cours du fluage.

L'analyse EBSD, (présentée dans le Chapitre 2), permet d'accéder à plusieurs informations sur la microstructure : la détection de grains, la taille de grains, les joints de grains, les désorientations angulaires, l'orientation des grains et les GND.

Sur la Figure 5.15, l'image composite (10 cartographies EBSD en série) réalisée sur l'échantillon de référence est comparée à celle de l'échantillon à rupture. Cette image a été reportée en plus grande dimension sur l'Annexe-C, Figure C.4. La rupture est localisée dans la ICHAZ proche du métal de base, avec la présence de cavités, Figure 5.16. La microstructure de l'échantillon rompu a évolué par rapport à celle de l'échantillon de référence, avec des grains fins et équiaxes dans la ICHAZ. Par ailleurs, de part la modifications de la microstructure, la frontière entre la ICHAZ et la FGHAZ devient difficile à évaluer.

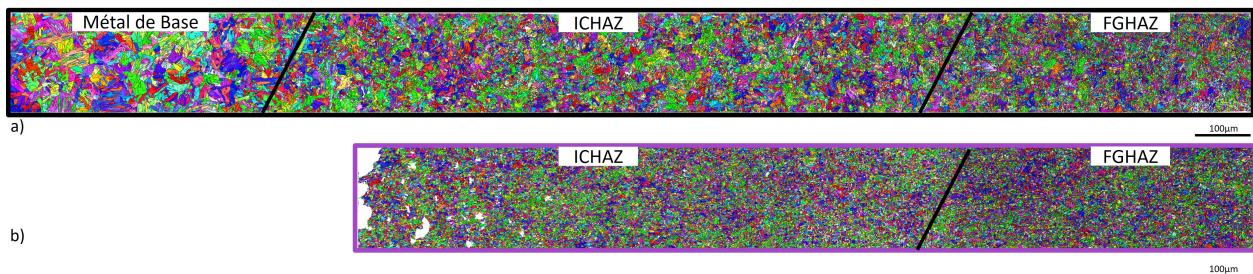


FIGURE 5.15 – Image composite d'environ 10 cartographies d'orientation EBSD de la FGHAZ jusqu'au métal de base, réalisées sur a) l'échantillons de référence sans fluage et b) après rupture en fluage à 600 °C et 100 MPa.

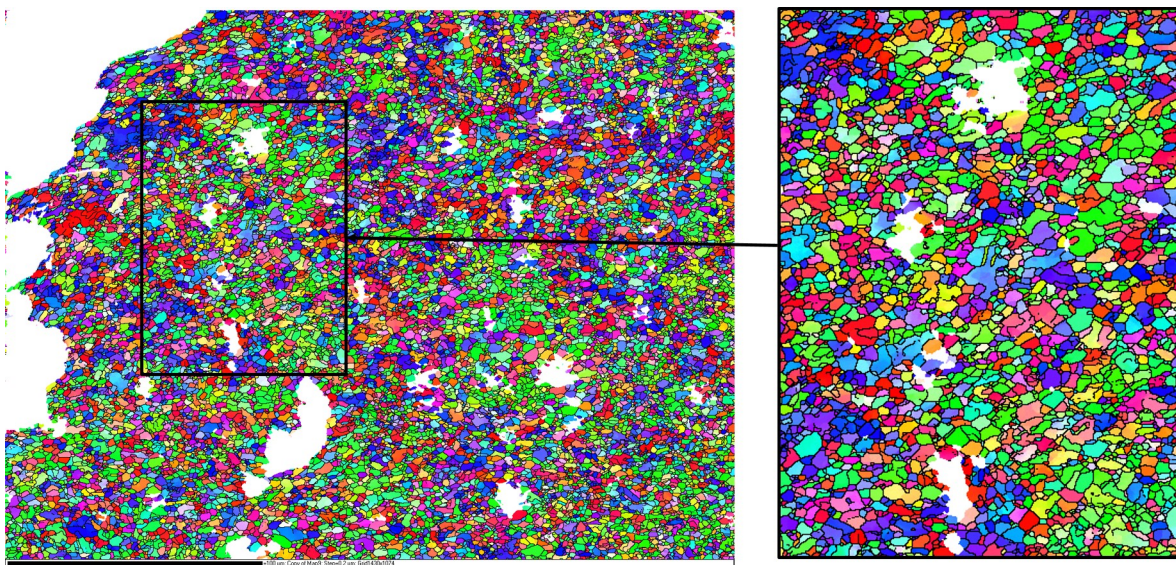


FIGURE 5.16 – Cartographies d'orientation des grains, de la zone de rupture ICHAZ de l'échantillon flué pendant 5200h.



### 5.3.1 Analyse de la taille de grains

D'après les cartes précédents, la microstructure évolue au cours du fluage. L'analyse des cartographies EBSD s'est centrée sur la zone de rupture ICHAZ et sur le métal de base, pris comme état de référence. Les cartographies de taille de grains de la ICHAZ, pour les différents essais interrompus (sans fluage, 500h, 1500h, 2500h, 4100h de fluage et à rupture), sont présentées sur la Figure 5.18. Les cartographies du métal de base, pour les échantillons de l'état initial et final, sont illustrées sur la Figure 5.17. Les cartographies du métal de base des autres échantillons sont présentées en Annexe-C.

L'observation visuelle des cartographies ne montre pas de modification des grains pour le métal de base au cours du fluage. En revanche, la microstructure de la ICHAZ évolue vers une structure équiaxe à petits grains. À partir de 4100h, des zones de microstructure initiale apparaissent avec des zones transformées et à rupture, la transformation est complète. Cette évolution est également observée dans la littérature, (Watanabe et *al.*, 2006, Gaffard et *al.*, 2005).

Les zones noires sur les cartographies de 4100h et 5200h sont des cavités, situées aux joints de grains.

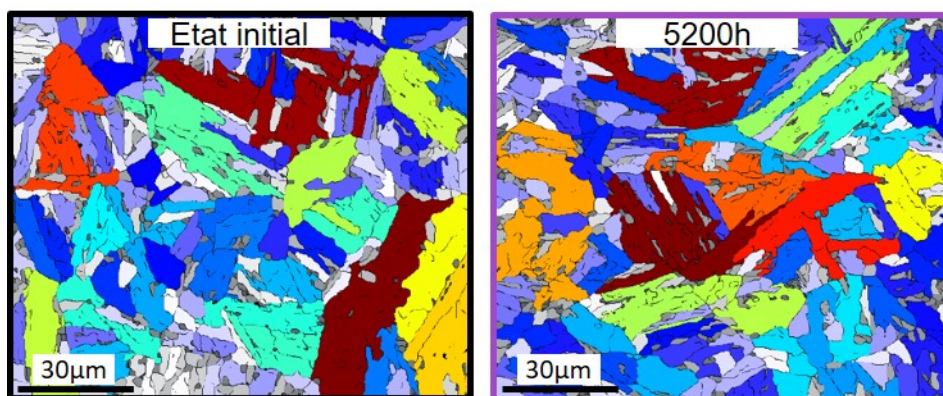


FIGURE 5.17 – Série de cartographies EBSD de la taille des grains du métal de base en fonction du temps de fluage : sans fluage et après la rupture en fluage à 5200h.

Les analyses statistiques issues de ces cartographies sont présentées pour la ICHAZ et le métal de base, respectivement sur les Figures 5.19 et 5.20. Ces Figures montrent la variation de la fréquence des tailles de grains (Figure 5.19 a), et l'évolution de la taille moyenne des grains associée à l'écart-type (Figure 5.19 b), au cours du fluage.

Pour la ICHAZ (Figure 5.19 b), la taille moyenne des grains diminue très légèrement au début du fluage puis se stabilise jusqu'à la fin de stade II. Les écarts-types, pour les temps de fluage entre 0h et 2500h, sont très étendus (de 0.5 à 4.5  $\mu m^2$ ), ce qui traduit une grande variation de la taille des grains. Ainsi, il ne semble pas y avoir d'évolution significative de la taille de grains entre 0h et 2500h.

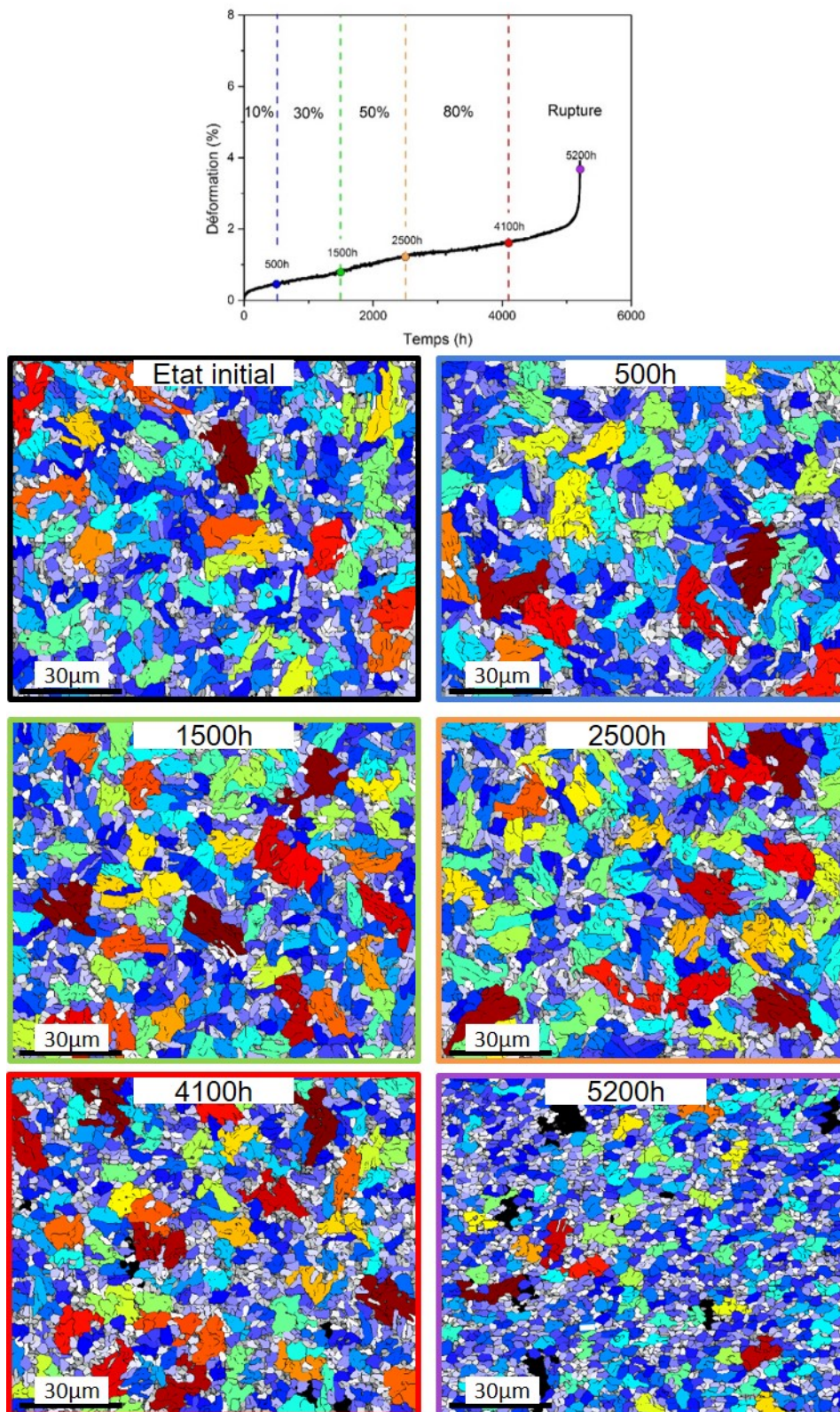


FIGURE 5.18 – Série de cartographies EBSD de la taille des grains de la ICHAZ en fonction du temps de fluage : sans fluage, 500h, 1500h, 2500h, 4100h et après la rupture en fluage à 5200h. Rappel de la courbe de fluage et des essais intermédiaires.

À partir de 4100 heures de fluage l'évolution de la moyenne des tailles de grains est plus prononcée, passant de  $2.34$  à  $1.63 \mu m^2$  à la rupture. Les écarts-types pour les temps de fluage entre 4100h et la rupture diminuent, indiquant une tendance à l'homogénéisation de la taille des grains. La Figure 5.19 a, présentant les fréquences de taille de grains, confirme cette analyse. En effet, la gamme des tailles de grains est relativement étendue pour l'échantillon de référence ainsi que pour ceux flués de 500h à 2500h. Néanmoins, le pic de fréquence augmente légèrement au début du fluage et de manière prononcée à partir de 4100h avec un maximum pour l'état rompu. En résumé, les grains d'aire supérieure à  $5 \mu m^2$  disparaissent et la fréquence des grains de petites tailles ( $1,5 \mu m^2$ ) augmente.

Pour conclure, la surface moyenne des blocs évolue peu avant 4100 heures, c'est-à-dire avant la fin du stade II en fluage, puis tend vers une microstructure à petit grains équiaxes à partir de 4100 heures jusqu'à la rupture. La littérature suggèrent que l'évolution de la ICHAZ vers une microstructure équiaxe à petits grains est causée par les mécanismes de restauration/recristallisation. Ces mécanismes seront abordés par la suite.

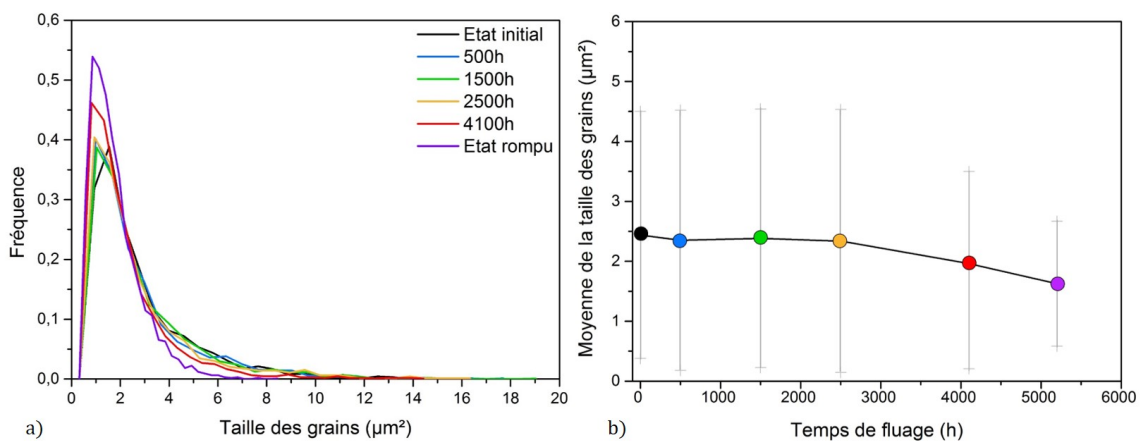


FIGURE 5.19 – Évolution de la taille des grains de la ICHAZ en fonction du temps de fluage ; a) Distribution de la taille des grains, b) Moyenne et écart type de la taille des grains en fonction du temps de fluage.

Dans le métal de base, la distribution de la taille de grains reste sensiblement constante au cours du fluage, avec un pic important autour de  $4 \mu m^2$ , (double de celle de la ICHAZ). La fréquence présente un étalement important, avec une taille maximale vers  $30 \mu m^2$ . Sur la Figure 5.20.b, la taille moyenne fluctue autour de  $4 \mu m^2$  au cours du fluage, mais aucune tendance ne semble se dessiner. Ces fluctuations peuvent être expliquées par la prise en compte d'un nombre moins important de grains dans l'analyse par rapport à la ICHAZ, dû à la taille des grains du métal de base qui peut atteindre  $30 \mu m^2$ . Pour conclure, il n'y a pas d'évolution significative au niveau des tailles de grains pour le métal de base.

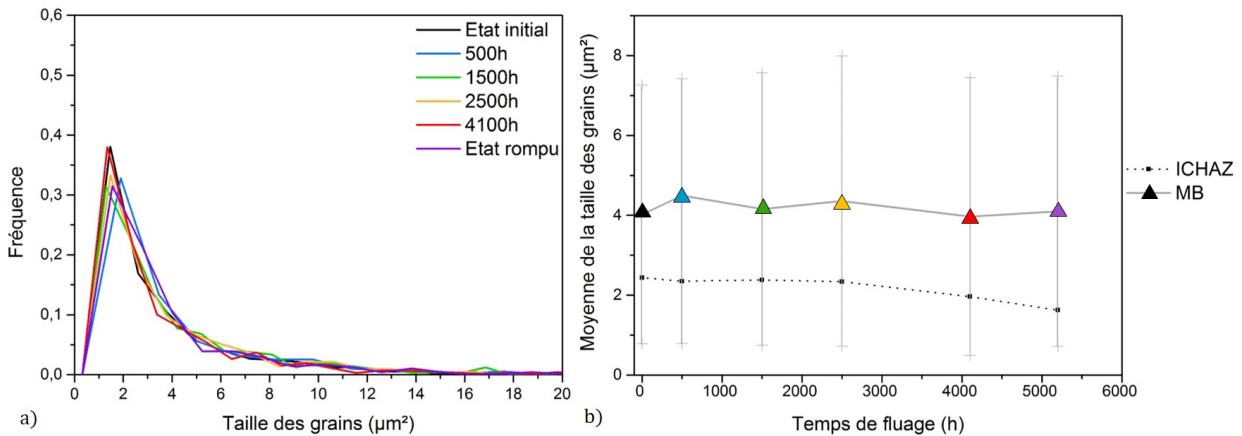


FIGURE 5.20 – Évolution de la taille des grains du métal de base en fonction du temps de fluage ; a) Distribution de la taille des grains, b) comparaison de la moyenne et écarts types de la taille des grains en fonction du temps de fluage, pour la ICHAZ et le métal de base.

Des cartographies EBSD ont également été réalisées sur les deuxièmes ICHAZ à 4100h et 5200 heures de fluage. (Figures 5.22 et 5.21). Dans le premier cas, la taille moyenne des grains et la fréquence de taille sont équivalentes à celles mesurées de 0h à 2500h de fluage. Concernant la ICHAZ non rompue à 5200 heures, cette dernière présente des caractéristiques voisines de celles de l'échantillon à 4100h (première ICHAZ) : taille moyenne de  $1,86 \mu\text{m}^2$  contre  $1,96 \mu\text{m}^2$  pour la première ICHAZ à 4100h (Figure 5.21 b). En revanche, elle présente un plus grand nombre de grains fins équiaxes et moins de gros grains. Ainsi, la restauration de la 2ème ICHAZ à 5200h paraît plus avancée que celle à 4100h. Cet échantillon nous permettra par la suite d'avoir un état intermédiaire entre les échantillons à 4100h et 5200h. Pour conclure, les deuxièmes ICHAZ présentent la même évolution microstructurale que les premières mais avec un retard par rapport à la 1ère ICHAZ.

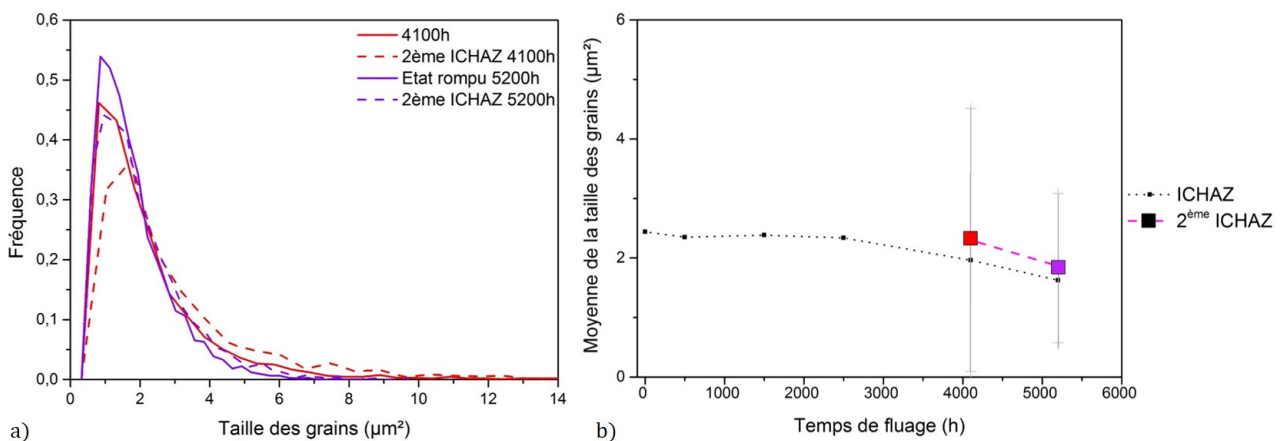


FIGURE 5.21 – Comparaison de l'analyse statistique de la taille des grains des deux ICHAZ pour les échantillons à 4100h et à rupture, a) Distribution de la taille des grains pour ces échantillons, b) Comparaison de la moyenne et des écarts types de la taille des grains en fonction du temps de fluage.

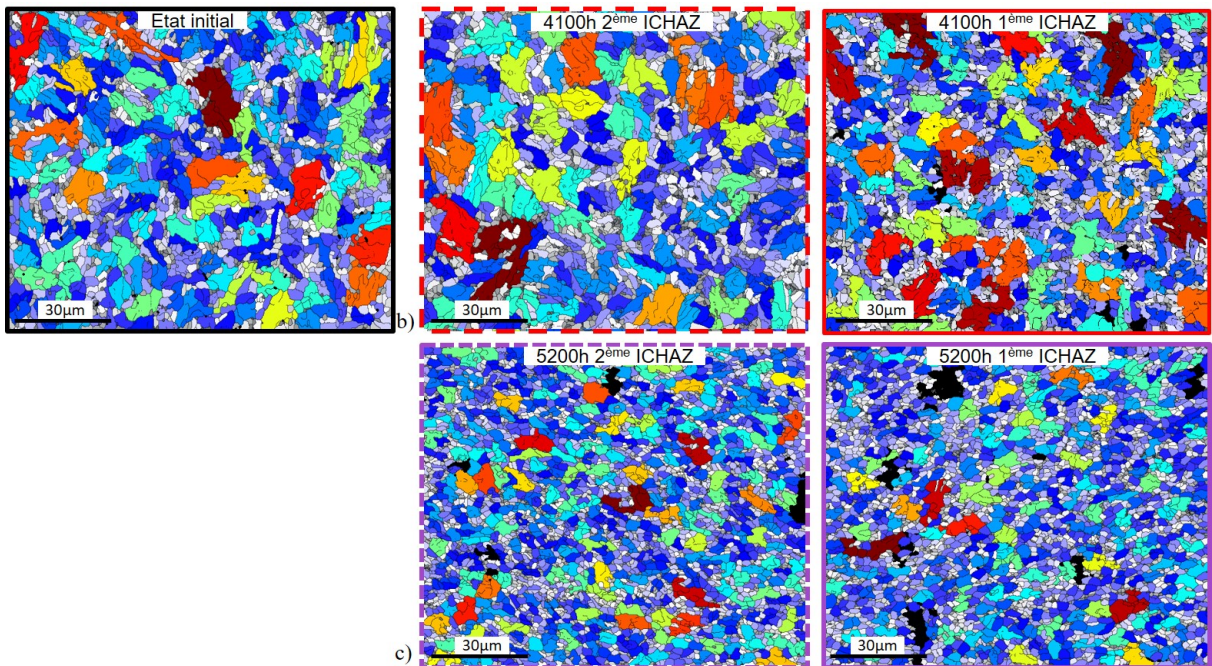


FIGURE 5.22 – Comparaison des cartographies EBSD de la taille des grains de a) la ICHAZ sans fluage, b) des deux ICHAZ de l'échantillon à 4100h et c) des deux ICHAZ de l'échantillon rompu.

### 5.3.2 Analyse de la désorientation

D'après l'analyse des désorientations angulaires entre les grains contiguës (Chapitre 2), les joints de sous-blocs sont définis de 3 à 10 °, les joints de blocs de 47 à 63 ° et les joints de grains "aléatoires" de 10 à 47 °. Les cartographies de joints de grains de la ICHAZ et du métal de base, en fonction du temps de fluage, sont présentées sur les Figures 5.23 et 5.24. La Figure 5.24 illustre les cartographies du métal de base pour l'état initial et final, celles des autres échantillons sont présentées dans l'Annexe-C.

D'après l'analyse visuelle de ces cartographies, l'organisation des joints de grains ne semble pas évoluer pour le métal de base et présente une modification significative à partir de 4100 heures pour la ICHAZ. Pour l'échantillon à 4100 heures de fluage, certains joints de grains ont une forme équiaxe (indiqué par des flèches noires, Figure 5.23) mais également les joints de blocs (flèches rouges, Figure 5.23) et les joints de sous-blocs (flèches bleues, Figure 5.23). Pour l'échantillon à rupture, la quasi-totalité des joints de grains ont une forme équiaxe, significatif d'une recristallisation.

Les cavités visibles sur cette cartographie confirment leur caractère intergranulaire.

Pour pouvoir quantifier les éventuelles modifications, une étude sur la fréquence des désorientations angulaires au sein des cartographies a été réalisée pour chaque échantillon de la ICHAZ et du métal de base, respectivement sur les Figures 5.25 et 5.26. Ces Figures présentent les pics caractéristiques des joints de sous-blocs et des joints de blocs (*cf.* Chapitre 2). Pour la zone du

métal de base (Figure 5.26), il n'y a pas de variation notable de la fréquence des désorientations angulaires au cours du fluage. Il est possible de noter une légère diminution des pics des joints de sous-blocs et de blocs pour 4100h et 5200h, mais la variation est peu significative.

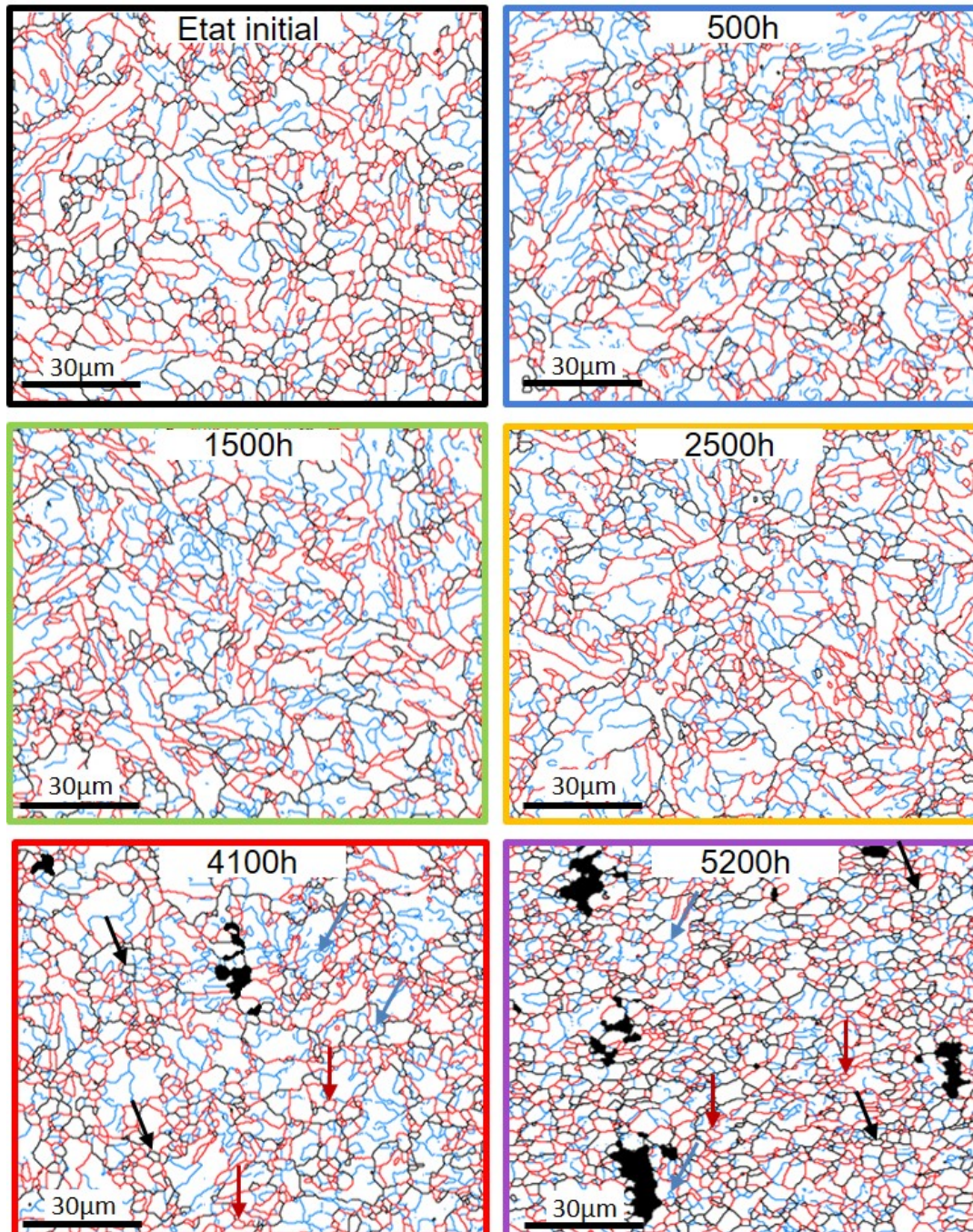


FIGURE 5.23 – Série de cartographies des joints de grains obtenues en EBSD de la ICHAZ en fonction du temps de fluage : sans fluage, 500h, 1500h, 2500h, 4100h et après la rupture en fluage à 5200h. Les joints entre 3 et 10 ° sont représentés en bleu, entre 10 et 47 ° en noir et entre 47 et 63 ° en rouge.

Néanmoins, pour la ICHAZ, les désorientations évoluent à partir de 4100h (début du stade III de fluage), avec une diminution de hauteur et un élargissement des pics de joints de blocs, Figure 5.25. Pour l'échantillon à rupture, le pic, représentant les joints de sous-blocs, a fortement diminué. Ces modifications sont d'avantage marquée pour l'échantillon à rupture qui présente en plus une augmentation du fond continu, c'est-à-dire la fréquence des joints de grains "aléatoires".

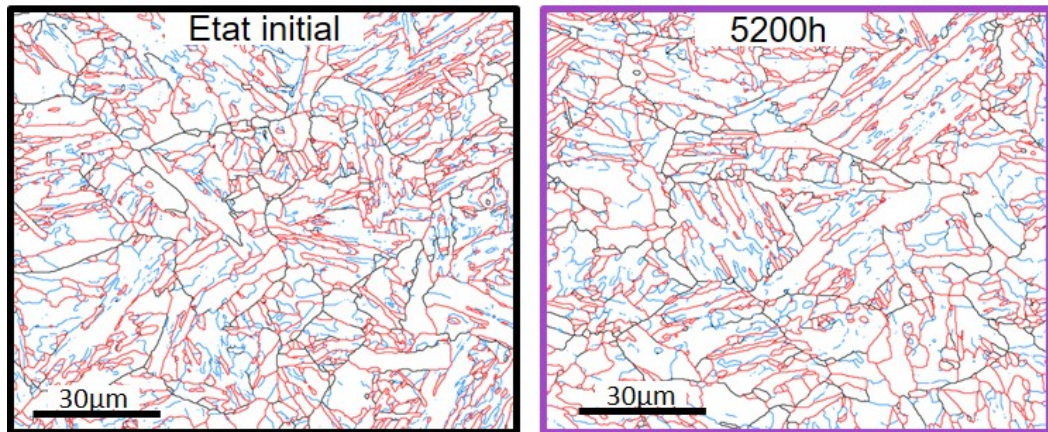


FIGURE 5.24 – Série de cartographies EBSD des joints de grains du métal de base en fonction du temps de fluage : sans fluage et après la rupture en fluage à 5200h. Les autres échantillons sont présentés en Annexe-C. Les joints entre 3 et 10 ° sont représentés en bleu, entre 10 et 47 ° en noir et entre 47 et 63 ° en rouge.

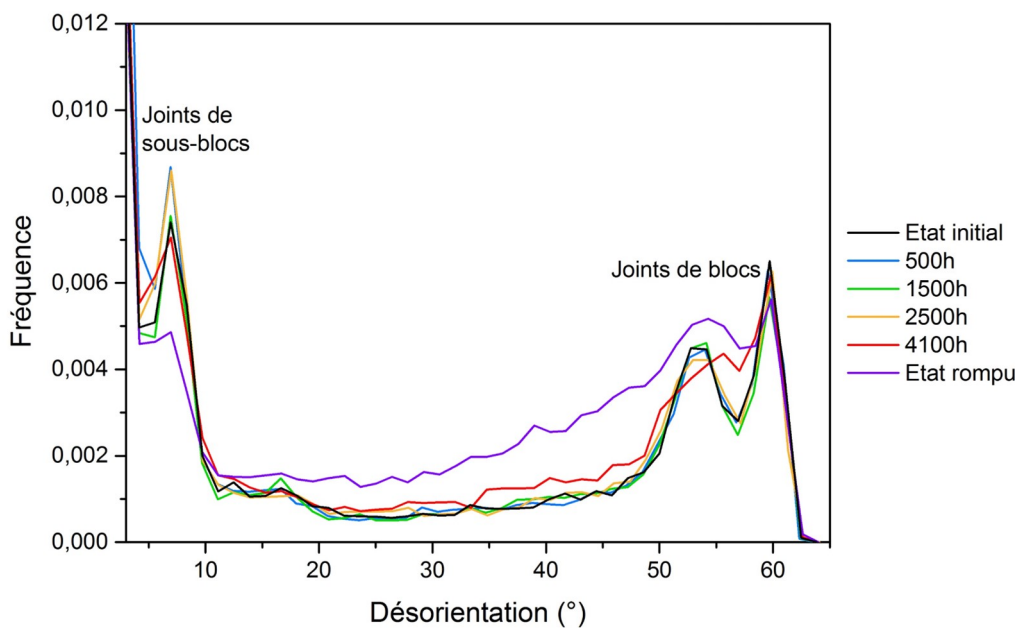


FIGURE 5.25 – Courbes des désorientations angulaires dans la ICHAZ en fonction du temps de fluage : sans fluage, 500h, 1500h, 2500h, 4100h et après la rupture en fluage à 5200h.

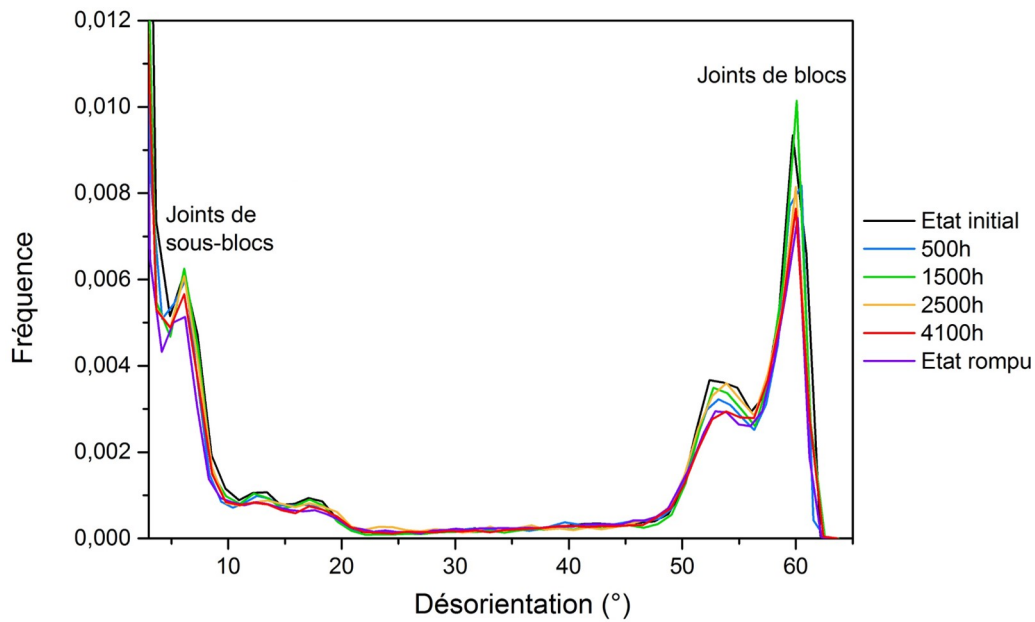


FIGURE 5.26 – Courbes des désorientations angulaires dans le métal de base en fonction du temps de fluage : sans fluage, 500h, 1500h, 2500h, 4100h et après la rupture en fluage à 5200h.

Les analyses de la deuxième ICHAZ à 4100h et 5200h sont présentées sur les Figures 5.28 et 5.27. Les fréquences de désorientations angulaires pour les deuxièmes ICHAZ sont présentées sur la Figure 5.27.

Comme pour la taille de grains, l'organisation des joints de grains de la 2<sup>ème</sup> ICHAZ de 4100h se rapproche de celle de l'état initial. Il en est de même pour les désorientations angulaires.

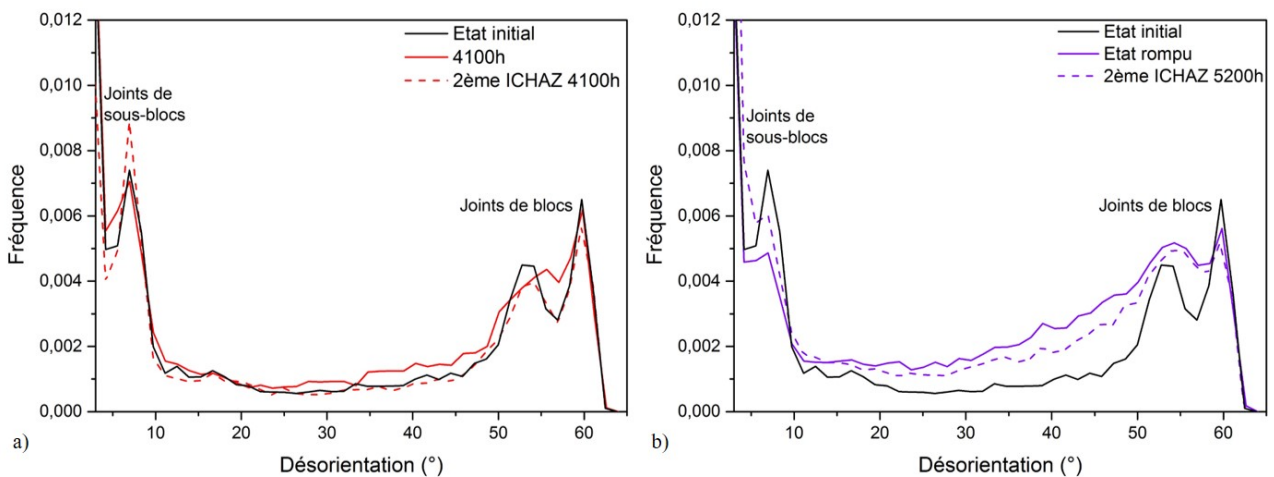


FIGURE 5.27 – Comparaison des courbes de désorientations angulaires entre l'échantillon a) non flué et les deux ICHAZ de l'échantillon à 4100h et b) l'échantillon non flué et les deux ICHAZ de l'échantillon rompu à 5200h.

La 2<sup>ème</sup> ICHAZ à 5200h présente une organisation de joints de grains similaire à celle de la 1<sup>ère</sup>



ICHAZ de 5200h, avec des joints de grains équiaxes. Les désorientations de la 2<sup>ème</sup> ICHAZ de 5200h affichent une forte diminution des joints de sous-blocs et de blocs qui est plus conséquente que pour la 1<sup>ère</sup> ICHAZ de 4100h. La fréquence des joints de grains aléatoires a également augmenté mais est légèrement inférieure à celle de la zone rompue. La deuxième ICHAZ possède donc un état intermédiaire entre le début du stade III et la rupture.

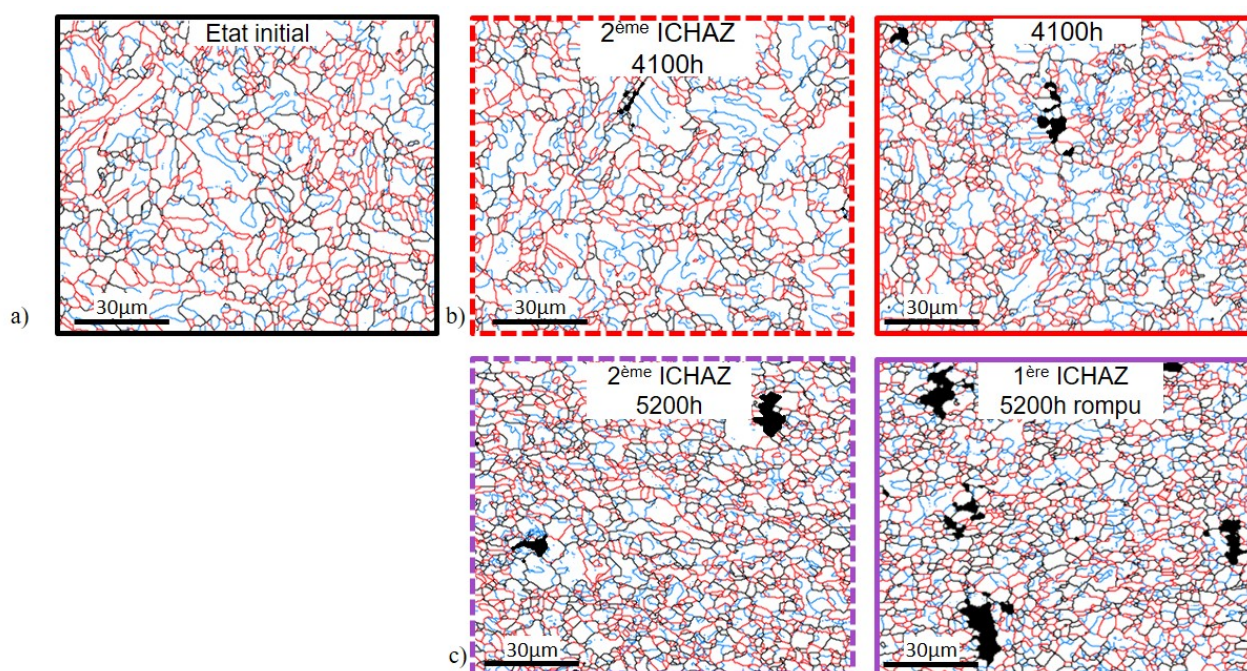


FIGURE 5.28 – Comparaison des cartographies de joints de grains entre a) l'échantillon non flué et les deux ICHAZ de l'échantillon à b) 4100h et l'échantillon rompu à c) 5200h; avec en bleu les joints entre 3 et 10 °, en noir entre 10 et 47 ° et en rouge entre 47 et 63 °.

Ainsi, d'après l'analyse des désorientations angulaires, la modification de la microstructure se traduit par une diminution de la fréquence des joints de blocs et de sous-blocs et une augmentation progressive de celle des joints de grains aléatoires, significatif d'une recristallisation continue.

## 5.4 La sous-structure de dislocations

Après les essais de fluage interrompus, des observations par microscopie électronique en transmission ont été réalisées sur des lames FIB extraites de l'ICHAZ et du métal de base (échantillon de référence, 1500h, 4100h de fluage, et l'échantillon à rupture). La taille des lames et l'hétérogénéité de la microstructure rendent difficile des mesures quantitatives moyennes telles que la taille de grains et la densité de dislocations. De plus, la présence de contraintes internes a rendu difficile l'obtention de grandes plages, d'orientation constante, nécessaires à une analyse fine de l'organisation des dislocations et de son évolution. Dans le paragraphe qui suit, nous donnons une description qualitative l'organisation des dislocations et de son évolution.

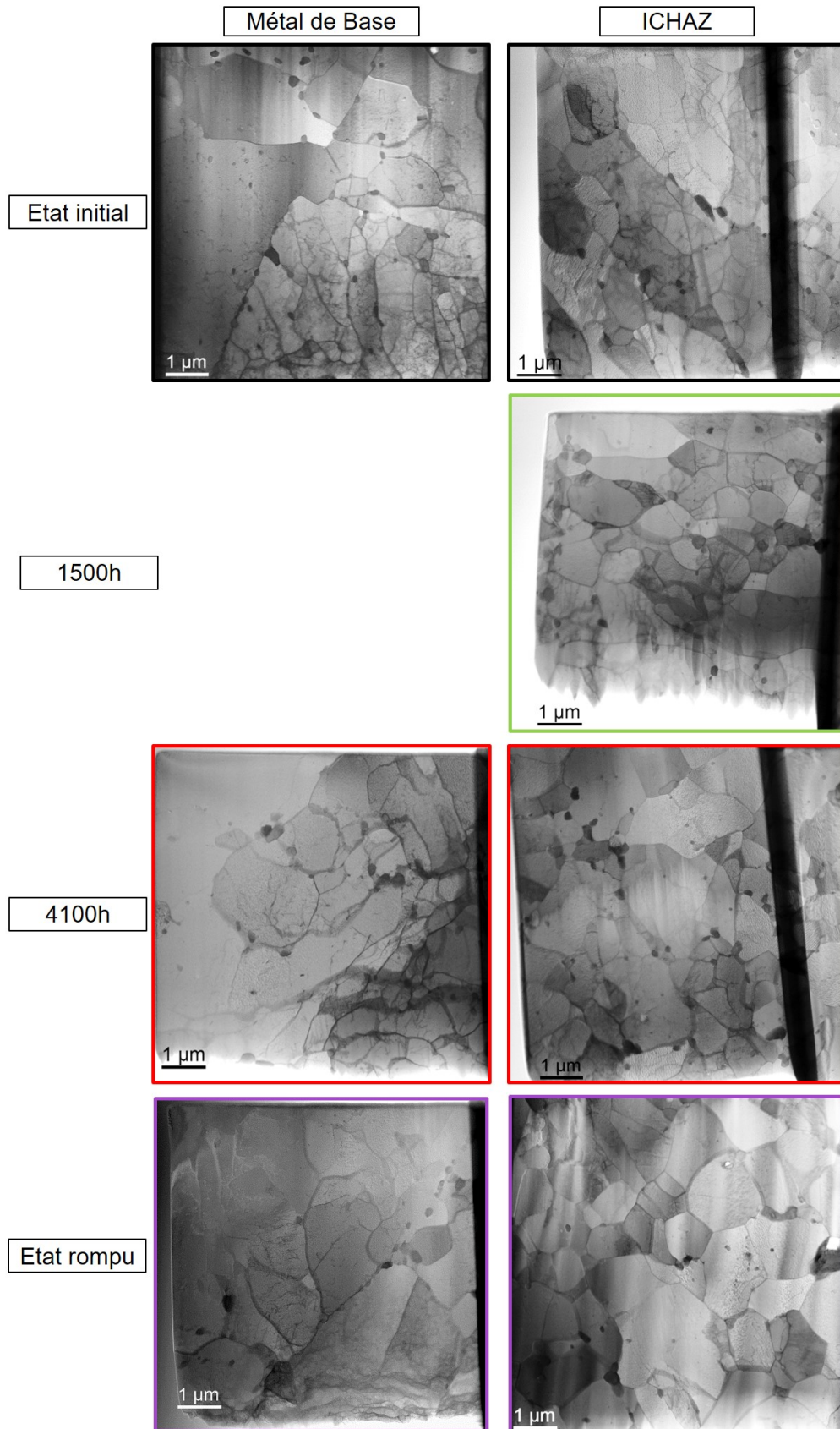


FIGURE 5.29 – Vue globale de la microstructure, en champ clair au microscope électronique à transmission sur lame FIB de la ICHAZ, en fonction du temps de fluage : sans fluage, 1500h, 4100h et rompu après 5200h.

La Figure 5.29 présente une série d'images à faible grossissement, comparant le métal de base et la ICHAZ pour chaque échantillon. Des observations à plus fort grossissement montrent l'arrangement des dislocations dans la ICHAZ, (Figure 5.30).

La microstructure du métal de base à l'état initial est constituée de grains de taille hétérogène : de  $1\ \mu\text{m}$  à plusieurs micromètres, dont les plus gros sont découpés en sous grains par des joints de blocs, de sous-blocs et des joints de grains de faible désorientation. La densité de dislocations est hétérogène : faible à l'intérieur des sous grains, plus forte au voisinage des interfaces et des points triples.

De nombreux précipités, de taille supérieure ou égale à une centaine de nanomètres, (Figures 5.29 et 5.30), sont localisés essentiellement aux joints de grains et aux sous-joints. (La résolution utilisée ne permet pas de visualiser les précipités intergranulaires de petite taille). Il est possible de constater que cette organisation évolue très peu au cours du fluage, et ceci jusqu'à la rupture.

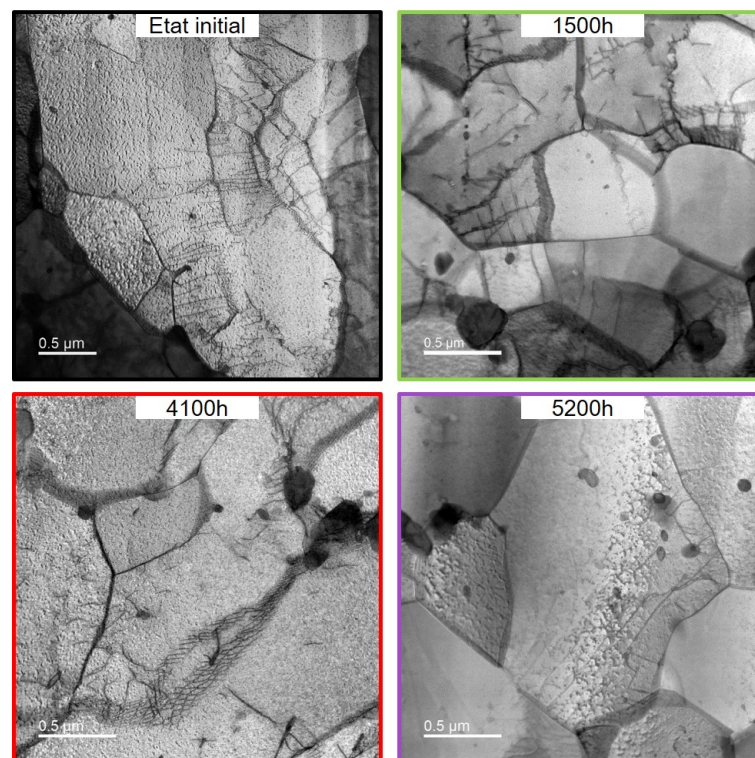


FIGURE 5.30 – Vue rapprochée de la microstructure en champ clair au microscope électronique à transmission sur lame FIB de la ICHAZ, en fonction du temps de fluage : sans fluage, 1500h, 4100h et rompu après 5200h.

La microstructure de l'ICHAZ à l'état initial est composée de gros et petits grains contenant une sous-structure de dislocations importante. Le grossissement de la Figure 5.30 permet d'observer la présence de cellules de dislocations, ainsi que des dislocations mobiles. Pour l'échantillon flué à 1500h, la microstructure est très voisine de la précédente. Cependant, les sous-grains semblent déjà s'agencer sous forme équiaxe, (Figure 5.30).

Dans l'échantillon à 4100h, on constate l'apparition de grains de plus petite taille ( $1\ \mu\text{m}$  ou

moins), avec pour certains une disparition de la sous-structure et des dislocations. Enfin, dans l'échantillon à rupture, la microstructure est complètement modifiée par la présence de grains équiaxes et une restauration quasi-complète de la sous-structure et des dislocations. Le grandissement de la Figure 5.30 montre la disparition des cellules de dislocations pour l'échantillon rompu. Cependant certaines dislocations mobiles sont encore visibles mais en plus faible proportion.

#### 5.4.1 Analyse du vieillissement thermique d'un joint soudé à 600 °C

L'étude de la tête d'amarrage permet d'avoir accès au vieillissement thermique du joint soudé, pour observer les mécanismes d'endommagement (démarche expliquée dans le Chapitre 2).

Le protocole de l'étude sur la ICHAZ, présenté dans la première partie de ce Chapitre, a été renouvelé sur la tête d'amarrage. Les résultats sont présentés dans l'Annexe-D. Cette étude nous a montré que le joint soudé vieillit thermiquement ne présente pas de variation significative par rapport à l'état de référence. La dureté n'évolue pas au cours du fluage. La coalescence des précipités est retardée par rapport au joint flué. Néanmoins la phase de Laves est présente dans le joint vieillit thermiquement. La restauration est également retardée et semble débiter à partir de 5200 heures. Ainsi les sollicitations thermiques seules ne sont pas à l'origine de l'endommagement précoce des joints soudés en Grade 91.

### 5.5 Discussion sur la chute de résistance en fluage de la ICHAZ

Dans les chapitres précédents nous avons vu qu'au cours du fluage la ICHAZ subit plusieurs modifications qui diminuent sa résistance en fluage.

La déformation plastique des échantillons soudés met en évidence une hétérogénéité croissante entre la ZAT et le métal de base (et la zone fondue). La déformation de la ZAT est plus rapide que celle du métal de base, ce qui se traduit par l'apparition d'une striction. La comparaison entre l'allongement total de l'éprouvette et l'allongement estimé, à partir de la réduction d'aire à la rupture, montre qu'une fraction importante de l'allongement est concentrée dans les deux ZATs.

Certains auteurs ont mis en évidence dans le domaine 0 MPa – 200 MPa une dépendance de la vitesse de déformation relativement à la contrainte appliquée en loi de puissance  $\epsilon_{min} \propto \sigma^n$  avec un exposant n variant suivant les mécanismes.

Plusieurs modèles expliquent le fluage en loi puissance, dont un des premiers utilise le mécanisme de restauration.

Bailey explique que, pendant le fluage stationnaire (stade II), le durcissement structural, issu de la déformation en fluage, est continûment annihilé par la restauration. Le régime stationnaire est donc défini par une densité de dislocations constante avec un équilibre entre le durcissement structural (formation de dislocations) et la restauration (annihilation des dislocations). La

formule de Bailey-Orowan définit le phénomène de restauration par (Bailey, 1926) :

$$d\sigma = -r \cdot dt + h \cdot d\epsilon \quad (5.3)$$

avec,  $r$  le taux de restauration et  $h$  la taux de durcissement structural.

Nabarro, (Nabarro and Villiers, 1995) explique ce phénomène par la polygonisation, c'est-à-dire l'organisation des dislocations en cellules. Les parois des cellules possèdent une forte densité de dislocations alors que l'intérieur des cellules contient une faible densité. Les parois des cellules produisent une grande résistance au mouvement des dislocations, (Gan, 1982 ; Nabarro and Villiers, 1995). De plus, l'auteur suppose que les dislocations sont générées à l'intérieur des cellules et sont annihilées sur les parois. Ainsi, les dislocations seraient piégées dans les parois des cellules, (Gan, 1982 ; Nabarro and Villiers, 1995).

Le modèle initial de Nabarro prévoit un exposant  $n$  de la loi puissance, qui gouverne le fluage secondaire, égal à 3. Les valeurs expérimentales sont nettement plus élevées (4-5 pouvant même aller jusqu'à 12), ce qui suggère que d'autres phénomènes contrôlent le comportement en fluage. La résistance au fluage des aciers à fort pourcentage en chrome est due à une combinaison de facteurs : la précipitation, la solution solide et la sous-structure en cellules de dislocations. Dans la ICHAZ, ces facteurs évoluent d'une manière différente du métal de base.

Au cours du fluage, une forte coalescence des particules  $M_{23}C_6$  a lieu au niveau des joints de grains et de blocs et de manière accélérée dans la ICHAZ. Leur diamètre moyen mesuré sur nos échantillons évolue de 128 nm initialement à 214 nm à la rupture. Leur diamètre varie en  $d^{1/3}$ , valeur caractéristique d'un mûrissement d'Ostwald contrôlé par la diffusion en volume. Ainsi, les fins précipités  $M_{23}C_6$  intragranulaires disparaissent au profit des gros  $M_{23}C_6$  au niveau des joints de grains. Cette évolution est accélérée vis-à-vis de celle du métal de base, ce qui suggère que le coefficient de diffusion en volume effectif est supérieur au coefficient normal : une contribution des dislocations à la diffusion est vraisemblable.

La phase de Laves, une phase intermétallique avide de molybdène en solution solide, apparaît majoritairement aux joints de grains, après 500 heures de fluage. À ce stade, cette phase possède déjà un diamètre moyen important (179 nm) qui continue d'évoluer jusqu'à la rupture (294 nm). Le diamètre maximal que nous avons détecté est de 690 nm à la rupture de l'échantillon. Certains auteurs ont mesuré des précipités qui peuvent atteindre 1000 nm, (Tamura *et al.*, 1988 ; Korcakova *et al.*, 2001 ; Panait *et al.*, 2010b ; Klueh et Harries 2001 ; Hald, 2008). Cette phase, très rapidement grossière, ne contribue pas au durcissement par précipitation et diminue le durcissement par solution solide en absorbant le molybdène, initialement en solution solide. La coalescence des  $M_{23}C_6$  et de la phase de Laves débute dès le début du fluage, ce qui entraîne une diminution du durcissement par précipitation et solution solide dans la ICHAZ par rapport aux autres zones du joint soudé.

L'accélération de la déformation dans la ICHAZ permet aux dislocations de glisser et de chan-

ger de plans de glissement (mécanisme de montée des dislocations). Ce phénomène engendre le stockage d'un grand nombre de dislocations au niveau des joints de blocs et de sous-blocs. La taille de grains moyenne mesurée par EBSD, initialement plus basse que celle du métal de base ( $2,5 \mu m^2$  au lieu de  $4 \mu m^2$ ), reste constante jusqu'à 2500 heures, et diminue ensuite régulièrement jusqu'à la rupture ( $1,7 \mu m^2$ ). Ce changement est associé à une variation de la désorientation entre blocs et entre sous blocs voisins : des zones voisines se déforment plastiquement de manière différente. Les dislocations nécessaires pour assurer cette déformation s'accumulent aux interfaces et sur les sous-joints initialement présents, et en changeant la désorientation. À rupture, les grains semblent contenir une densité plus faible de dislocations : la microstructure initiale de dislocations a été balayée par les dislocations mobiles pendant la déformation et les sous-joints initiaux sont devenus des joints de plus forte désorientation, caractéristique d'une recristallisation continue.

Ce mécanisme se vérifie sur la Figure 5.31, qui représente l'évolution du GOS (Grain Orientation Spread) obtenue d'après les cartographies EBSD dans la ICHAZ au cours du fluage. Le GOS est déterminé par la moyenne des désorientations de chaque pixel d'un grain par rapport à l'orientation moyenne de ce grain. Cette approche conduit à attribuer une valeur d'orientation moyenne pour chaque pixel d'un même grain, (Wright *et al.*, 2011). Ainsi, plus le GOS d'un grain est faible plus les désorientations internes le sont également, ce qui est généralement représentatif du phénomène de recristallisation, (Yin *et al.*, 2017). Les auteurs considèrent que les grains possédant une valeur de GOS inférieure à  $2^\circ$  sont des grains recristallisés, (Wright *et al.*, 2011 ; Biswas *et al.*, 2012 ; Yin *et al.*, 2017). Sur la Figure 5.31, les valeurs de GOS diminuent dans la ICHAZ à partir de 4100 heures de fluage, pour être en grande partie inférieures à  $2^\circ$  à la rupture. Ainsi, la disparition des joints de blocs et de sous-blocs, des dislocations mobiles dans les grains et l'évolution du paramètre GOS, démontrent la présence du mécanisme de recristallisation à la rupture.

Pour conclure, la disparition des fins précipités, de la sous-structure et des éléments en solution solide, accélère la déformation plastique, ce qui favorise la restauration/recristallisation de la microstructure en grains fins équiaxes, avec une faible densité de dislocations. Cependant, il est intéressant de remarquer que ces mécanismes n'opèrent pas en même temps au cours du fluage. Le mécanisme de coalescence des précipités est visible dès le début du fluage, diminuant le durcissement par précipitation et solution solide dès la fin du stade I. La disparition de la sous-structure ainsi que la transformation des joints de blocs et sous-blocs en joints de grains sont plus tardives (fin du stade II).

De plus, la différence de vitesse de déformation entre la ZAT et les autres zones du joint soudé, provoque l'apparition de contraintes triaxiales maximales dans cette zone. Ces contraintes triaxiales seraient à l'origine de la formation des cavités dans la ICHAZ à coeur.

La germination des cavités vient accentuer la baisse de la résistance mécanique de la ICHAZ. Le cumul de la formation des cavités et la restauration de la microstructure, induit un fort adoucissement local qui opère à partir de 4100h de fluage. Cet adoucissement se localise dans la ICHAZ, correspondant à la zone où va se produire la rupture.

Enfin, cet adoucissement au coeur de l'échantillon va vraisemblablement provoquer un transfert de charge entre le coeur et la surface de l'échantillon. Ainsi, la surface va subir une contrainte plus élevée et donc la déformation va s'accélérer. Cette augmentation va modifier le mécanisme d'endommagement en surface, qui va devenir viscoplastique, avec la formation d'une striction et de cupules.

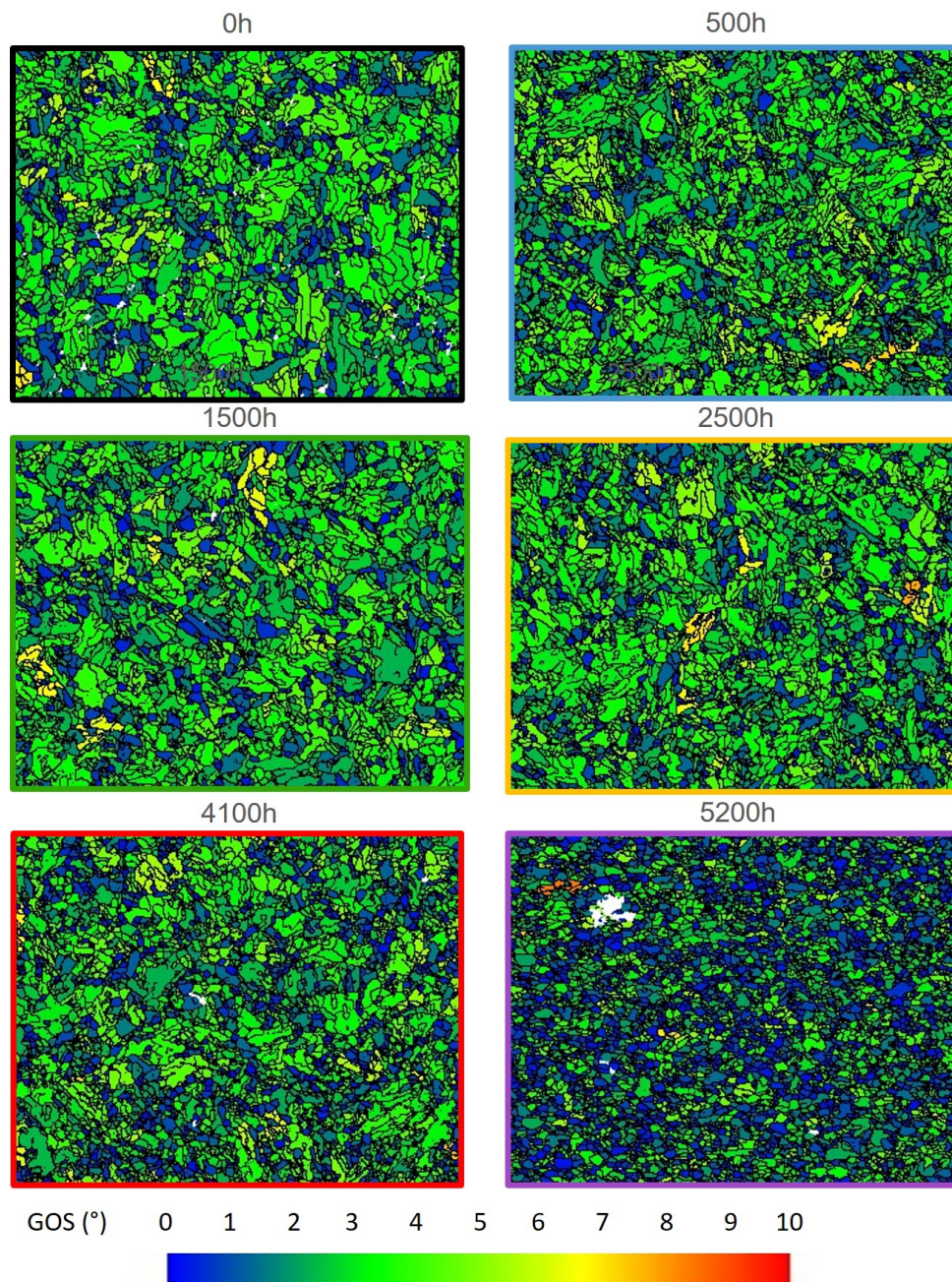


FIGURE 5.31 – Série de cartographies GOS (Grain Orientation Spread) de la ICHAZ en fonction du temps de sollicitation en fluage.

---

## Synthèse Chapitre 5

---

Cette partie nous a permis de suivre l'évolution de la microstructure ICHAZ au cours du fluage.

La dureté varie de manière significative à partir du troisième stade de fluage (4100h de fluage). Un adoucissement prend naissance majoritairement dans la ICHAZ et s'amplifie avec le temps. Un minimum de dureté, apparaît dans la ICHAZ, qui pourrait devenir la zone de faiblesse et la future localisation de la rupture.

Au cours du fluage, une croissance et coalescence des particules  $M_{23}C_6$  a lieu au niveau des joints de grains et de blocs et de manière accélérée dans la ICHAZ. Aucune variation de la taille des carbonitrides  $V(C, N)$  n'a été détectée. La phase de Laves, une phase intermétallique avide de molybdène en solution solide, apparaît après 500 heures de fluage avec une taille importante et continue d'évoluer jusqu'à la rupture. Cette phase est également présente au niveau de joints de grains.

La microstructure évolue peu avant 4100 heures, puis tend vers une microstructure à petit grains équiaxes jusqu'à la rupture. L'analyse des désorientations angulaires a permis de constater une diminution des joints de blocs et de sous-blocs, puis une augmentation progressive des joints de grains à partir de 4100 heures de fluage.

À partir de 4100 heures de fluage, certaines zones de la ICHAZ ont déjà subi de la restauration, avec une disparition de la sous-structure et des dislocations. Pour l'échantillon à rupture, la microstructure est recristallisé, avec la présence de grains équiaxes et une restauration quasi-complète de la sous-structure et des dislocations.

L'analyse du métal de base a montré qu'il n'y avait pas d'évolution de la dureté au cours du fluage, ni des précipités  $M_{23}C_6$  et  $V(C, N)$ . La phase de Laves apparaît dans le métal de base au cours du fluage, avec des tailles importantes mais une densité qui semble plus faible. La microstructure, au niveau de la taille des grains et des joints de grains, n'évolue pas de manière significative. Une diminution de la densité de dislocations et de la sous-structure est néanmoins remarquée dans le métal de base.

Nous avons pu analyser toutes les évolutions microstructurales dans la ICHAZ au cours du fluage. Néanmoins, pour déterminer un facteur de suivi de la durée de vie en fluage des assemblages soudé, il est nécessaire de regarder si ces évolutions sont homogènes dans la ICHAZ.







# Chapitre 6 : Critère de vieillissement en fluage

*L'objectif de ce projet est de mettre en avant un ou plusieurs facteurs qui permettent de suivre l'endommagement en fluage des joints soudés en Grade 91. Dans les précédents chapitres, nous avons relevé différents paramètres qui évoluent pendant le fluage, notamment :*

- les contraintes internes,
- les cavités,
- les grains (taille et forme, sous-structure),
- les joints de grains (désorientation angulaire),
- les précipités (les carbures  $M_{23}C_6$  et la phase de Laves).

*Afin de pouvoir définir un ou quelques facteurs de suivi valables, il faut, dans un premier temps, déterminer si l'évolution de ces paramètres est homogène dans l'épaisseur de l'échantillon. En effet, nous avons précédemment analysé l'évolution au cours du fluage au cœur de l'échantillon. Nous allons donc, dans cette partie, comparer les évolutions au cœur et en surface.*

## Sommaire

---

<b>6.1</b>	<b>Comparaison surface/coeur des paramètres de l'échantillon . . . . .</b>	<b>198</b>
6.1.1	Cavités . . . . .	198
6.1.2	Dureté . . . . .	204
6.1.3	Précipités . . . . .	205
6.1.4	Microstructure de la matrice . . . . .	206
<b>6.2</b>	<b>Discussion sur un facteur de suivi de l'endommagement . . . . .</b>	<b>211</b>

---

## 6.1 Comparaison surface/coeur des paramètres de l'échantillon

### 6.1.1 Cavités

Des études ont montré que l'endommagement par cavitation au fluage se fait de préférence dans l'épaisseur de l'éprouvette. Ogata, (Ogata *et al.*, 2009) a étudié l'évolution de la densité des cavités dans un joint soudé sur un tube en Grade 91, lors d'essais interrompus en fluage à 650 °C et 66 MPa. Il observe ainsi une augmentation de la densité des cavités au cours du fluage qui est plus marquée au centre de l'épaisseur du tube qu'en surface. L'auteur relève également la formation de fissures au centre qui se propagent le long de l'axe radial, c'est-à-dire vers la surface. Ainsi, lorsque la macro-fissure atteint la surface, toute l'épaisseur du tube est endommagée.

Il est donc primordial, dans le recherche d'un contrôle non destructif, de vérifier la présence ou non de cavités en surface. Dans le Chapitre 4, paragraphe 4.1.4, l'observation des ZAT de l'échantillon rompu, avait déjà révélé la présence de la bande de cavités au coeur de l'échantillon qui semblait s'arrêter avant la surface, (Figure 6.1). Les analyses semi-quantitatives, au MEB et en tomographie X, ont été réitérées en comparant le coeur et la surface des échantillons.



FIGURE 6.1 – Assemblage de micrographies obtenues au microscope binoculaire centrées sur la 2ème ICHAZ de l'échantillon rompu, après 5200 heures de fluage.

#### 6.1.1.1 Analyse au MEB

L'étude des cavités au MEB a été réalisée sur le même protocole que celui développé dans le Chapitre 4. L'analyse a été faite sur le quart des 4 échantillons présentant des cavités, c'est-à-dire 2500h, 4100h et les deux ZAT de 5200h, avec une surface d'analyse d'environ 7 mm<sup>2</sup>. Un seuillage utilisant le logiciel d'analyse d'images ImageJ©, a permis de détecter les cavités. Le principe est illustré sur la Figure 6.2.

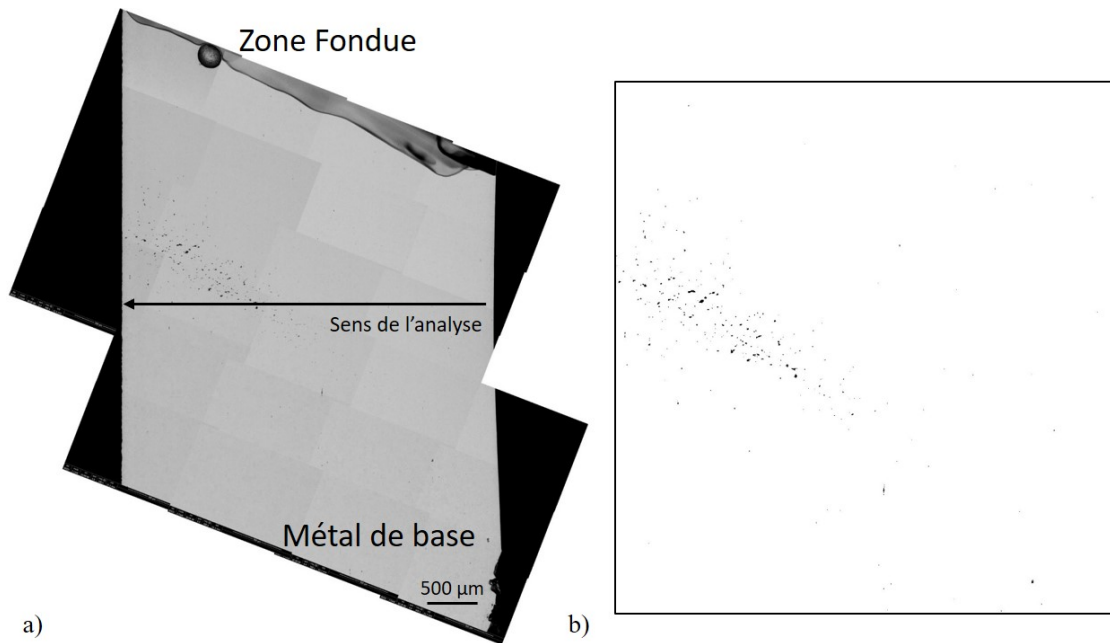


FIGURE 6.2 – a) Assemblage d'images MEB-BSE pour couvrir l'ensemble de la ZAT de l'échantillon flué à 4100h, b) Seuillage utilisant le logiciel d'analyse d'images ImageJ®.

La Figure 6.3 compare l'évolution au cours du fluage du nombre de cavités avec leur diamètre, en fonction de leur position par rapport à la surface ou le coeur de l'échantillon. L'histogramme bâton présente le nombre de cavités en fonction de la position dans l'échantillon. Le nombre de cavités a été mesuré tous les 200  $\mu\text{m}$  sur la surface d'analyse. Le nuage de points, sur les graphiques, illustre le diamètre des cavités en fonction de leur position dans l'échantillon.

Sur cette Figure 6.3, le nombre de cavités est légèrement plus faible au niveau de la surface pour l'échantillon à 2500 heures de fluage, mais ce phénomène s'accroît à partir de 4100 heures. En effet, le nombre de cavités augmente de manière significative à proximité du coeur de l'échantillon au cours du fluage. À l'inverse, le diamètre et le nombre de cavités évoluent peu au niveau de la surface.

Concernant le diamètre des cavités, ces dernières évoluent tardivement, c'est-à-dire à partir de 5200 heures au niveau du coeur pour la deuxième ICHAZ et sur l'ensemble de la zone rompue pour la première ICHAZ.

Concernant la ZAT rompue, la différence entre le coeur et la surface est moins visible, car la section a été fortement réduite et la zone sous la surface présente des cavités intragranulaires elliptiques caractéristiques d'un endommagement ductile (visible sur la Figure 6.4). Ce mode d'endommagement n'est pas visible sur la deuxième ICHAZ.

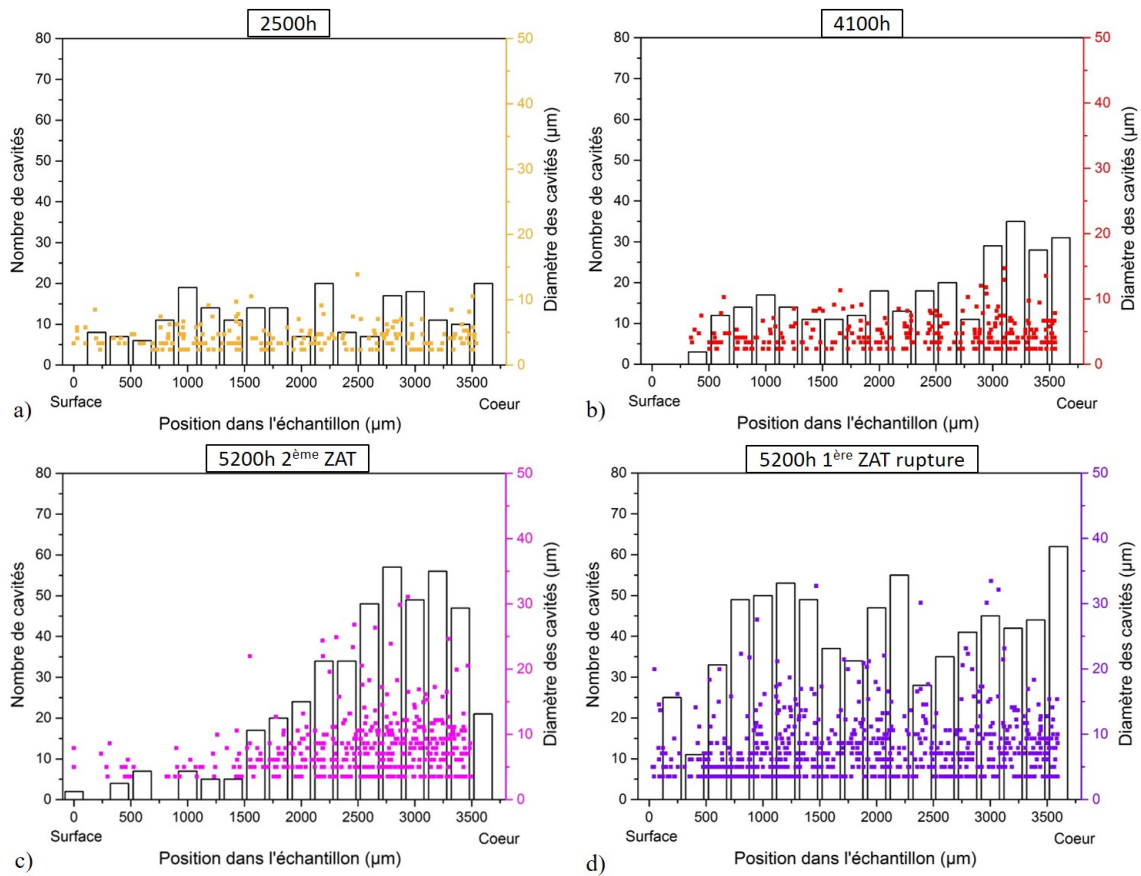


FIGURE 6.3 – Diagrammes à doubles ordonnées donnant le nombre de cavités (histogramme, avec l'échelle sur l'axe à gauche) et le diamètre des cavités (nuage de points, avec l'échelle sur l'axe à droite) en fonction de la position dans l'échantillon, en abscisse. Cette analyse est illustrée pour différents temps de sollicitation en fluage : a) 2500h, b) 4100h, c) 5200h pour la 2<sup>ème</sup> ZAT et d) 5200h pour la 1<sup>ère</sup> ZAT rompue. La surface analysée est identique pour chaque échantillon avec des intervalles discrets qui défilent de la surface jusqu'au coeur de l'échantillon.

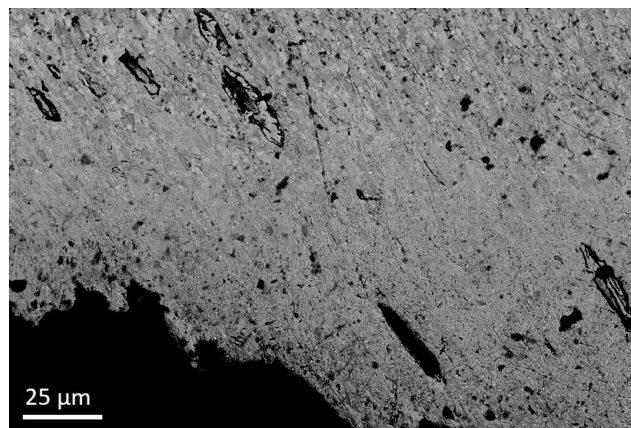


FIGURE 6.4 – Micrographie MEB-BSE de la ICHAZ rompue après 5200 heures de fluage proche de la surface, montrant des cavités intragranulaires.

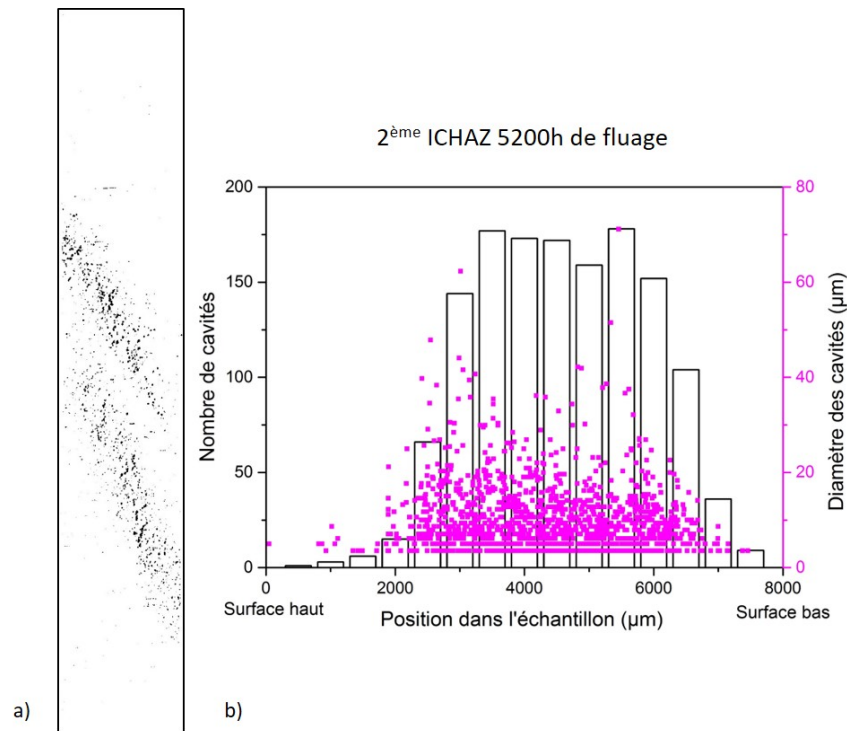


FIGURE 6.5 – a) Seuillage sur le logiciel ImageJ© de la ICHAZ de l'échantillon flué après 4100 heures, sur toute la largeur de l'échantillon, b) analyse des cavités associées à cet échantillon.

Une deuxième analyse a été menée sur une moitié de l'échantillon de la deuxième ZAT de 5200 heures. Cette analyse a permis d'avoir la bande complète de cavités et de vérifier le phénomène d'endommagement sur l'ensemble de l'échantillon. La Figure 6.5 a présente le seuillage de la zone étudiée sur cet échantillon, sur ImageJ©. L'analyse quantitative sur l'évolution du nombre et du diamètre des cavités en fonction de la position est illustrée sur la Figure 6.5 b.

D'après ces Figures, les bandes de cavités sont bien situées au coeur de l'échantillon présentant une forte densité et des diamètres élevés. Le diamètre maximal mesuré est supérieur à ceux de l'analyse sur le quart de l'échantillon. Cela peut s'expliquer par le fait qu'il y a peu de très grosses cavités et leur détection dépend de la zone d'analyse ou de la coupe 2D.

L'analyse tomographique permet de prendre en compte plus de cavités et donc de parer ce problème. Cette analyse a donc été renouvelée avec cette technique dans le paragraphe suivant.

#### 6.1.1.2 Analyse en tomographie X

L'analyse tomographique du Chapitre 4 a permis de fournir les informations d'évolution des cavités et de localisation entre la surface et le coeur.

La Figure 6.6 présente l'analyse quantitative issue de la caractérisation par tomographie des rayons X, du nombre de cavités en fonction de la position dans l'échantillon. Les résultats sont illustrés pour l'échantillon à 4100h et les deux ZAT à la rupture (*cf.* Chapitre 4). Pour rappel, l'analyse n'a pu être effectuée que sur le quart de l'échantillon, qui a été réduit en épaisseur à 2 mm pour améliorer le rapport signal sur bruit de fond. Le nombre de cavités a été mesuré sur

un volume d'analyse de  $3000 \mu\text{m}$  de hauteur par  $580 \mu\text{m}$  de profondeur et  $200 \mu\text{m}$  de largeur. Sur la Figure 6.6, la densité de cavités augmente de façon significative au niveau du coeur pour les échantillons à 4100h et la ICHAZ rompue à 5200h.

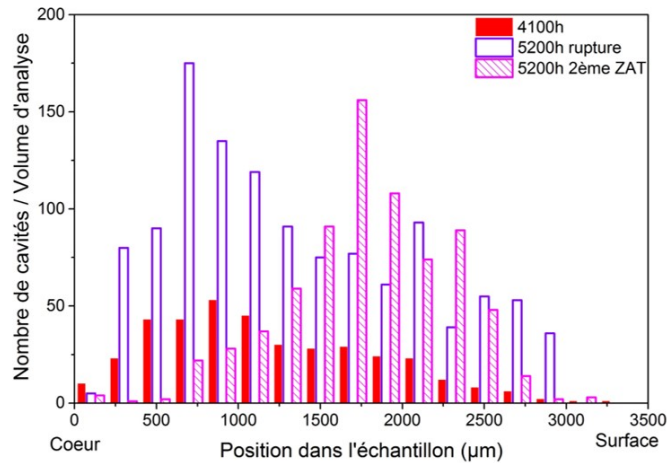


FIGURE 6.6 – Analyse tomographique du nombre de cavités pour un volume donné, pour l'échantillon flué à 4100 heures et pour les deux ZAT de l'échantillon rompu, en fonction de la position entre la surface et le coeur de l'échantillon.

Concernant la deuxième ZAT à 5200 heures, le pic de densité de cavités est situé entre le coeur et la surface. Les images 3D de reconstruction tomographique sont illustrées sur la Figure 6.7 a pour 4100h et b pour la 2ème ZAT 5200h. Pour l'échantillon à 4100h, la bande de cavités débute au coeur de l'échantillon et s'arrête avant la surface. Pour la deuxième ZAT, la bande est légèrement décalée dans la longueur de l'échantillon, mais est clairement située au coeur de l'échantillon et s'arrête avant la surface. Ce décalage peut être expliqué par l'analyse globale de la ZAT, (Figure 6.7 c), où l'endommagement dans cette ZAT se matérialise par deux bandes de cavités légèrement décalées l'une par rapport à l'autre. Sur la Figure 6.7 c, un trait gras vertical schématise la coupe de l'échantillon pour former les coupes pour l'analyse tomographique en quarts d'échantillon. Ainsi, d'après cette coupe, la bande ne passe pas par le centre.

Pour vérifier cette hypothèse une deuxième analyse a été effectuée sur un autre quart de l'échantillon de la 2ème ZAT à 5200h. Néanmoins, par manque de temps, il n'a pas été possible de réduire l'épaisseur à 2 mm. Les résultats de la reconstruction 3D et de l'analyse des cavités sont présentés sur la Figure 6.8. Sur cette étude, la bande de cavités passe par le centre de l'échantillon et se termine avant la surface. Le graphique 6.8 b confirme ces observations.

Ainsi nous pouvons conclure qu'au coeur de l'échantillon, la bande de cavités est maximale en densité et en diamètre et diminue de façon progressive vers la surface, où très peu de cavités sont présentes.



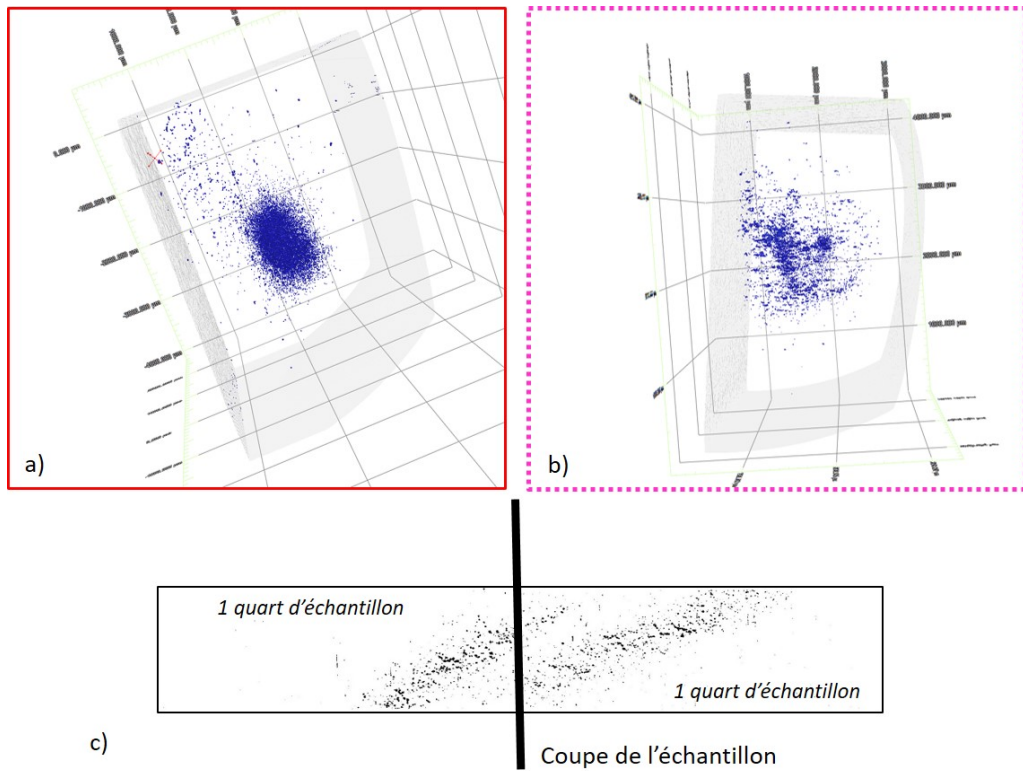


FIGURE 6.7 – Reconstruction 3D de l'analyse tomographique de a) l'échantillon flué à 4100h et b) la 2ème ZAT de l'échantillon rompu avec c) le seuillage sur le logiciel ImageJ© associé.

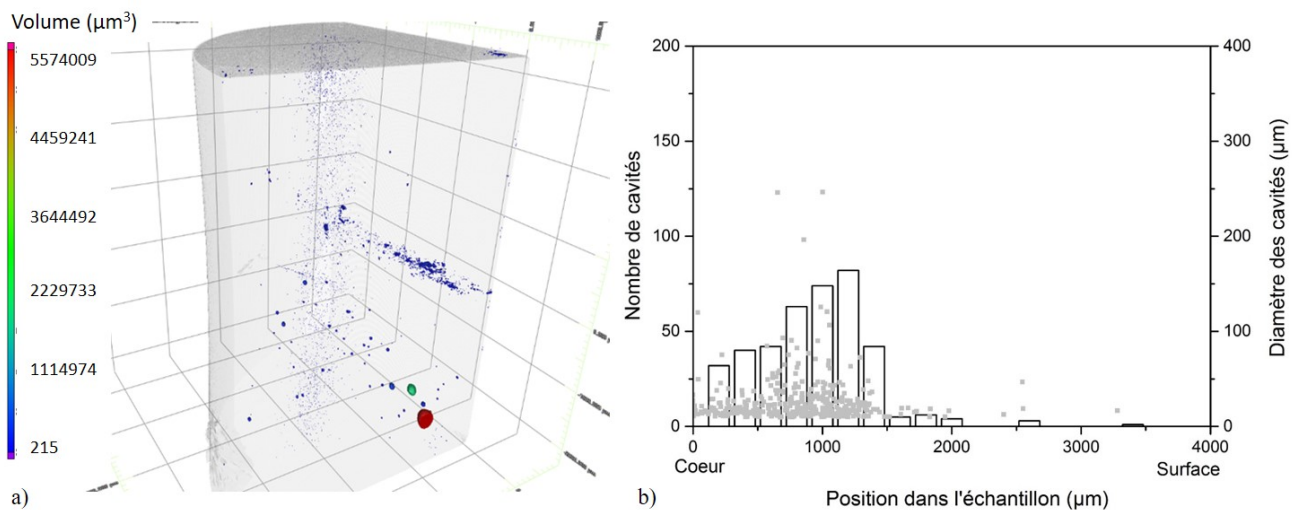


FIGURE 6.8 – a) Reconstruction 3D de l'analyse tomographique de la 2ème ZAT de l'échantillon rompu sur un autre quartier de l'échantillon, b) Diagramme donnant le nombre de cavités en fonction de leurs positions, associé à l'analyse des cavités.

### 6.1.2 Dureté

Les cartographies de micro-dureté ont permis de comparer les propriétés de dureté entre le coeur et la surface. Les comparaisons entre les deux surfaces et le coeur pour la 1ère ICHAZ à 4100 heures de fluage et la 2ème ICHAZ à la rupture sont présentées sur les Figures 6.9 b et c. La micrographie de la Figure 6.9 a indique la localisation des filiations de dureté du graphique pour la deuxième ICHAZ de l'échantillon rompu. Sur les graphiques 6.9 b et c, des traits pointillés de couleur indiquent la délimitation de la ZAT avec le métal de base.

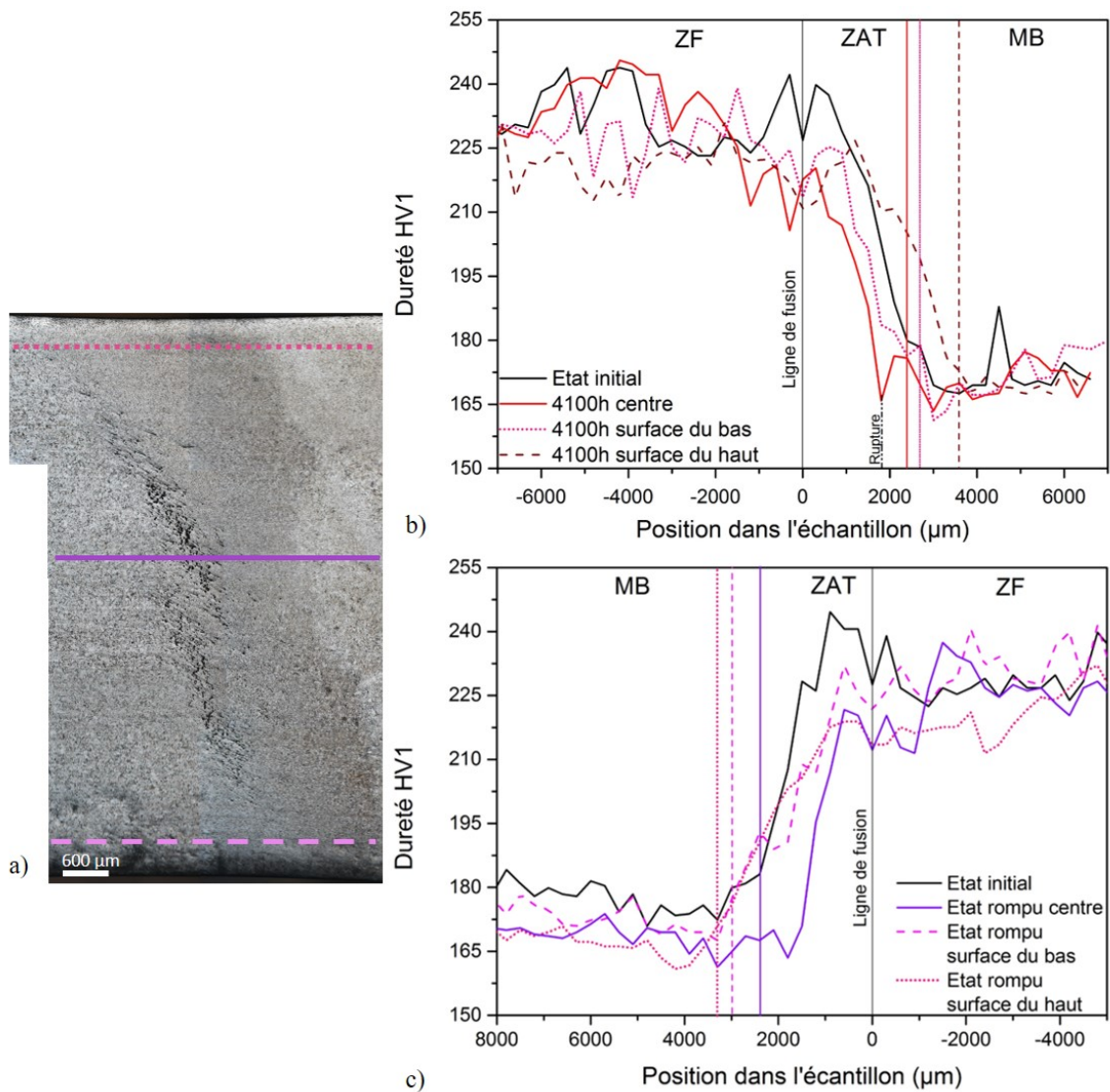


FIGURE 6.9 – Comparaison des filiations de micro-dureté entre les deux surfaces et le coeur des échantillons, a) après 4100 heures de fluage à 600 °C et 100 MPa et b) après la rupture à 5200 heures. La micrographie a) présente la localisation des filiations pour l'échantillon à rupture.

La taille de la ZAT est plus importante à la surface de l'échantillon qu'au centre, c'est pour cela qu'il y a plusieurs délimitations suivant la filiation.

De manière générale, l'adoucissement est bien moins présent à la surface qu'au centre de l'échantillon et est relativement homogène dans la ZAT (en prenant en compte les nouvelles délimitations de cette zone).

De plus, le pic du minimum de dureté présent pour la 1ère ICHAZ à 4100 heures et la 2ème ICHAZ pour 5200 heures, représentant la zone de faiblesse du joint qui mène à la rupture, n'est pas présent à la surface des échantillons.

Ainsi, le phénomène de perte de dureté n'est visible qu'au coeur de l'échantillon, indiquant que les modifications microstructurales ne sont pas homogènes sur toute l'épaisseur de l'échantillon.

### 6.1.3 Précipités

L'analyse de la coalescence des précipités à la surface des échantillons a pu être réalisée grâce aux répliques extractives en carbone. La Figure 6.10 schématise le prélèvement des répliques extractives. Un exemple est illustré avec une forme pleine pour la première ICHAZ au coeur et à la surface de l'échantillon. La réplique en surface comprend le 1er millimètre sous la surface. La mesure du diamètre moyen des précipités a été réalisée pour l'état initial, après 1500 heures et 4100 heures de fluage et après la rupture. Ces échantillons ont permis d'avoir une idée de l'évolution de la coalescence des précipités au cours du fluage, au niveau de la surface. Les comparaisons de la taille moyenne entre le coeur et la surface pour la ICHAZ sont présentés sur la Figure 6.11.



FIGURE 6.10 – Micrographie optique obtenue à la binoculaire du joint soudé attaqué chimiquement, avec une schématisation du prélèvement des répliques. Les répliques utilisées pour la comparaison entre le coeur et la surface sont représentées par un rectangle bleu plein.

L'analyse des particules des carbures  $M_{23}C_6$ , localisés en surface, a été réalisée sur 250 précipités (Figure 6.11 a). Le diamètre moyen en surface est bien supérieur au diamètre au coeur de l'échantillon, avec un écart de plus de 50 nm . Cette différence est visible dès 1500 heures et s'accroît légèrement à la rupture.

Le diamètre moyen des  $V(N, C)$  est également légèrement supérieur, avec un accroissement d'environ 8 nm.

La phase de Laves est également impactée avec une forte augmentation de la taille au début du stade II de fluage puis une stabilisation à environ 320 nm de diamètre. Il semblerait que les particules de la phase de Laves atteignent leur taille d'équilibre plus rapidement en surface. Néanmoins, l'analyse a été réalisée sur 40 précipités, car peu de particules ont été détectées à 1500 heures. Les écarts entre le premier et le troisième quartiles sont plus importants à 4100 heures, signe que la germination et la croissance de la phase de Laves continue en surface, au

cours du fluage.

Ainsi les tailles des précipités relevées en surface sont plus importantes au cours du fluage. La surface semblerait accélérer la croissance des précipités.

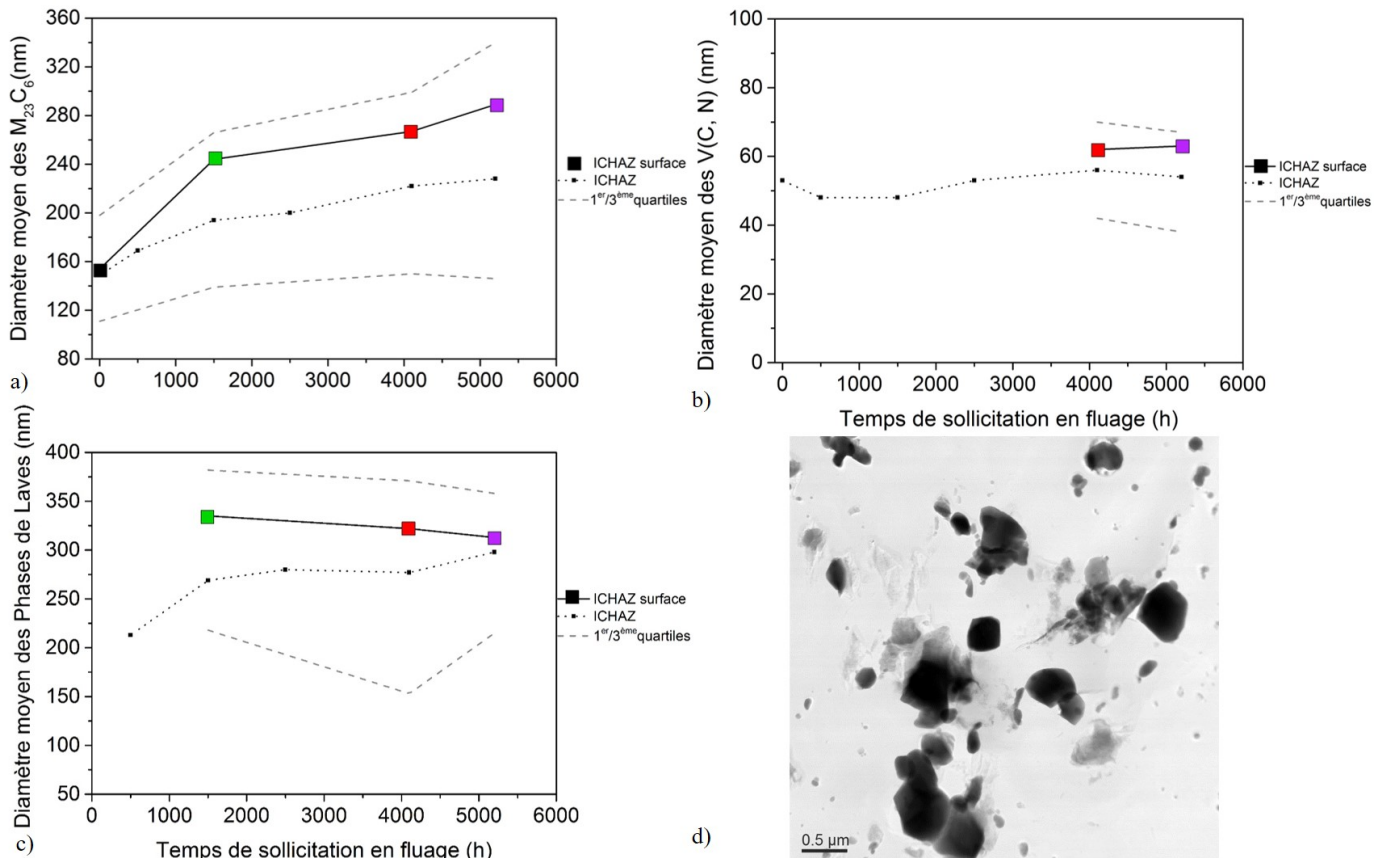


FIGURE 6.11 – Comparaison des diamètres moyens des précipités localisés au coeur et en surface de la ICHAZ. Cette comparaison est associée au premier et troisième quartiles pour les analyses en surface pour a) les  $M_{23}C_6$ , b) les V(C, N) et c) la phase de Laves. La Figure d) illustre une micrographie MET obtenue en mode STEM à partir d'une réplique extractive en carbone, prélevée en surface.

#### 6.1.4 Microstructure de la matrice

Il a été établi que le grossissement des précipités s'accompagne d'une migration des joints de grains (*cf.* Chapitre 5). Il était donc judicieux de vérifier si ce phénomène se produisait différemment en surface de l'échantillon.

Comme pour le coeur de l'échantillon, l'analyse de la microstructure a été réalisée d'après les cartographies EBSD obtenues au MEB, pour l'échantillon de référence, 4100h et les deux ZAT de l'échantillon à rupture. Ces cartographies ont été prises à environ  $300\mu\text{m}$  sous la surface.

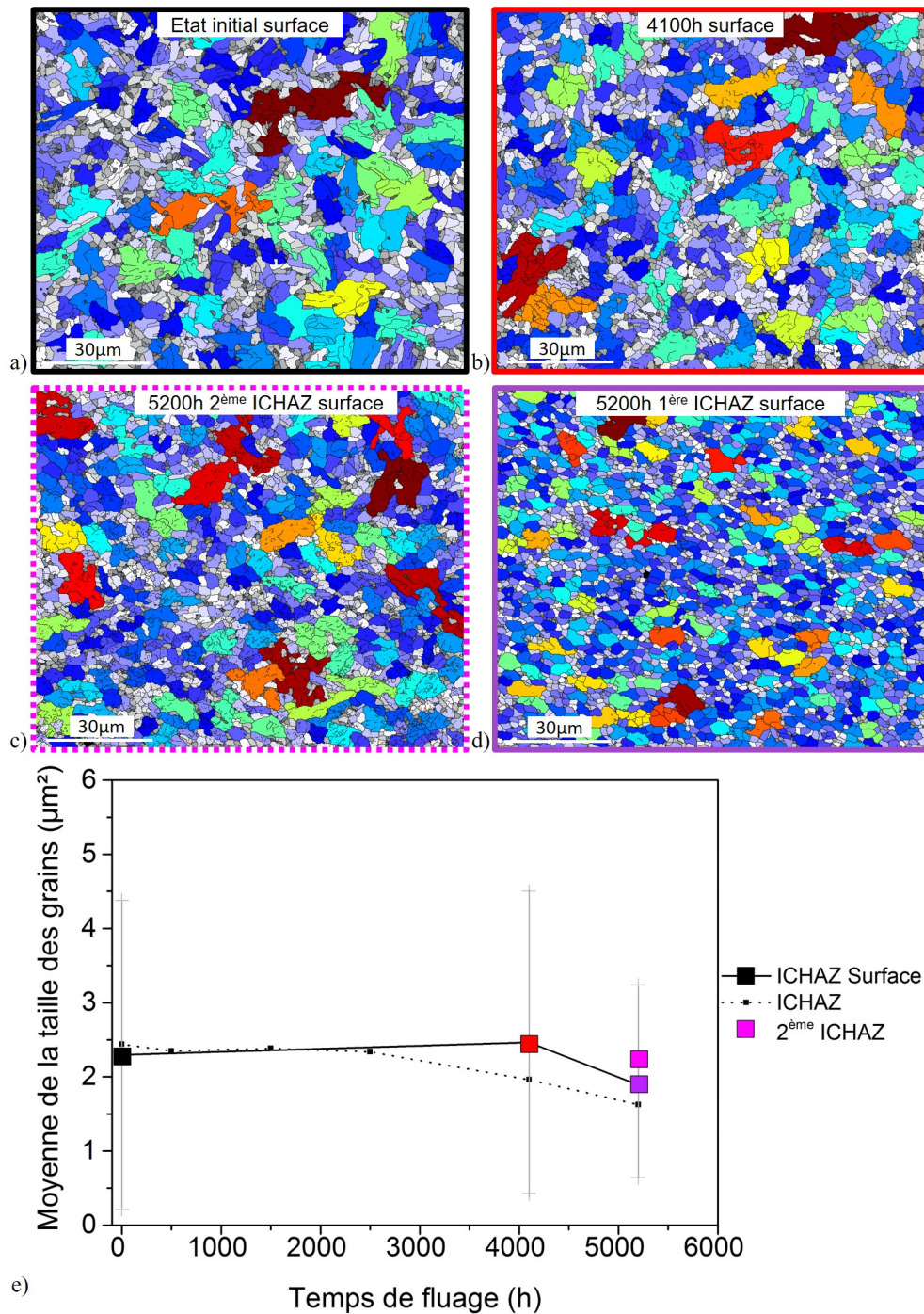


FIGURE 6.12 – Comparaison des cartographies EBSD de la taille de grains dans la ICHAZ en surface de l'échantillon pour a) l'état initial, b) 4100 heures de fluage, c) la 2<sup>ème</sup> ICHAZ de l'état rompu et d) la 1<sup>ère</sup> ICHAZ de l'état rompu. Le graphique e) est une comparaison des moyennes de la taille des grains, d'après les cartographies EBSD, entre la ICHAZ en surface et à coeur, en fonction du temps de fluage.

Les Figures 6.12 a-d présentent les cartographies de grains pour les échantillons cités précédemment. La Figure 6.12 e illustre la comparaison de l'évolution de la taille moyenne des grains en

fonction du temps de fluage pour le coeur (ligne pointillée) et pour la surface (point orange). D'après les Figures 6.12, la taille de grains n'évolue pas avant la rupture, puis à ce stade possède une taille supérieure à celles des grains à coeur. Il semblerait qu'il y ait un retard dans la restauration de la ICHAZ en surface par rapport au coeur de l'échantillon. Néanmoins, la cartographie de la ICHAZ de rupture en surface possède des grains fins et équiaxes, signe que la restauration a bien eu lieu.

La Figure 6.13 présente les cartographies de joints de grains, avec en bleu les sous-grains, en rouge les blocs et en noir les grains. Pour les échantillons à 4100 heures et la 2ème ZAT de l'échantillon à rupture, de nombreux sous-joints de grains apparaissent sur les cartographies. La Figure 6.15 compare, pour chaque échantillon, les pics de désorientation angulaire entre ceux de la surface (trait pointillé) et ceux du coeur (trait plein). L'échantillon de référence ne présente aucune différence par rapport au coeur de l'échantillon. Concernant les échantillons à 4100h et 5200h, le pic de joint de sous-blocs n'est plus clairement défini, et tend vers les faibles angles. Cela peut signifier qu'il y a un accroissement de la densité de dislocations, voire une augmentation de la distorsion du réseau.

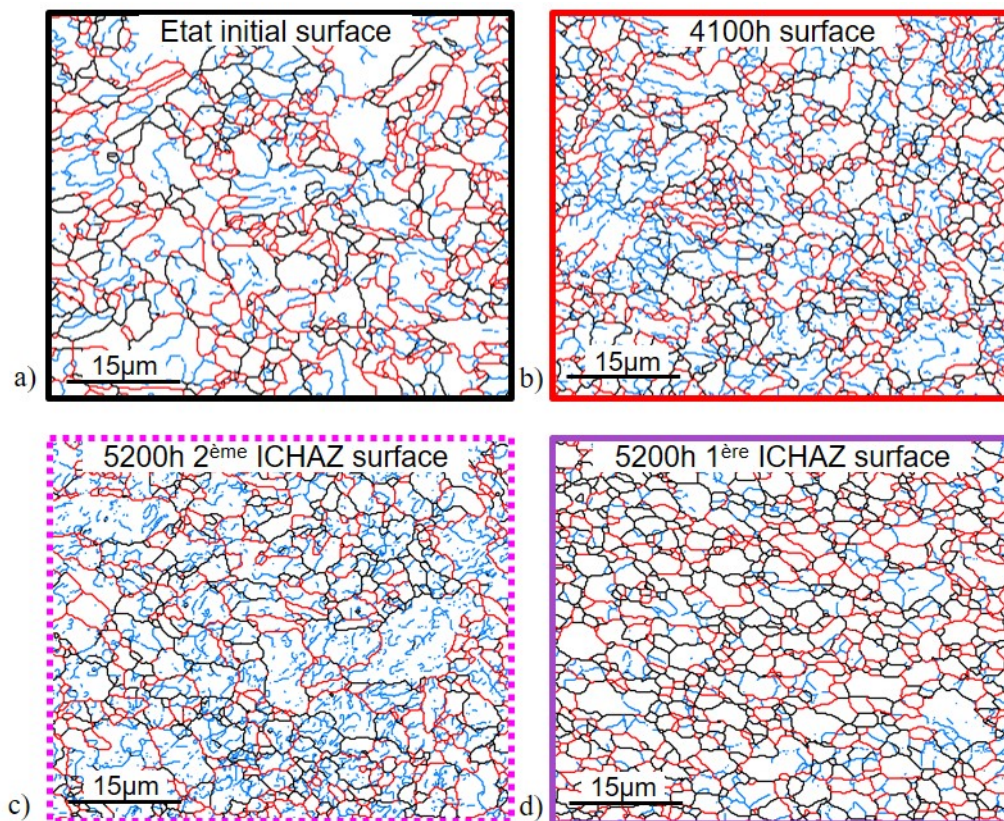


FIGURE 6.13 – Comparaison des cartographies EBSD des désorientations angulaires dans la ICHAZ en surface de l'échantillon pour a) l'état initial, b) 4100 heures de fluage, c) la 1ère ICHAZ de l'état rompu et d) la 2ème ICHAZ de l'état rompu.

Il faut, cependant, signaler que très près de la surface, les échantillons présentent de la striction, conduisant à un fort taux d'écroûissage. Il est donc difficile de pouvoir suivre l'évolution de la sous-structure à la surface à partir de 4100 heures de fluage.

Pour les pics de joints de blocs, les graphiques montrent que ces derniers sont très étalés et ne sont plus clairement définis. La désorientation angulaire en surface ne présente plus les caractéristiques du matériau, qui pourrait permettre son suivi.

Une lame FIB a été prélevée proche de la surface pour la ICHAZ rompue. Une comparaison entre la surface et le coeur est illustrée sur la Figure 6.14. La densité de dislocations entre le coeur et la surface ne présente pas de différence significative lors de l'observation de ces micrographies.

Le grossissement des précipités plus important en surface, pourrait laisser penser à une restauration accélérée dans cette zone. L'étude de la microstructure ne semble pas aller dans ce sens. Il semblerait que la striction en surface pourrait permettre ainsi de ralentir la restauration de la microstructure. Le suivi de la désorientation angulaire en surface n'est pas aisé à appréhender.

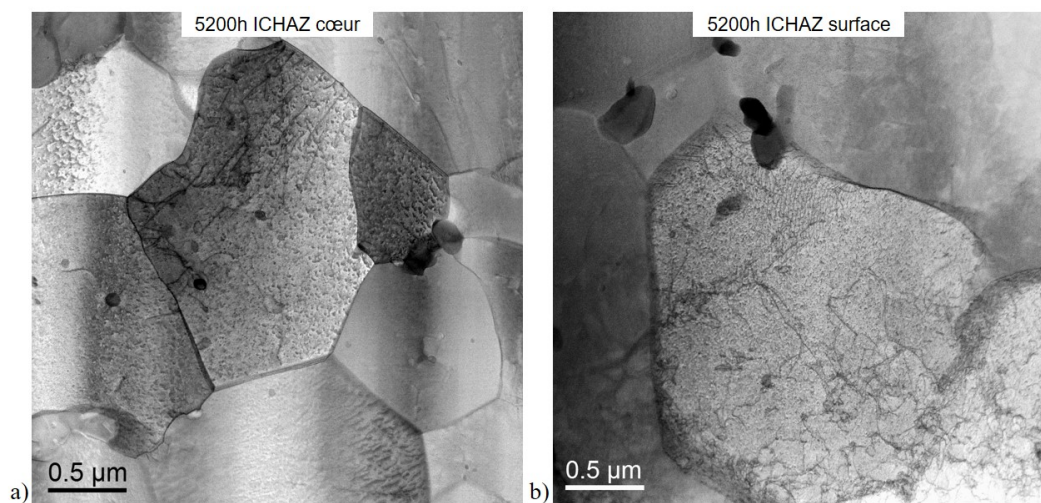


FIGURE 6.14 – Image MET obtenues en champ clair sur des lames FIB de la ICHAZ rompue a) prélevée à coeur et b) prélevée en surface.

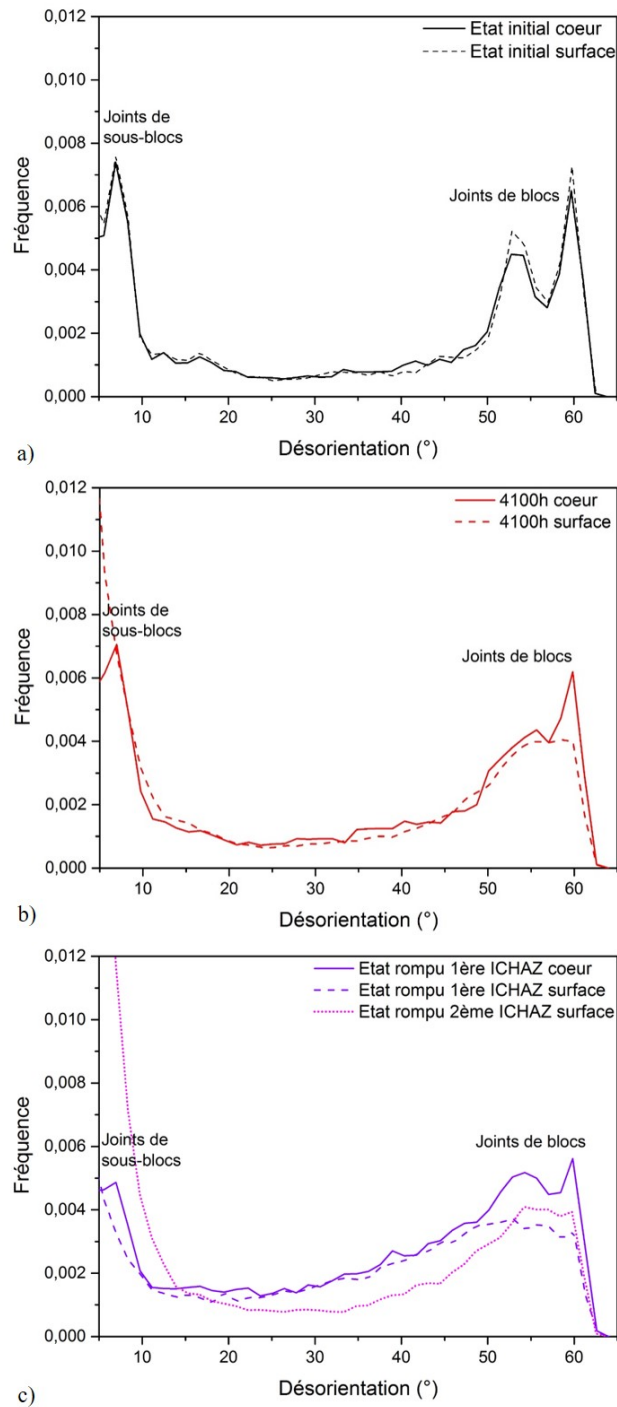


FIGURE 6.15 – Comparaison des courbes de désorientation angulaire d’après les cartographies EBSD entre la surface et le coeur de la ICHAZ pour a) l’état initial, b) 4100 heures de fluage et c) l’état rompu, avec la distinction entre la 1ère et la 2ème ICHAZ.



## 6.2 Discussion sur un facteur de suivi de l'endommagement

Une méthode de contrôle non destructif (CND) est généralement utilisée pour contrôler la qualité d'un produit sans créer de dégradation. Cette méthode idoine permet de détecter et de caractériser les discontinuités du matériau, en exploitant des phénomènes physiques. Les CND peuvent être utilisés en cours de fabrication, sur le contrôle de lot de pièces ou en service. L'objectif est de détecter d'éventuels défauts soit de surface, soit des défauts internes. Les méthodes CND doivent suivre une procédure précise afin de localiser, identifier et caractériser les défauts avec une reproductibilité et une fiabilité importantes. Les méthodes les plus utilisées en soudage sont, entre autres, la technique visuelle (abréviation VT sur la Figure 6.16), le ressage (abréviation PT), la magnétoscopie (abréviation MT), le courant de Foucault (abréviation ET), la radiographie (abréviation RT) et les ultrasons (abréviation UT) (Dubresson). La Figure 6.16 présente les principaux CND et leurs possibilités de caractérisation des défauts.

DETECTION ET CARACTERISATION DES DEFAUTS	DEFAUTS SUPERFICIELS								DEFAUTS INTERNES			
	VT		PT		MT		ET		RT		UT	
	D	SJ	D	SJ	D	SJ	D	SJ	P	V	P	V
<b>1. Détection des défauts</b>												
- Fissures	(x)	0	(x)	0	x	(x)	x	(x)	(x)		x	
- Inclusions gazeuses	x	0	(x)	0	(x)	0	(x)	0		x		(x)
- Inclusions solides	x	0	0	0	x	(x)	x	(x)		x		x
- Manques de pénétration	(x) (1)	0	(x) (1)	0	x (1)	(x) (1)	x (1)	(x) (1)	x		x	
- Collages	(x)	0	(x)	0	x	(x)	x	(x)	(x)		x	
- Défauts de forme	x (2)		(x) (2)		(x) (2)		(x) (2)		x (2)	x	(x) (2)	(x) (2)
- Défauts divers	x		NA		NA		NA		x	x	(3)	(3)
<b>2. Localisation des défauts</b>												
- Abscisse X	x		x		x	x	x	x	x	x	x	x
- Ordonnée Y	x		x		x	x	x	x	x	x	x	x
- Profondeur p	0		0		0	0	x	(x)	(x)	(x)	x	x
- Orientation $\beta$	x		x		x	x	x	x	x	x	x	x
- Inclinaison $\gamma$	0		0		0	0	0	0	(x)	(x)	x	(x)
<b>3. Dimensionnement des défauts</b>												
- Longueur $\ell$	(x)	0	(x)	0	(x)	(x)	x	(x)	x	x	x	x
- Diamètre d	x	0	(x)	0	(x)	(x)	0	0		x		0
- Hauteur ou largeur h	0	0	0	0	0	0	(x)	(x)	0		(x) (4)	
<b>4. Identification des défauts</b>												
- Fissures	x	0	L	0	L	L	L	L	(x)		P	
- Inclusions gazeuses	x	0	NL	0	NL	0	NL	0		x		(x)
- Inclusions solides	x	0	NL	0	NL	(x)	NL	(x)	0	x		V
- Manques de pénétration	x	0	L	0	L	L	L	L	x		P	
- Collages	(x)	0	0	0	L	L	L	L	(x)		P	
- Défauts de forme	x		NA		NA		NA		x	x	(x) (6)	(x) (6)
- Défauts divers	x		NA		NA		NA		x	x	NA	NA

FIGURE 6.16 – Possibilités et limites des méthodes de contrôle non destructif, la technique visuelle (VT), le ressage (PT), la magnétoscopie (MT), le courant de Foucault (ET), la radiographie (RT) et les ultrasons (UT) (Dubresson).

Pour pouvoir choisir le ou les CND les plus appropriés, il faut déterminer, en amont, un facteur de suivi et connaître ses caractéristiques d'évolution. L'analyse de la ICHAZ, au cours du fluage, à cœur et en surface, a permis de construire un cahier des charges pour les CND, résumé ci-dessous :

- des contraintes internes apparaissent dans la ZAT dès le début du fluage, avec une augmentation jusqu'à l'apparition des cavités,
- les cavités sont localisées en bande à environ 2/3 mm sous la surface, exclusivement dans la ICHAZ. La bande apparaît à la fin du stade II et s'amplifie durant le stade III de fluage,
- un adoucissement opère dans la ICHAZ proche du métal de base, avec un pic de minimum de dureté qui survient au stade III de fluage et qui va devenir le lieu de la rupture. L'adoucissement est moins présent en surface,
- les carbures  $M_{23}C_6$  ont tendance à grossir au cours du fluage, notamment lorsqu'ils sont en sites intergranulaires. La phase de Laves apparaît dès 500 heures de fluage et grossit rapidement jusqu'à 1500 heures. En surface les précipités grossissent plus rapidement,
- la restauration entraîne la modification de la microstructure en grains plus fins équiaxes. La modification de la taille et de la forme des grains est détectée à partir du stade III de fluage au cœur de l'échantillon. Ce phénomène est ralenti à la surface en raison de la striction,
- les joints de grains peuvent être identifiés grâce aux pics de désorientation angulaire. Ces derniers évoluent durant le fluage, avec une disparition des pics des joints de blocs et de sous-blocs à partir du stade III de fluage. La détection est plus difficile en surface due au fort taux d'érouissage.

Cette étude a permis de voir que les différents facteurs choisis présentent une évolution au fluage très tardive, c'est à dire à la fin du stade II et au début du stade III. Ce mécanisme est problématique pour le contrôle des équipements en service.

Les seuls facteurs qui évoluent dès le début des sollicitations en fluage sont la précipitation et les contraintes internes. De plus, les précipités évoluent de manière plus prononcée en surface, ce qui est un avantage pour la détection.

D'après cette étude préliminaire, il serait intéressant de rechercher un CND capable de suivre l'évolution des précipités ou des contraintes, au cours du fluage.

---

## Synthèse Chapitre 6

---

Cette partie nous a permis de comparer l'évolution de la ICHAZ à coeur et en surface de l'échantillon, au cours du fluage.

Au coeur de l'échantillon, la bande de cavités est maximale en densité et en diamètre et diminue de façon monotone pour n'en présenter aucune en surface. L'adoucissement localisé dans la ICHAZ n'est visible qu'à coeur de l'échantillon.

Les tailles des précipités  $M_{23}C_6$  et la phase de Laves sont plus importantes en surface qu'à coeur et présentent des évolutions similaires. La taille de grains évolue tardivement à la surface de l'échantillon. Le spectre de désorientation angulaire ne présente plus les pics caractéristiques du matériau, dès 4100 heures de fluage. Le phénomène de striction en est probablement l'origine. La densité de dislocations semble plus importante en surface qu'à coeur, ce qui pourrait expliquer le retard de restauration en surface.

Cette étude a permis de voir que les différents facteurs choisis présentent une évolution au fluage très tardif, c'est-à-dire à la fin du stade II et début du stade III. Ce mécanisme est problématique pour le contrôle des équipements en service.

La précipitation et les contraintes semblent être les seuls facteurs qui présentent une évolution continue dès le début des sollicitations en fluage. De plus la taille des précipités évolue de manière plus prononcée en surface, ce qui peut être un avantage pour la détection.



## Conclusion générale et perspectives

L'objectif de cette étude était de suivre l'évolution de la microstructure du joint soudé en Grade 91 dans des conditions industrielles de sollicitation en fluage. Ce suivi avait pour but de comprendre les mécanismes d'endommagement et de déterminer une relation quantitative entre les modifications microstructurales et la durée de vie en fluage.

Pour atteindre ces objectifs, nous avons réalisé une soudure TIG à l'Institut de Soudure, sur une plaque industrielle en Grade 91 (fournisseur Dillinger). Nous avons réalisé des traitements thermiques (post/pré-soudage et PWHT) en respectant les normes en vigueur. Une étude bibliographique nous a permis de déterminer nos paramètres expérimentaux (contrainte-température) pour nos essais de fluage afin de reproduire l'endommagement rencontré sur site industriel. Ces paramètres ont été fixés pour l'ensemble du projet pour une température de 600 °C et une contrainte de 100 MPa, menant à une rupture de type IV dans la ZAT proche du métal de base.

Un protocole de caractérisation précis a été mis en place afin d'analyser l'évolution de l'endommagement sur les échantillons. Ce protocole a, dans un premier temps, servi à caractériser notre état de référence, c'est-à-dire le métal de base en Grade 91 et le joint soudé avant fluage. Le Grade 91 est un acier martensitique revenu dont la microstructure est définie par des anciens grains austénitiques, contenant des paquets, des blocs, des sous-blocs et une sous-structure en cellules de dislocations. Ces différentes structures possèdent des joints de grains présentant des désorientations angulaires spécifiques. L'analyse EBSD permet d'obtenir un spectre de désorientations angulaires caractéristique du matériau, possédant 3 pics spécifiques : un aux faibles désorientations pour les joints de sous-blocs et deux aux fortes désorientations pour les joints de blocs. La microstructure est stabilisée par deux familles de précipités, les carbures  $M_{23}C_6$  et les carbonitrides MX (V(C, N) et Nb(C, N)). Les  $M_{23}C_6$  sont présents majoritairement aux joints de grains et sous-joints avec un diamètre moyen de 187 nm. Les MX sont localisés généralement dans les grains, avec un diamètre moyen de 55 nm pour les V(C, N) et 60 nm pour les Nb(C, N).

Le joint soudé se présente sous forme de trois zones contiguës et distinctes, possédant des microstructures spécifiques : le métal de base, la ZAT (composée de la ICHAZ et la FGHAZ) et la zone fondue. L'analyse EBSD au MEB permet de mesurer la taille de blocs des différentes zones du joint, avec les surfaces les plus importantes pour le métal de base ( $4 \mu m^2$ ) et les plus faibles pour la FGHAZ ( $1.5 \mu m^2$ ). La ICHAZ possède un état intermédiaire entre le métal de base et la FGHAZ, avec un gradient de microstructure suivant la localisation. La taille des précipités

varie également en fonction de la zone du joint soudé. Les plus gros précipités sont présents dans le métal de base et la ICHAZ (diamètre moyen pour le  $M_{23}C_6$  respectivement de 187 nm et 155 nm) et les plus petits dans la FGHAZ et la ZF (diamètre moyen des  $M_{23}C_6$  respectivement de 113 nm et 100 nm). La micro-dureté permet de délimiter les zones du joint soudé, avec les duretés les plus faibles et homogènes pour le métal de base et les plus fortes pour la zone fondue.

Les essais de fluage à 600 °C et 100 MPa, menés durant ce projet, ont permis d'obtenir 4 échantillons intermédiaires et un échantillon à rupture après 5200 heures de fluage. L'échantillon rompu présente l'endommagement attendu, c'est-à-dire une rupture de type IV dans la ICHAZ, proche du métal de base, parallèle à la ligne de fusion. Au niveau de la ICHAZ, des bandes de cavités ont été détectées. L'étude menée au microscope électronique à balayage et par tomographie des rayons X a permis de caractériser l'évolution de ces cavités au cours du fluage. Une bande de cavités a été révélée à partir de 2500 heures de fluage, c'est-à-dire à partir du stade II, au niveau de la ICHAZ et majoritairement au coeur de l'échantillon. Le nombre et la taille des cavités augmente sous la sollicitation en fluage, puis la coalescence s'active à partir du stade III de fluage.

Néanmoins, la taille moyenne des cavités étant trop petite, la caractérisation en tomographie des rayons X en laboratoire n'est pas adaptée.

Pour comprendre l'origine de la formation de bandes de cavités dans la ICHAZ, nous avons suivi l'évolution des contraintes internes le long du joint soudé sous sollicitation en fluage. Cette étude a été menée en DRX, en rayonnement synchrotron (Desy, Hambourg), en condition de fluage à 600 °C et 100 MPa sur les échantillons préflués. La méthode d'analyse des  $\sin^2\Psi$  a permis de mettre en avant l'apparition d'un maximum local de contraintes, transverse et de cisaillement, au niveau de la ZAT, bordé par des minima aux frontières avec le métal de base et la zone fondue. Ce maximum local augmente rapidement au début des sollicitations en fluage, puis se stabilise à partir de 2500 heures, parallèlement à l'apparition de la bande de cavités.

La caractérisation de la microstructure de la ICHAZ au cours du fluage a permis de mettre en avant les mécanismes d'endommagement et de suivre l'évolution des différents paramètres microstructuraux.

Au cours du fluage, une forte croissance et agglomération des particules  $M_{23}C_6$  a lieu au niveau des joints de grains. Il en est de même pour la phase néfaste de Laves qui apparaît à partir de 500 heures de fluage avec déjà une taille importante. La coalescence des précipités est favorisée par les joints de grains qui sont des chemins préférentiels pour la diffusion, ici du chrome et du molybdène. La sous-structure disparaît également, accompagnée d'une forte diminution de la densité de dislocations à l'intérieur des grains. Les joints de blocs et de sous-blocs laissent place aux joints de grains. La disparition des fins précipités, de la sous-structure et des éléments en solution solide entraîne la restauration/recristallisation de la microstructure, en grains fins équiaxes avec une faible densité de dislocations. Ces mécanismes de restauration/recristallisation participent à l'adoucissement de la ICHAZ, correspondant à la zone de faiblesse où va se produire la rupture.

Les modifications microstructurales en surface du matériau ne sont pas identiques à celle du coeur. En effet, l'adoucissement en surface est peu visible, la taille de grains évolue tardivement et la sous structure initiale semble encore présente à la rupture. La restauration en surface semble donc retardée par rapport à celle du coeur de l'échantillon. Cette différence de mécanisme serait due aux contraintes triaxiales qui sont plus faibles en surface qu'à coeur. Cependant, la taille des précipités en surface n'est pas affectée par les contraintes triaxiales et évolue davantage en surface de l'échantillon. Les contraintes et la précipitation semblent intéressantes pour le suivi de l'endommagement en fluage lors de contrôles non-destructifs.

## Perspectives

Pour la suite du projet, plusieurs points seraient intéressants à approfondir. Au niveau de la compréhension des mécanismes, cette étude a permis de vérifier que la rupture se produisait suite à l'endommagement par cavitation. Les cavités ont été détectées à partir de 2500 heures de fluage (milieu du stade II) mais la qualité des observations a été limitée par la résolution du dispositif et l'absorption des Rayons X par le matériau. Il serait intéressant de reproduire ces mesures par Tomographie X en rayonnement synchrotron, afin d'en améliorer la résolution et le rapport signal sur bruit de fond. Ceci pourrait permettre une meilleure détection des cavités et peut être une détection plus en amont dans les sollicitations en fluage.

De plus, nos explications sur l'évolution de l'endommagement au coeur de la ICHAZ reposent sur le fait que les contraintes triaxiales sont différentes à coeur et en surface. Malheureusement, nous n'avons pas pu vérifier ces données avec nos essais DRX au synchrotron. Une simulation par éléments finis de nos éprouvettes permettrait une exploitation plus fine de nos données synchrotron.

La compréhension et la modélisation de l'endommagement dans la ICHAZ passent par deux étapes. La première serait une étude fine des mécanismes physiques à l'œuvre en pointe de fissure, et qui permettent sa propagation et/ou son émoussement. La deuxième serait d'étudier l'effet de la morphologie des fissures sur la distribution des contraintes dans le matériau, et sur le comportement plastique de celui-ci à l'échelle mésoscopique ( $100\mu m$ ).

Au niveau industriel, il serait intéressant de développer une méthode de contrôle non destructif, applicable sur site industriel afin de suivre l'évolution de la précipitation. Cette étude a permis de mettre en avant ce paramètre microstructural, comme facteur de suivi de la durée de vie. Des essais complémentaires, avec d'autres temps de fluage permettraient de compléter la quantification des endommagements.

Dans cette optique, des essais de fluage supplémentaires, à plus faibles contraintes et donc des temps de rupture plus longs, seraient intéressants à mener afin d'appréhender l'effet de la précipitation de la phase Z sur l'endommagement du matériau. En effet, cette phase néfaste, présentée dans le Chapitre 1, apparaissant pour des temps de fluage très longs, pourrait modifier la prédiction des évolutions microstructurales.





## Références

(**Abd El-Azim *et al.*, 2005**) Abd El-Azim, M.E., Nasreldin, A.M., Zies, G., and Klenk, A. (2005). "Microstructural instability of a welded joint in P91 steel during creep at 600°C ." Materials Science and Technology V.21, p.779–790.

(**Abd El-Azim *et al.*, 2013a**) Abd El-Azim, M.E., Ibrahim, O.H., and El-Desoky, O.E. (2013). "Long term creep behaviour of welded joints of P91 steel at 650°C." Materials Science and Engineering A V.560, p.678–684.

(**Abd El-Azim *et al.*, 2013b**) Abd El-Azim, M.E., El-Desoky, O.E., Ruoff, H., Kauffmann, F., and Roos, E. (2013). "Creep fracture mechanism in welded joints of P91 steel." Materials Science and Technology V.29, p.1027–1033.

(**Abe *et al.*, 1992**) Abe, F., Nakazawa, S., Araki, H., and Noda, T. (1992). "The role of microstructural instability on creep behavior of a martensitic 9Cr-2W steel." Metallurgical Transactions A V.23, p.469–477.

(**Abe, 2004**) Abe, F. (2004). "Coarsening behavior of lath and its effect on creep rates in tempered martensitic 9Cr–W steels." Materials Science and Engineering : A V.387–389, p.565–569.

(**Abe *et al.*, 2007**) Abe, F., Taneike, M., and Sawada, K. (2007). "Alloy design of creep resistant 9Cr steel using a dispersion of nano-sized carbonitrides." International Journal of Pressure Vessels and Piping V.84, p.3–12.

(**Abe *et al.*, 2008**) Abe, F., Kern, T.U., and Viswanathan, R. (2008). "Creep-Resistant Steels." WOODHEAD PUBLISHING LIMITED Cambridge England, p.701.

(**Amin *et al.*, 1970**) Amin, K.E., Mukherjee, A.K., and Dorn, J.E. (1970). "A universal law for high-temperature diffusion controlled transient creep." Journal of the Mechanics and Physics of Solids V.18, p.413–426.

(**Ashby, 1972**) Ashby, M.F. (1972). "A first report on deformation-mechanism maps." Acta Metallurgica V.20, p.887–897.

- (Ashby *et al.*, 1983)** Ashby, M.F., Gandhi, C., and Taplin, D.M.R. (1983). "Fracture mechanism maps and their construction for fcc metals and alloys." In *Perspectives in Creep Fracture*, (Elsevier), pp. 1–31.
- (ASME II-PartD, 2013)** ASME II-PartD (2013). "II-Materials, PartD\_Properties."
- (ASTM : A335/A335M-10)** ASTM : A335/A335M-10 "Standard Specification for Seamless Ferritic Alloy-Steel Pipe for High-Temperature Service1."
- (Bailey, 1926)** Bailey, R.W. (1926). "Note on the softening of strain hardened metals and its relation to creep." *J.Inst.Metals* p.75.
- (Bay *et al.*, 1992)** Bay, B., Hansen, N., Hughes, D.A., and Kuhlmann-Wilsdorf, D. (1992). "Evolution of f.c.c. deformation structures in polyslip." *Acta Metallurgica et Materialia* V.40, p.205–219.
- (Ben Haj Slama, 2018)** Ben Haj Slama, M. (2018). "Etude multi-échelle et in situ des évolutions microstructurales en conditions isothermes d'aciers bainitiques en lattes." Thèse de doctorat de l'Université de Lorraine.
- (Béres *et al.*, 2001)** Béres, L., Balogh, A., and Irmer, W. (2001). "Welding of Martensitic Creep-Resistant Steels." p.5.
- (Biswas *et al.*, 2012)** Biswas S., Kim D., et Suwas S. (2012). " Asymmetric and Symmetric Rolling of Magnesium : Evolution of Microstructure, Texture and Mechanical Properties". *Materials Science and Engineering : A* 550, p.19-30.
- (Brachet, 1991)** Brachet, J.C. (1991). "Alliages martensitiques 9Cr-1Mo : Effets de l'addition de l'azote, du niobium et du vanadium sur la microstructure, les transformations de phases et les propriétés mécaniques" (CEA).
- (Brett, 2004)** Brett, S.J. (2004). "Type IIIa cracking in  $\frac{1}{2}$ ; CrMoV steam pipework systems." *Science and Technology of Welding and Joining* V.9, p.41–45.
- (Cerjak et Mayr, 2008)** Cerjak, H., and Mayr, P. (2008). "Creep strength of welded joints of ferritic steels." In *Creep Resistant Steel*, p 472-498.
- (Chandravathi *et al.*, 2001)** Chandravathi, K.S., Laha, K., Bhanu Sankara Rao, K., and Mannan, S.L. (2001). "Microstructure and tensile properties of modified 9Cr-1Mo steel (grade 91)." *Materials Science and Technology* V.17, p.559–565.

- (**Cipolla et al., 2010a**) Cipolla, L., Danielsen, H.K., Venditti, D., Di Nunzio, P.E., Hald, J., and Somers, M.A.J. (2010). "Conversion of MX nitrides to Z-phase in a martensitic 12% Cr steel." *Acta Materialia* V.58, p.669–679.
- (**Coble, 1963**) Coble, R.L. (1963). "A Model for Boundary Diffusion Controlled Creep in Polycrystalline Materials." *Journal of Applied Physics* V.34, p.1679–1682.
- (**Coleman and Newell, 2007**) Coleman, K.K., and Newell, J.R. (2007). "Welding the new-generation Cr-Mo alloys for high-temperature service." *Welding Journal* p.29-33.
- (**Cowley, 1969**) Cowley, J.M. (1969). "Image contrast in a transmission scanning electron microscope." *Applied Physics Letters* V.15, p.58–59.
- (**Danielsen et Hald, 2007**) Danielsen, H.K., and Hald, J. (2007). "A thermodynamic model of the Z-phase Cr(V, Nb)N." *Calphad* V.31, p.505–514.
- (**Deschamps 2003**) Deschamps, Alexis (2003). "Précipitation durcissante dans les matériaux de structure". Thèse, Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG.
- (**DeWitte and Coussement, 1991**) DeWitte, M., and Coussement, C. (1991). "Creep properties of 12% Cr and improved 9% Cr weldments." *Materials at High Temperatures* V.9, p.178–184.
- (**Dieter, 1961**) Dieter, G.E. (1961). "Mechanical metallurgy.", McGRAW-HILL BOOK COMPANY p.646.
- (**Dimmler et al., 2003**) Dimmler, G., Weinert, P., Kozeschnik, E., and Cerjak, H. (2003). "Quantification of the Laves phase in advanced 9–12% Cr steels using a standard SEM." *Materials Characterization* V.51, p.341–352.
- (**Dirand, 2011**) Dirand, L. (2011). "Fluage à haute température d'un superalliage monocristallin : expérimentation in-situ en rayonnement synchrotron." Thèse de doctorat de l'Université de Lorraine.
- (**Dorn, 1955**) Dorn, J.E. (1955). "Some fundamental experiments on high temperature creep." *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* V.3, p.85–116.
- (**Dubresson**) Dubresson, J. "Les contrôles non destructifs et la qualité en soudage, Les différents aspects d'une étroite relation" Institut de Soudure.
- (**Eggeler et al., 1994**) Eggeler, G., Ramteke, A., Coleman, M., Chew, B., Peter, G., Burbli, B.,

A., Hald, J., Jefferey, C., Rantala, J., deWitte, M., et al. (1994). "Analysis of creep in a welded 'P91' pressure vessel." *International Journal of Pressure Vessels and Piping* V.60, p.237–257.

**(Ennis *et al.*, 2000)** Ennis, P.J., Zielińska-Lipiec, A., and Czyrska-Filemonowicz, A. (2000). "Influence of heat treatments on microstructural parameters and mechanical properties of P92 steel." *Materials Science and Technology* V.16, p.1226–1233.

**(Ennis and Czyrska-Filemonowicz, 2003)** Ennis, P.J., and Czyrska-Filemonowicz, A. (2003). "Recent advances in creep-resistant steels for power plant applications." *Sadhana*, Vol. 28, Parts 3 & 4, J, pp. 709–730..

**(Fiala *et al.*, 1991)** Fiala, J., Kloc, L., and Čadek, J. (1991). "Creep in metals at intermediate temperatures and low stresses : a review." *Materials Science and Engineering : A* V.137, p.163–172.

**(Finkler et Schirra, 1996)** Finkler, H., and Schirra, M. (1996). "Transformation behaviour of the high temperature martensitic steels with 8-14% chromium." *Steel Research* V.67, p.328–342.

**(Frost et Ashby, 1982)** Frost, H.J., and Ashby, M.F. (1982). "Deformation-Mechanism Maps, The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics" (UK).

**(Gaffard, 2004)** Gaffard, V. (2004). "Experimental study and modelling of high temperature creep flow and damage behaviour of 9Cr1Mo-NbV." Thèse de doctorat de l'école des Mines de Paris.

**(Gaffard et al., 2005)** Gaffard, V., Gourgues-Lorenzon, A.F., and Besson, J. (2005). "High temperature creep flow and damage properties of 9Cr1MoNbV steels : Base metal and weldment." *Nuclear Engineering and Design* V.235, p.2547–2562.

**(Gan, 1982)** Gan, D. (1982). "A study of the Bailey-Orowan equation of creep." *Journal of Materials science* V.17, p.89-99.

**(Geandier, 2002)** Geandier, G. (2002). "Relation entre la microstructure, l'état mécanique et la fissuration de cermets alumine chrome élaborés à partir de poudres nanocomposites."

**(Ghosh et Olson 2002)** Ghosh, G., et G.B. Olson. 2002. " The Isotropic Shear Modulus of Multicomponent Fe-Base Solid Solutions ". *Acta Materialia* 50 (10) : p.2655-75.

**(Gupta *et al.* 2015)** Gupta, C., H. Toda, P. Mayr, et C. Sommitsch. 2015. " 3D Creep Cavitation Characteristics and Residual Life Assessment in High Temperature Steels : A Critical Review ". *Materials Science and Technology* 31 (5) : p.603-26.

(**Hald, 2008**) Hald, J. (2008). "Microstructure and long-term creep properties of 9-12% Cr steels." *International Journal of Pressure Vessels and Piping* V.85, p.30–37.

(**Hald, Korcakova 2002**) Hald, J., et L. Korcakova. 2002. " Precipitate Stability in Creep Resistant Ferritic Steels-Experimental Investigations and Modelling ". *ISIJ International* 43 (3) : p.420-27.

(**Harper *et al.*, 1958**) Harper, J.G., Shepard, L.A., and Dorn, J.E. (1958). "Creep of aluminum under extremely small stresses." *Acta Metallurgica* V.6, p.509–518.

(**He, 2009**) He, B.B. (2009). "Two-Dimensional X-Ray Diffraction.", A John Wilay & sons, INC.

(**Heidelbach *et al.*, 1999**) Heidelbach, F, C Riekkel, et H.R Wenk. 1999. " Quantitative texture analysis of small domains with synchrotron radiation X-rays ". *Journal of Applied Crystallography* V.32 p.841-49.

(**Herring, 1950**) Herring, C. (1950). "Diffusional Viscosity of a Polycrystalline Solid." *Journal of Applied Physics* V.21, p.437–445.

(**Hertzberg, 1996**) Hertzberg, R.W. (1996). "Deformation and Fracture Mechanics of engineering materials.", A John Wilay & sons, INC.

(**Humphreys, 1981**) Humphreys, C.J. (1981). "Fundamental concepts of STEM imaging." *Ultramicroscopy*, V.7, p.7–12.

(**Hyde *et al.*, 2001**) Hyde, T.H., Sun, W., and Becker, A.A. (2001). "Creep crack growth in welds : a damage mechanics approach to predicting initiation and growth of circumferential cracks." *International Journal of Pressure Vessels and Piping* V.78, p.765–771.

(**Igarashi *et al.*, 1997**) Igarashi, M., Hiroyuki, S., and Kaori, M. (1997). "High chromium ferritic heat-resistant steel."

(**Jandova et Kasl, 2014**) Jandova, G., and Kasl, J. (2014). "Microstructural changes in creep exposed P91 steel weld joint.", *Materials at High Temperatures*, V.28, p.137-146.

(**Kalck *et al.*, 2010**) Kalck, C., Fournier, B., Barcelo, F., Forest, L., Dalle, F., Giroux, P.-F., Tournié, I., and Gourgues, A.-F. (2010). "Propriétés en fluage à haute température et caractérisations microstructurales des joints soudés P92.", *Matériaux 2010*, Nantes, France.

- (Karlík and Jouffrey, 2008)** Karlík, M., and Jouffrey, B. (2008). "Étude des métaux par microscopie électronique en transmission (MET) - Microscope, échantillons et diffraction." p.20.
- (Kassner *et al.*, 2007)** Kassner, M.E., Kumar, P., and Blum, W. (2007). "Harper–Dorn creep." *International Journal of Plasticity* V.23, p.980–1000.
- (Kimura *et al.*, 2010)** Kimura, K., Toda, Y., Kushima, H., and Sawada, K. (2010). "Creep strength of high chromium steel with ferrite matrix." *International Journal of Pressure Vessels and Piping* V.87, p.282–288.
- (Kitahara *et al.*, 2006)** Kitahara, H., Ueji, R., Tsuji, N., and Minamino, Y. (2006). "Crystallographic features of lath martensite in low-carbon steel." *Acta Materialia* V.54, p.1279–1288.
- (Klueh, 2005)** Klueh, R.L. (2005). "Elevated temperature ferritic and martensitic steels and their application to future nuclear reactors." *International Materials Reviews* V.50, p.287–310.
- (Klueh et Harries, 2001)** Klueh, R.L., and Harries, D.R. (2001). "High-chromium ferritic and martensitic steels for nuclear applications" (ASTM : AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS).
- (Korcakova *et al.*, 2001)** Korcakova, L., Hald, J., and Somers, M.A.J. (2001). "Quantification of Laves phase particle size in 9CrW steel." *Materials Characterization* V.47, p.111–117.
- (Laboratoire LM3/MET-X)**, Laboratoire LM3/MET-X "Détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X."
- (Laha *et al.*, 1995)** Laha, K., Chandravathi, K.S., Rao, K.B.S., and Mannan, S.L. (1995). "Hot tensile properties of simulated heat-affected zone microstructures of 9Cr-1Mo weldment." *International Journal of Pressure Vessels and Piping* V.62, p.303–311.
- (Larson and Miller, 1952)** Larson, F.R., and Miller, J. (1952). "Time-temperature Relationships in Stress Rupture and Creep of Metals and Alloys." *Trans ASME* V.74, p.765–771.
- (Lee *et al.*, 2015)** Lee, K.-H., Hong, S.-M., Shim, J.-H., Suh, J.-Y., Huh, J.-Y., and Jung, W.-S. (2015). "Effect of Nb addition on Z-phase formation and creep strength in high-Cr martensitic heat-resistant steels." *Materials Characterization* V.102, p.79–84.
- (Li *et al.*, 2016)** Li, L., Silwal, B., and Deceuster, A. (2016). "Creep rates of heat-affected zone of grade 91 pipe welds as determined by stress-relaxation test." *International Journal of Pressure Vessels and Piping* V.146, p.95–103.

(**Li et al., 2009**) Li, Y., Hongo, H., Tabuchi, M., Takahashi, Y., and Monma, Y. (2009). "Evaluation of creep damage in heat affected zone of thick welded joint for Mod.9Cr–1Mo steel." *International Journal of Pressure Vessels and Piping* V.86, p.585–592.

(**Lodini and Baudin, 2012**) Lodini, A., and Baudin, T. (2012). "Rayonnement synchrotron, rayons X et neutrons au service des matériaux - Analyse des contraintes et des textures.", Edp Science.

(**M. Hantcherli, 2010**) M. Hantcherli (2010). "Influence d'éléments d'addition sur les transformations de la martensite revenue dans les aciers faiblement alliés.", Thèse de doctorat des Mines de Saint-Etienne.

(**Maleki, Zhang, et Nikbin 2010**) Maleki, Shervin, Yanhui Zhang, et Kamran Nikbin. 2010. "Prediction of Creep Crack Growth Properties of P91 Parent and Welded Steel Using Remaining Failure Strain Criteria ". *Engineering Fracture Mechanics* 77 (15) : 3035-42.

(**Maruyama, 2008**) Maruyama, K. (2008). "Fundamental aspects of creep deformation and deformation mechanism map." *Creep-Resistant Steels*, WOODHEAD PUBLISHING, Cambridge England, p.265-278.

(**Maruyama et al., 2001**) Maruyama, K., Sawada, K., and Koike, J.-I. (2001). "Strengthening Mechanisms of Creep Resistant Tempered Martensitic Steel.", *ISIJ International*, V.41, p.641–653.

(**Marzocca et al., 2015**) Marzocca, A.L., Lупpo, M.I., and Zalazar, M. (2015). "Identification of Precipitates in Weldments Performed in an ASTM A335 Gr P91 Steel by the FCAW Process." *Procedia Materials Science* V.8, p.894–903.

(**Masuyama, 2001**) Masuyama, Fujimitsu. 2001. "History of Power Plants and Progress in Heat Resistant Steels ". *ISIJ International* 41 (6), p.612-625.

(**Mayer et Masuyama, 2008**) Mayer, K.-H., and Masuyama, F. (2008). "The development of creep-resistant steels.", *Creep-Resistant Steels*, WOODHEAD PUBLISHING, Cambridge England, p.15-77.

(**McGehee et Coleman, 2003**) McGehee, A., and Coleman, K. (2003). "Effect of Normalization and Temper Heat Treatment on P91 Weldment Properties" (Technical report EPRI).

(**Merchant, 2015**) Merchant, S. (2015). "A review of effect of welding and post weld heat treatment on microstructure and mechanical properties of Grade 91 steel." *International Journal of Research in Engineering and Technology* V.04, p.574–580.

**(Mohamed et Langdon, 1974)** Mohamed, F.A., and Langdon, T.G. (1974). "Deformation mechanism maps based on grain size." *Metallurgical Transactions V.5*, p.2339–2345.

**(Morito et al., 2003)** Morito, S., Tanaka, H., Konishi, R., Furuhashi, T., and Maki, T. (2003). "The morphology and crystallography of lath martensite in Fe-C alloys." *Acta Materialia V.51*, p.1789–1799.

**(Morito et al., 2006)** Morito, S., Huang, X., Furuhashi, T., Maki, T., and Hansen, N. (2006). "The morphology and crystallography of lath martensite in alloy steels." *Acta Materialia V.54*, p.5323–5331.

**(Mukherjee et al., 1968)** Mukherjee, A.K., Bird, J.E., and Dorn, J.E. (1968). "Experimental correlation for high-temperature creep.", University of California.

**(Mythili et al., 2003)** Mythili, R., Thomas Paul, V., Saroja, S., Vijayalakshmi, M., and Raghunathan, V.S. (2003). "Microstructural modification due to reheating in multipass manual metal arc welds of 9Cr–1Mo steel." *Journal of Nuclear Materials V.312*, p.199–206.

**(Nabarro, 2001)** Nabarro, F.R.N. (2001). "Creep Mechanisms in Crystalline Solids." In *Encyclopedia of Materials : Science and Technology*, (Elsevier), pp. 1788–1795.

**(Nabarro and Villiers, 1995)** Nabarro, F.R.N., and Villiers, H.L. de (1995). "The physics of creep : creep and creep resistant alloys." (London ; Taylor & Francis).

**(NF EN 10028-2, 2009)** NF EN 10028-2 (2009). "Produits plats en aciers pour appareils à pression."

**(NF EN ISO 204, 2009)** NF EN ISO 204 (2009). "Essai de fluage uniaxial en traction."

**(Ogata et al., 2009)** Ogata, T., Sakai, T., and Yaguchi, M. (2009). "Damage characterization of a P91 steel weldment under uniaxial and multiaxial creep." *Materials Science and Engineering A V.510–511*, p.238–243.

**(Ogata et al., 2010)** Ogata, T., Sakai, T., and Yaguchi, M. (2010). "Damage assessment method of P91 steel welded tube under internal pressure creep based on void growth simulation." *International Journal of Pressure Vessels and Piping, V.87*, p.611-616.

**(Ogata, Sakai, et Yaguchi 2011)** Ogata, Takashi, Takayuki Sakai, et Masatsugu Yaguchi. (2011). "Modelling of Creep Damage in High Temperature Component Life Assessment ". *Materials at High Temperatures 28 (2) : 147-54*.



**(Panait et al., 2010a)** Panait, C.G., Zielinska-Lipiec, A., Koziel, T., Czyska-Filemonowicz, A., Gourgues-Lorenzon, A.F., and Bendick, W. (2010). "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*, V.527 p.4062–4069.

**(Panait et al., 2010b)** Panait, C.G., Bendick, W., Fuchsmann, A., Gourgues-Lorenzon, A.F., and Besson, J. (2010). "Study of the microstructure of the Grade 91 steel after more than 100,000 h of creep exposure at 600° C." *International Journal of Pressure Vessels and Piping* V.87, p.326–335.

**(Pandey et al., 2017)** Pandey, C., Narang, H.K., Saini, N., Mahapatra, M.M., and Kumar, P. (2017). "Microstructure and transverse shrinkage stress analysis in GTA welds of P91 steel pipe." *International Journal of Steel Structures* V.17, p.763–774.

**(Pantleon, 2008)** Pantleon, W. (2008). "Resolving the geometrically necessary dislocation content by conventional electron backscattering diffraction." *Scripta Materialia* V.58, p.994–997.

**(Parker, 2013)** Parker, J. (2013). "Life management of creep strengthened ferritic steels in boilers and piping." *Energy Materials* V.2, p.95–103.

**(Parker et Siefert, 2013)** Parker, J., and Siefert, J. (2013). "Evaluation of options for weld repair of grade 91 piping and components : metallographic characterisation.", *Science and Technology of Welding and Joining* 2013 V.18 (6) p.507-517.

**(Pesicka et al., 2003)** Pešička, J., Kuzel, R., Dronhofer, A., and Eggeler, G. (2003). "The evolution of dislocation density during heat treatment and creep of tempered martensite ferritic steels." *Acta Materialia* V.51, p.4847–4862.

**(Reed et Bhadeshia, 1994)** Reed, R.C., and Bhadeshia, H.K.D.H. (1994). "A simple model for multipass steel welds." *Acta Metallurgica et Materialia* V.42, p.3663–3678.

**(Riedel, 1987)** Riedel, H. (1987). "Fracture at high temperatures." (Place of publication not identified : Springer).

**(Ruano et Sherby, 1988)** Ruano, O.A., and Sherby, O.D. (1988). "On constitutive equations for various diffusion-controlled creep mechanisms." *Revue de Physique Appliquée* V.23, p.625–637.

**(Saint-Antonin, 1995)** Saint-Antonin, F. (1995). "Essais de fluage", *Techniques de l'ingénieur*, ref : M140 V3.

- (**Seo *et al.*, 2020**) Seo, W.-G., Suh, J.-Y., Shim, J.-H., Lee, H., Yoo, K., and Choi, S.-H. (2020). "Effect of post-weld heat treatment on the microstructure and hardness of P92 steel in IN740H/P92 dissimilar weld joints." *Materials Characterization* V.160.
- (**Sherby *et al.*, 1957**) Sherby, O.D., Lytton, J.L., and Dorn, J.E. (1957). "Activation energies for creep of high-purity aluminium." *Acta Metallurgica* V.5, p.219-227.
- (**Shinya *et al.*, 2006**) Shinya, N., Kyono, J., and Kushima, H. (2006). "Creep Fracture Mechanism Map and Creep Damage of Cr–Mo–V Turbine Rotor Steel." *ISIJ International* V.46, p.1516–1522.
- (**Shrestha *et al.*, 2016**) Shrestha, T., Basirat, M., Alsagabi, S., Sittiho, A., Charit, I., and Potirniche, G.P. (2016). "Creep rupture behavior of welded Grade 91 steel." *Materials Science and Engineering : A* V.669, p.75–86.
- (**Siefert *et Parker*, 2016**) Siefert, J.A., and Parker, J.D. (2016). "Evaluation of the creep cavitation behavior in Grade 91 steels." *International Journal of Pressure Vessels and Piping* V.138, p.31–44.
- (**Sireesha *et al.*, 2001**) Sireesha, M., Albert, S.K., and Sundaresan, S. (2001). "Microstructure and Mechanical Properties of Weld Fusion Zones in Modified 9Cr-1Mo Steel." *Journal of Materials Engineering and Performance* V.10, p.320–330.
- (**Sklenicka *et al.*, 2003**) Sklenicka, V., Kucharova, K., Svoboda, M., Kloc, L., Bursik, J., and Kroupa, A. (2003). "Long-term creep behavior of 9-12%Cr power plant steels.", *Materials Characterization*, V.51 p.35–48.
- (**Strang and Vodarek, 1996**) Strang, A., and Vodarek, V. (1996). "Z phase formation in martensitic 12CrMoVNb steel.", *Materials Science and Technology*, V.12, p.552-556.
- (**Sun *et al.*, 2019**) Sun, C., Müller, E., Meffert, M., and Gerthsen, D. (2019). "Analysis of crystal defects by scanning transmission electron microscopy (STEM) in a modern scanning electron microscope." *Advanced Structural and Chemical Imaging* V.5.
- (**Tamura *et al.*, 1988**) Tamura, M., Hayakawa, H., Yoshitake, A., Hishinuma, A., and Kondo, T. (1988). "Phase stability of reduced activation ferritic steel : 8%Cr-2%W-0.2%V-0.04%Ta-Fe." *Journal of Nuclear Materials* V.155–157, p.620–625.
- (**Taylor *et Guesnier*)** Taylor, B., and Guesnier, A. "Metallographie des soudures : Application Notes."

**(VALLOUREC & MANNESMANN TUBES)** VALLOUREC & MANNESMANN TUBES  
"The T91/P91 Book."

**(VGB TW 507, 2005)** VGB TW 507 (2005). "Microstructure Rating Charts for Evaluating the Microstructure and Creep Damage of High-Temperature Steels for High-Pressure Piping and Boiler Components."

**(Vidyarthy et Dwivedi, 2018)** Vidyarthi, R.S., and Dwivedi, D.K. (2018). "Microstructural and mechanical properties assessment of the P91 A-TIG weld joints." *Journal of Manufacturing Processes* V.31, p.523–535.

**(Vivier, 2009)** Vivier, F. (2009). "Fluage à 500°C d'un joint soudé d'un acier 9Cr-1Mo modifié. Evolution de la microstructure et comportement mécanique." Thèse. École Nationale Supérieure des Mines de Paris.

**(Wang et al., 2016)** Wang, Y., Kannan, R., and Li, L. (2016). "Characterization of as-welded microstructure of heat-affected zone in modified 9Cr–1Mo–V–Nb steel weldment." *Materials Characterization* V.118, p.225–234.

**(Watanabe et al., 2006)** Watanabe, T., Tabuchi, M., Yamazaki, M., Hongo, H., and Tanabe, T. (2005). "Creep damage evaluation of 9Cr–1Mo–V–Nb steel welded joints showing Type IV fracture." *International Journal of Pressure Vessels and Piping* V.83, p.63–71.

**(Wright et al., 2011)** Wright, Stuart I., Matthew M. Nowell, et David P. Field. (2011). "A Review of Strain Analysis Using Electron Backscatter Diffraction". *Microscopy and Microanalysis* V.17, p.316-29.

**(Wu et al., 2004)** Wu, R., Sandstrom, R., and Seitisleam, F. (2004). "Influence of Extra Coarse Grains on the Creep Properties of 9 Percent CrMoV (P91) Steel Weldment." *Journal of Engineering Materials and Technology* V.126, p.87–94.

**(Yamada et al., 2001)** Yamada, K., Igarashi, M., Muneki, S., and Abe, F. (2001). "Creep properties affected by morphology of MX in high-Cr ferritic steels.", *ISIJ International*, V.41, pp. S116-S120

**(Yin et Faulkner, 2008)** Yin, Y., and Faulkner, R.G. (2008). "Physical and elastic behaviour of creep-resistant steels." *Creep-Resistant Steels*, WOODHEAD PUBLISHING, Cambridge England, p.217-239.

**(Yin et al., 2017)** Yin, Xiang-Qian, Chan-Hee Park, Yan-Feng Li, Wen-Jun Ye, Yu-Ting Zuo,

Sang-Won Lee, Jong-Taek Yeom, et Xu-Jun Mi. (2017). "Mechanism of Continuous Dynamic Recrystallization in a 50Ti-47Ni-3Fe Shape Memory Alloy during Hot Compressive Deformation". Journal of Alloys and Compounds 693, p.426-31.

**(Yoshizawa *et al.*, 2008)** Yoshizawa, M., Igarashi, M., Moriguchi, K., Iseda, A., Armaki, H.G., and Maruyama, K. (2008). "Effect of precipitates on long-term creep deformation properties of P92 and P122 type advanced ferritic steels for USC power plants.", Materials Science and Engineering A V.510–511 p.162–168.

**(Zhang *et al.*, 1991)** Zhang, J.G., Noble, F.W., and Eyre, B.L. (1991). "Comparison of effects of aging on fracture of 9Cr–1 Mo and 2·25Cr–1 Mo steel Part 2 Non-standard microstructures." Materials Science and Technology V.7, p.315–320.

**Zhang *et al.*, 2020**Zhang, Wei, Xue Wang, Yiyu Wang, Xinghua Yu, Yanfei Gao, et Zhili Feng. 2020. " Type IV Failure in Weldment of Creep Resistant Ferritic Alloys : I. Micromechanical Origin of Creep Strain Localization in the Heat Affected Zone ". Journal of the Mechanics and Physics of Solids V.134, 103774.

**(" La soudabilité des aciers ", 2004)** (2004). "La soudabilité des aciers." p.16.

**(site internet)** [http ://www.outiland.fr/le-poste-a-souder-a-l-arc-mma-mag-mig-tig.html](http://www.outiland.fr/le-poste-a-souder-a-l-arc-mma-mag-mig-tig.html).  
[https ://www.weldx.com/informations-techniques-soudage.html](https://www.weldx.com/informations-techniques-soudage.html)





# Annexe A : Analyses complémentaires sur le métal de base en Grade 91.

*Dans cette Annexe, deux études complémentaires sur le métal de base sont présentées. La première est une étude comparative du métal de base brut de livraison et le métal de base détensionné après le procédé de soudage. La deuxième étude présente les analyses cristallographiques des précipités  $M_{23}C_6$ ,  $V(C, N)$  et  $Nb(C, N)$ . Dans un premier temps, le rôle de chaque élément du Grade 91 est présenté.*

## Sommaire

---

A.1	Rôle des éléments composant le Grade 91 . . . . .	232
A.2	Comparaison du métal de base dans son état pré et post-soudage. .	234
A.3	Caractérisation des précipités au MET . . . . .	235

---

## A.1 Rôle des éléments composant le Grade 91

Le rôles des éléments principaux du Grade 91 ont été présentés dans le Chapitre I, paragraphe 1.1.1. Le rôle des éléments secondaires est expliqué dans cette section :

**Le Nickel (Ni)** est un élément gamma-gène qui diminue les températures de transformations austénitique  $AC_1$  et martensitique  $M_s$ , si sa teneur dépasse 1.5%. Il est préférable d'avoir une teneur en nickel comprise entre 0.1 et 1.5%.

**Le Cuivre (Cu)**, élément gamma-gène, diminue la température  $AC_1$  et permet d'améliorer la formabilité du matériau. L'inconvénient du cuivre est qu'il favorise la précipitation de certaines phases de Laves.

**Le Phosphore (P)** et **le Soufre (S)** sont des impuretés néfastes qui doivent être contrôlées. Elles ont tendance à ségréger aux joints de grains, fragilisant le matériau et favorisant la fissuration à chaud. Leurs teneurs respectives ne doivent pas excéder 0.03% et 0.015%.

**Le Manganèse (Mn)**, élément gamma-gène, limite la fissuration à chaud. Le manganèse possède une grande affinité pour le soufre, permettant la création d'inclusions de sulfure de manganèse, MnS. Ce type d'inclusions se dissout vers 1600°C et évite ainsi la ségrégation du soufre au niveau des joints de grains. Une trop forte teneur en manganèse réduit la ténacité de l'acier. Il est préférable d'avoir une concentration entre 0.1 et 1%.

**L'azote (N)**, élément gamma-gène, est important pour la résistance au fluage et l'amélioration de la ténacité. Il participe à la formation des nitrures et des carbo-nitrures. Sa teneur doit être supérieure à 0.01 % pour obtenir des nitrures mais inférieure à 0.12% pour ne pas favoriser leur coalescence. Il est préférable d'avoir une teneur entre 0.04 et 0.08%.

Le Tableau A.1 établit un parallèle entre les aspects positifs et les aspects négatifs des éléments d'alliage du Grade 91 (Maruyama *et al.*, 2001).



Element	Merit	Demerit
C	Necessary to make $M_{23}C_6$ and NbC.	
Cr	Improve oxidation resistance. Lower $M_s$ . Raise $A_1$ . Main element of $M_{23}C_6$ .	Increase $D$ .
Cu	Suppress $\delta$ -ferrite.	Promote precipitation of $Fe_2M$ .
Mn		Increase $D$ and reduce creep strength. Lower $A_1$ . Promote $M_6C$ precipitation.
Mo	Lower $M_s$ . Raise $A_1$ . Solid solution hardening.	Accelerate growth of $M_{23}C_6$ .
N	Necessary to make VN.	
Nb	Form MX and contribute to strengthening.	Promote precipitation of Z phase.
Ni		Increase $D$ and reduce creep strength. Lower $A_1$ .
Si	Improve oxidation resistance.	Increase $D$ and reduce creep strength.
V	Form MX and contribute to strengthening.	

FIGURE A.1 – Résumé du rôle de chaque élément des aciers ferritiques à fort taux de chrome (Maruyama *et al.*, 2001).

## A.2 Comparaison du métal de base dans son état pré et post-soudage.

Le métal de base, après le procédé de soudage, subit des traitements thermiques supplémentaires par rapport au métal de base brut de livraison, notamment le traitement thermique de détensionnement. L'objectif de cette partie est de comparer le métal de base, brut de livraison, avec le métal de base après soudage et traitement thermique ultérieur, afin de déterminer globalement les différences au niveau de la microstructure et des propriétés mécaniques.

En comparant les micrographies optiques et MEB de l'état brut et détensionné (Figure A.2), il ne semble pas y avoir de modifications majeures de la microstructure. D'après Vivier, un léger grossissement des sous-grains avec le traitement thermique est à noter pour le métal de base détensionné, (Vivier, 2009).

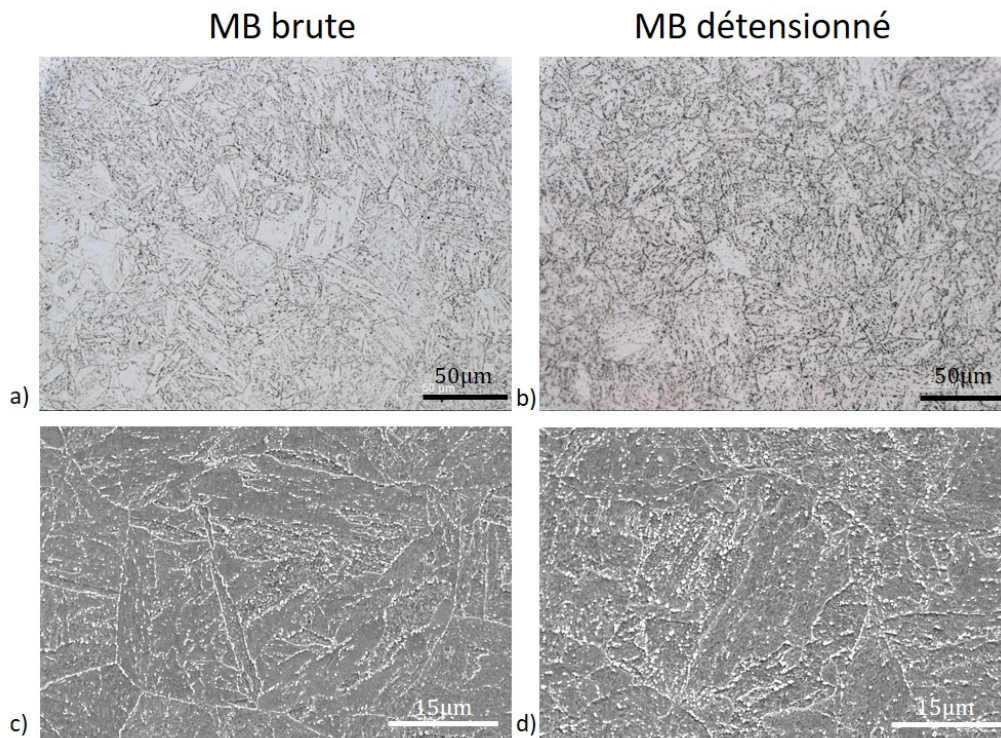


FIGURE A.2 – Mise en parallèle entre les microstructures de l'état brut de livraison et l'état détensionné, micrographies respectivement a) et b) obtenues en microscope optique et c) et d) obtenues en microscope électronique à balayage.

Des filiations de micro-dureté HV1, ont été faites sur le métal de base réceptionné avant et après soudage, (Figure A.3). Une diminution de la dureté du métal de base est observée après soudage, passant d'environ 205 HV1 à 175 HV1. Ainsi, la microstructure du métal de base subit un adoucissement, dû en partie au traitement de détensionnement PWHT, comme l'ont observé certains auteurs dans la littérature, (Abd El-Azim, Nasreldin, et al. 2013).

Néanmoins, le traitement de détensionnement ne semble pas avoir d'influence majeure sur l'évolution des précipités ainsi que sur la densité de dislocations, d'après certains auteurs (Kalck, 2013 ; Vivier, 2009).

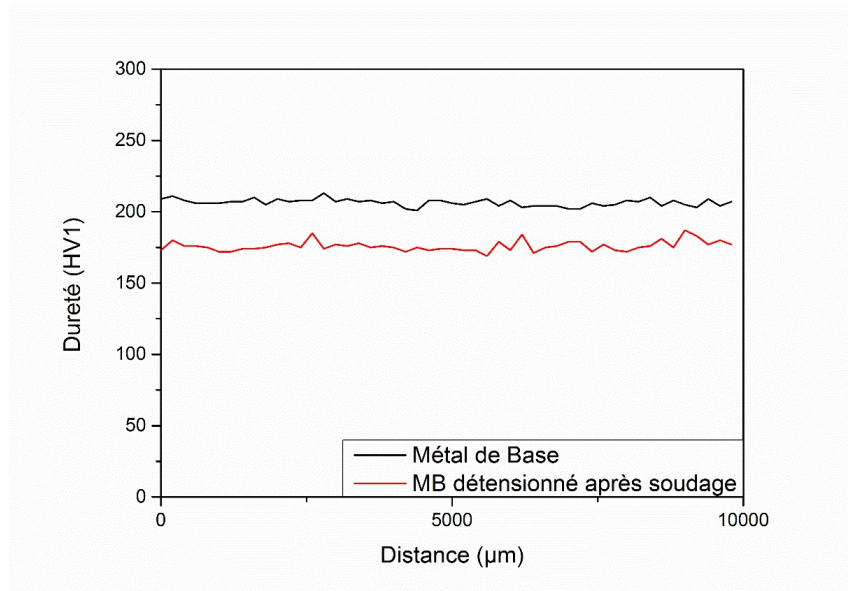


FIGURE A.3 – Comparaison des filiations de micro-dureté entre les états brute et détensionné du Grade 91.

### A.3 Caractérisation des précipités au MET

Cette partie est une étude complémentaire sur la caractérisation des précipités du Grade 91, présentée dans le Chapitre 3, paragraphe 3.1.4. Les analyses ont été réalisées au MET sur les précipités  $M_{23}C_6$ ,  $V(C, N)$  et  $Nb(C, N)$ .

Concernant les  $M_{23}C_6$ , 3 clichés de diffraction ont été obtenus en mode SAED (Figure A.5) suivant les axes de zone primaires [001], [111] et [110]. Les clichés ont été simulés avec le logiciel CaRIne©. Le paramètre de maille déduit à partir de ces 3 clichés de diffraction est compris entre 10.70 Å et 10.88 Å.

L'utilisation du mode STEM (STEM pour Scanning Transmission Electron Microscopy) en MET permet de balayer la surface de l'échantillon et d'obtenir une résolution équivalente à la taille de la sonde. Ainsi, avec ce mode d'image, il est possible de visualiser la projection de colonnes atomiques des phases observées, suivant une direction donnée. Ce procédé a été utilisé sur trois particules de  $M_{23}C_6$  orientés suivant les trois axes de zone primaires [001],[111] et [110]. La position des atomes a ensuite été simulé avec le logiciel Vesta©.

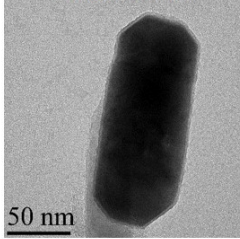
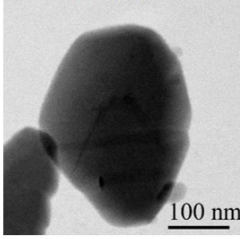
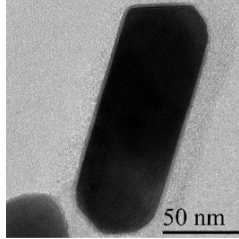
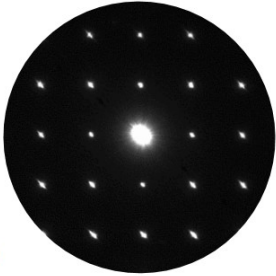
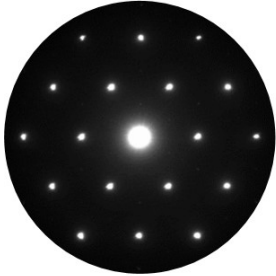

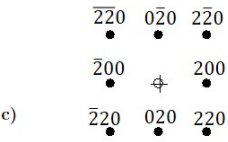
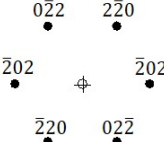
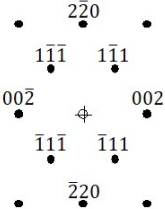
[001]	[111]	[110]
<p><math>M_{23}C_6</math> [001]</p>  <p>a) 50 nm</p>	<p><math>M_{23}C_6</math> [111]</p>  <p>100 nm</p>	<p><math>M_{23}C_6</math> [110]</p>  <p>50 nm</p>
<p>b)</p>  <p><math>a = 10.88 \pm 0.08 \text{ \AA}</math></p>	<p>b)</p>  <p><math>a = 10.75 \pm 0.1 \text{ \AA}</math></p>	<p>b)</p>  <p><math>a = 10.70 \pm 0.08 \text{ \AA}</math></p>
<p>c)</p> 	<p>c)</p> 	<p>c)</p> 

FIGURE A.4 – a) Micrographies en champ clair (Bright Field) en MET de carbures  $M_{23}C_6$  à partir d'une réplique extractive de carbone, b) Clichés de diffraction obtenus suivant les axes de zone primaires [001],[111] et [110], c) Simulations avec le logiciel CaRIne© des axes de zone correspondants.

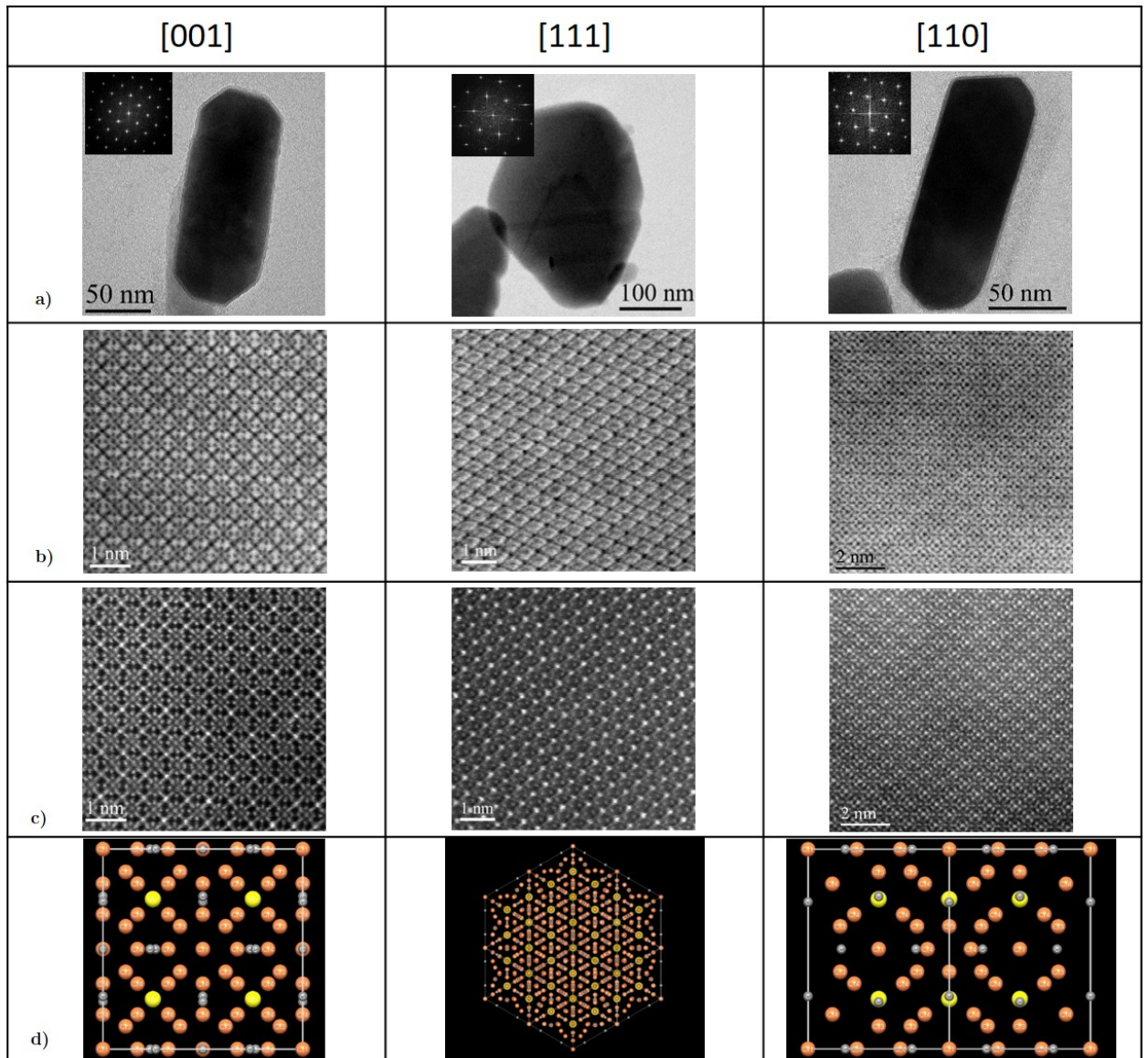


FIGURE A.5 – Analyse STEM des précipités  $M_{23}C_6$  orientés suivant les axes de zone [001],[111] et [110]. a) Micrographies HRTEM, b) Micrographies champ clair (Bright Field) en mode STEM, c) Micrographies HAADF en mode STEM, d) Simulation avec le logiciel Vesta® de la position des atomes. Les atomes de molybdène apparaissent en jaune et ceux de chrome en orange.

Cette analyse a été ensuite reproduite pour les carbonitrides V(C, N) (Figure A.6) et Nb(C, N) (Figure A.7) suivant l'axe de zone [001].

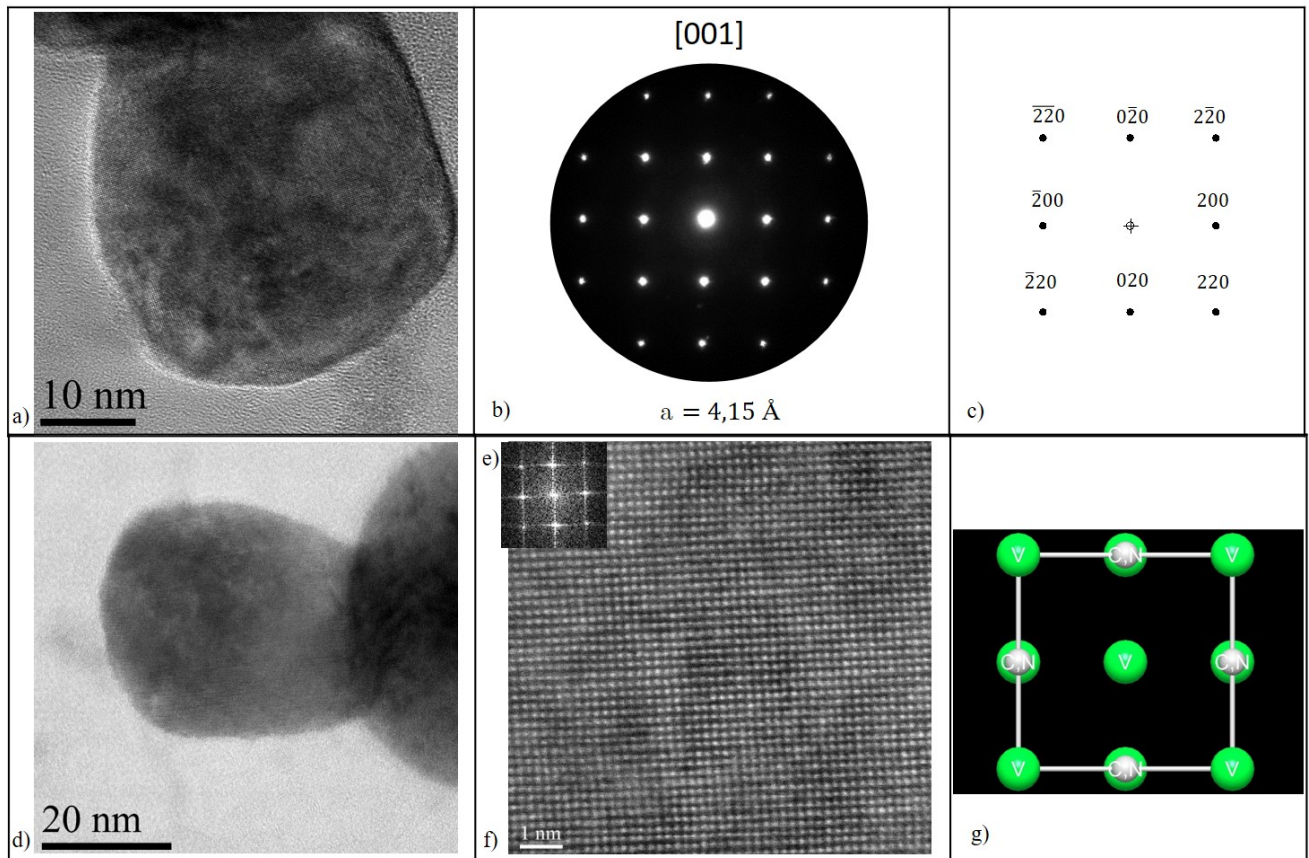


FIGURE A.6 – a) et d) Micrographies champ clair (Bright Field) HRTEM, b) Cliché de diffraction obtenu suivant l'axes de zone [001], c) Simulation avec le logiciel CaRIne©de l'axe de zone correspondant, f) Micrographie HAADF en mode STEM, e) FFT de l'image HAADF, g) Simulation avec le logiciel Vesta© de la position des atomes.

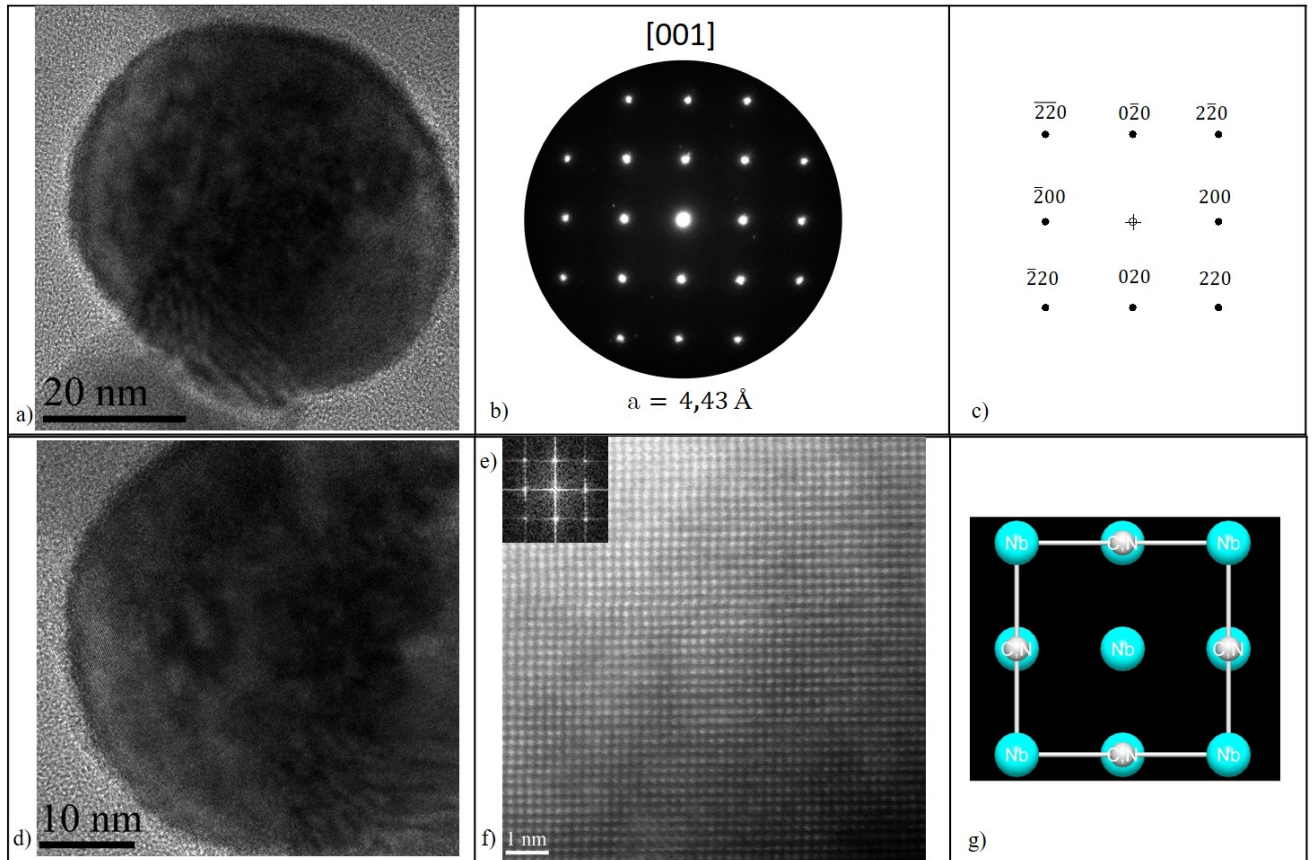


FIGURE A.7 – a) et d) Micrographies champ clair (Bright Field) HRTEM, b) Cliché de diffraction obtenu suivant l'axes de zone [001], c) Simulation avec le logiciel CaRIne© de l'axe de zone correspondant, f) Micrographie HAADF en mode STEM, e) FFT de l'image HAADF, g) Simulation avec le logiciel Vesta© de la position des atomes.

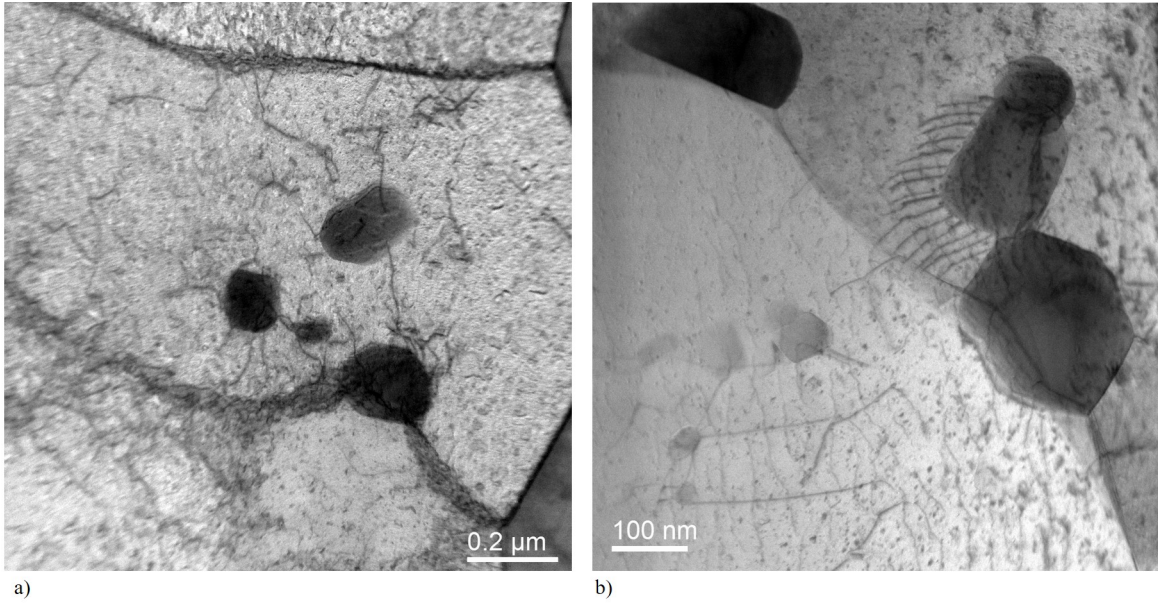


FIGURE A.8 – Micrographie MET en champ clair sur des lames FIB dans le Grade 91, montrant le phénomène de pincement des précipités.



# Annexe B : Mécanismes de déformation en fluage

## Sommaire

---

<b>B.1</b>	<b>Etat de l'art des mécanismes de déformation en fluage . . . . .</b>	<b>242</b>
B.1.1	Le fluage diffusion . . . . .	242
B.1.2	Le fluage dislocations . . . . .	244
<b>B.2</b>	<b>Analyse de la striction . . . . .</b>	<b>247</b>
<b>B.3</b>	<b>Analyse des cavités en tomographie X . . . . .</b>	<b>248</b>

---

## B.1 Etat de l'art des mécanismes de déformation en fluage

Certains auteurs, (Mukherjee *et al.*, 1968; Ruano et Sherby, 1988; Amin *et al.*, 1970; Mohamed et Langdon, 1974; Maruyama 2008) suggèrent une forme semi-empirique de la vitesse de déformation en fluage secondaire, donnée par :

$$\dot{\epsilon} = \left(\frac{ADGb}{kT}\right) \cdot \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \cdot \left(\frac{b}{d}\right)^p \quad (\text{B.1})$$

avec,

- A, n, p des constantes dépendantes du matériau et du mécanisme de déformation en fluage,
- D le coefficient de diffusion,
- k la constante de Boltzman,
- $\sigma$  la contrainte appliquée,
- d la taille de grains,
- G le module de cisaillement,
- b le vecteur de Burgers.

Cette relation est valable pour plusieurs mécanismes de fluage dont le fluage de diffusion et le fluage dislocations.

### B.1.1 Le fluage diffusion

Le Fluage diffusion opère pour des températures élevées, généralement supérieures à  $0,7T_f$ , dont l'énergie d'activation est gérée par le coefficient d'auto-diffusion. La déformation en fluage est due à la diffusion des lacunes dans le réseau ou le long des joints de grains. Le fluage diffusion peut être défini par deux mécanismes principaux, le fluage Coble et le fluage Nabarro-Herring.

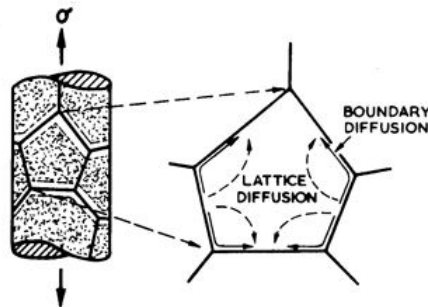


FIGURE B.1 – Illustration du fluage diffusion, par la diffusion de lacunes dans le grain et le long des joints de grains, (Frost et Ashby, 1982).

Le fluage de Coble correspond à la diffusion intergranulaire, c'est-à-dire à la diffusion d'atomes

et de lacunes au niveau des joints de grains. Ce fluage intervient pour les températures les plus basses de ce domaine. Comme l'illustre la Figure B.1, les atomes vont diffuser des zones en compression vers les zones en traction. Pour ce fluage, plus la taille des grains est grande, moins il y a de joints de grains, moins il y a de diffusion donc plus la vitesse de fluage diminue. Ce fluage peut être modélisé par la loi (Coble, 1963) :

$$\dot{\epsilon} = \left(\frac{ADGb}{kT}\right) \cdot \left(\frac{\sigma}{G}\right) \cdot \left(\frac{b}{d}\right)^3 \quad (\text{B.2})$$

$$\dot{\epsilon} = \left(\frac{ADb\Omega\sigma}{kTd^3}\right) \quad (\text{B.3})$$

avec,

- $d$  la taille de grain (m),
- $D$  le coefficient d'autodiffusion dans les joints de grains ( $m^2 \cdot s^{-1}$ ),
- $\Omega$  le volume atomique ( $m^3$ ).

Cette relation illustre la forte dépendance du fluage de Coble envers la taille des grains.

Le fluage de Nabarro-Herring correspond à la diffusion intragranulaire, c'est-à-dire à la diffusion d'atomes et de lacunes dans le volume. Ce fluage intervient pour des températures plus élevées. Comme il est représenté sur la Figure B.1, les atomes diffusent de l'intérieur du cristal en compression, vers la surface en traction. Ce fluage peut être modélisé par la loi ci-dessous (Nabarro, 2001 ; Herring, 1950) :

$$\dot{\epsilon} = \left(\frac{ADGb}{kT}\right) \cdot \left(\frac{\sigma}{G}\right) \cdot \left(\frac{b}{d}\right)^2 \quad (\text{B.4})$$

$$\dot{\epsilon} = \frac{AD\Omega\sigma}{kTd^2} \quad (\text{B.5})$$

avec,

- $d$  la taille de grain (m),
- $D$  le coefficient d'autodiffusion ( $m^2 \cdot s^{-1}$ ),
- $\Omega$  le volume atomique ( $m^3$ ).

Cette loi illustre une dépendance envers la taille des grains moins importante que celle évoquée pour le fluage de Coble.

Le glissement aux joints de grains intervient à la suite du fluage diffusion de type Nabarro-Herring et Coble afin d'accommoder la déformation. Lorsque les grains ont été étirés, ils peuvent glisser le long de joints communs. Dans ces conditions, aucune formation de cavités grossières n'est observée, simplement quelques trous aux points triples. Les auteurs modélisent le mécanisme contrôlé par la diffusion aux joints de grains par la loi suivante, (Hertzberg, 1996 ; Ruano et Sherby, 1988 ; Fiala *et al.*, 1991) :

$$\dot{\epsilon} = \left(\frac{ADGb}{d^3}\right) \cdot \left(\frac{\sigma}{G}\right)^2 \quad (\text{B.6})$$

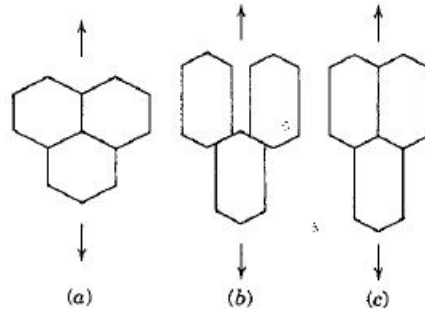


FIGURE B.2 – Illustration du mécanisme de glissement des grains pendant le fluage (Hertzberg, 1996).

### B.1.2 Le fluage dislocations

À des températures et contraintes relativement élevées, le phénomène mis en jeu est appelé le fluage dislocations ou le fluage en loi puissance. La déformation est assurée par le mouvement des dislocations. La loi de déformation prend la forme ci-dessous (Mohamed et Langdon, 1974 ; Ashby, 1972 ; Hertzberg, 1996) :

$$\dot{\epsilon} = \left( \frac{ADGb}{kT} \right) \cdot \left( \frac{\sigma}{G} \right)^{3-10} \quad (\text{B.7})$$

avec,

- $b$  le vecteur de Burgers des dislocations libres (m),
- $D$  le coefficient d'autodiffusion ( $m^2 \cdot s^{-1}$ ),
- $\Omega$  le volume atomique ( $m^3$ ),
- $k$  la constante de Boltzmann ( $1,381 \cdot 10^{-23} J \cdot K^{-1}$ ),
- $G$  le module de cisaillement (MPa).

D'après ce modèle, la contrainte possède une forte influence sur la vitesse de déformation par le fluage dislocation mais il n'y a pas de dépendance envers la taille des grains. L'exposant de la contrainte est variable suivant les obstacles influençant le mouvement des dislocations (précipités, lacunes, dislocations, etc.).

Plusieurs mécanismes peuvent intervenir dans ce domaine de fluage. Chaque mécanisme de fluage fonctionne indépendamment, ce qui implique que les exposants sur la contrainte augmentent avec la contrainte. Mais ce n'est pas toujours le cas, il n'est pas impossible qu'un mécanisme de fluage mène à une loi de fluage avec un exposant plus faible à fortes contraintes. Ainsi, les mécanismes et les exposants sont difficiles à prédire.

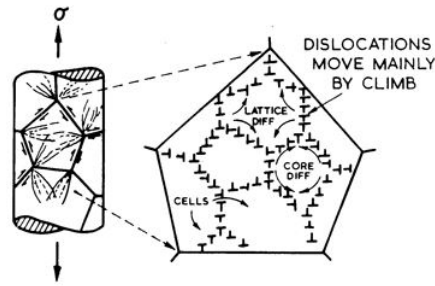


FIGURE B.3 – Illustration de l’organisation en cellules de dislocations lors du fluage dislocation, (Frost et Ashby, 1982).

Plusieurs modèles expliquent le fluage en loi puissance, dont un des premiers utilise le mécanisme de restauration.

Bailey explique que, pendant le fluage stationnaire (stade II), le durcissement structural, issu de la déformation en fluage, est continûment annihilé par la restauration. Le régime stationnaire est donc défini par une densité de dislocations constante avec un équilibre entre le durcissement écrouissage (formation de dislocations) et la restauration (annihilation des dislocations). La formule de Bailey-Orowan définit le phénomène de restauration par (Bailey, 1926) :

$$d\sigma = -r \cdot dt + h \cdot d\epsilon \quad (\text{B.8})$$

avec,  $r$  le taux de restauration et  $h$  la taux de durcissement écrouissage.

Les auteurs observent que les taux de restauration/durcissement du régime stationnaire sont supérieurs à ceux obtenus lors d’essais de traction.

Nabarro, (Nabarro and Villiers, 1995) explique ce phénomène par la polygonisation, organisation des dislocations en cellules de dislocations. Les parois des cellules possèdent une forte densité de dislocations alors que l’intérieur des cellules contient une faible densité. Les parois des cellules produisent une grande résistance au mouvement des dislocations. De plus, l’auteur suppose que les dislocations sont générées à l’intérieur des cellules et sont annihilées sur les parois. Ainsi, les glissements des dislocations sont piégés dans les parois des cellules, (Gan, 1982 ; Nabarro and Villiers, 1995).

À plus haute température et contrainte, les mécanismes du fluage, d’après Nabarro (Nabarro and Villiers, 1995), ne sont pas clairement définis. Ils seraient contrôlés par l’auto-diffusion.

Ainsi, il est possible d’observer le phénomène de montée des dislocations. Ce phénomène, thermiquement activé, se produit lorsque les dislocations changent de plan de glissement pour pouvoir contourner des obstacles. Il y a également la formation de sous-structures en cellules de dislocations, avec une compétition entre la production de dislocation et leur annihilation, (Figure B.3). Le fluage contrôlé par la diffusion possède un exposant  $n=3$ . S’il y avait un taux de durcissement et de restauration équivalents, l’exposant  $n$  devrait être équivalent à 3. Or des auteurs mesurent expérimentalement des exposants plus élevés (4-5). Nabarro explique que les glissements des dislocations peuvent traverser plusieurs parois de cellules avant d’être piégées. Or, les parois

des cellules deviennent plus minces à mesure que la contrainte augmente, ainsi, le nombre de dislocations traversant des parois cellulaires avant d'être annihilées augmente à mesure que les parois s'amincissent. Ainsi,  $n$  dépasse la valeur théorique de 3 car le libre parcours moyen des dislocations dans la structure d'équilibre augmente avec la contrainte, (Nabarro and Villiers, 1995).

A faible contrainte, un troisième mécanisme, rapporté par certains auteurs et connu sous le nom de fluage Harper-Dorn, peut apparaître. Ce mécanisme est contrôlé par la montée des dislocations. Toutefois, il est défini par une énergie d'activation égale à celle de la diffusion des lacunes, par une densité de dislocations indépendante de la contrainte et par une indépendance envers la taille de grains. Ce mécanisme permet également la formation de sous-joints de grains. Il a été déterminé pour les alliages d'aluminium, mais il est également visible pour d'autres métaux. Il est modélisé par la loi B.1, avec  $n$  égal à 1 et  $p$  égal à 0, (Fiala *et al.*, 1991 ; Harper *et al.*, 1958 ; Kassner *et al.*, 2007) :

$$\dot{\epsilon} = \left( \frac{ADGb}{kT} \right) \cdot \left( \frac{\sigma}{G} \right) \quad (\text{B.9})$$

$$\dot{\epsilon} = \left( \frac{ADb\sigma}{kT} \right) \quad (\text{B.10})$$

## B.2 Analyse de la striction

L'évolution de la striction a été réalisée sur l'ensemble des échantillons de l'étude à la binoculaire. Les résultats ont été décrits dans le Chapitre 4, au paragraphe 4.1.2.

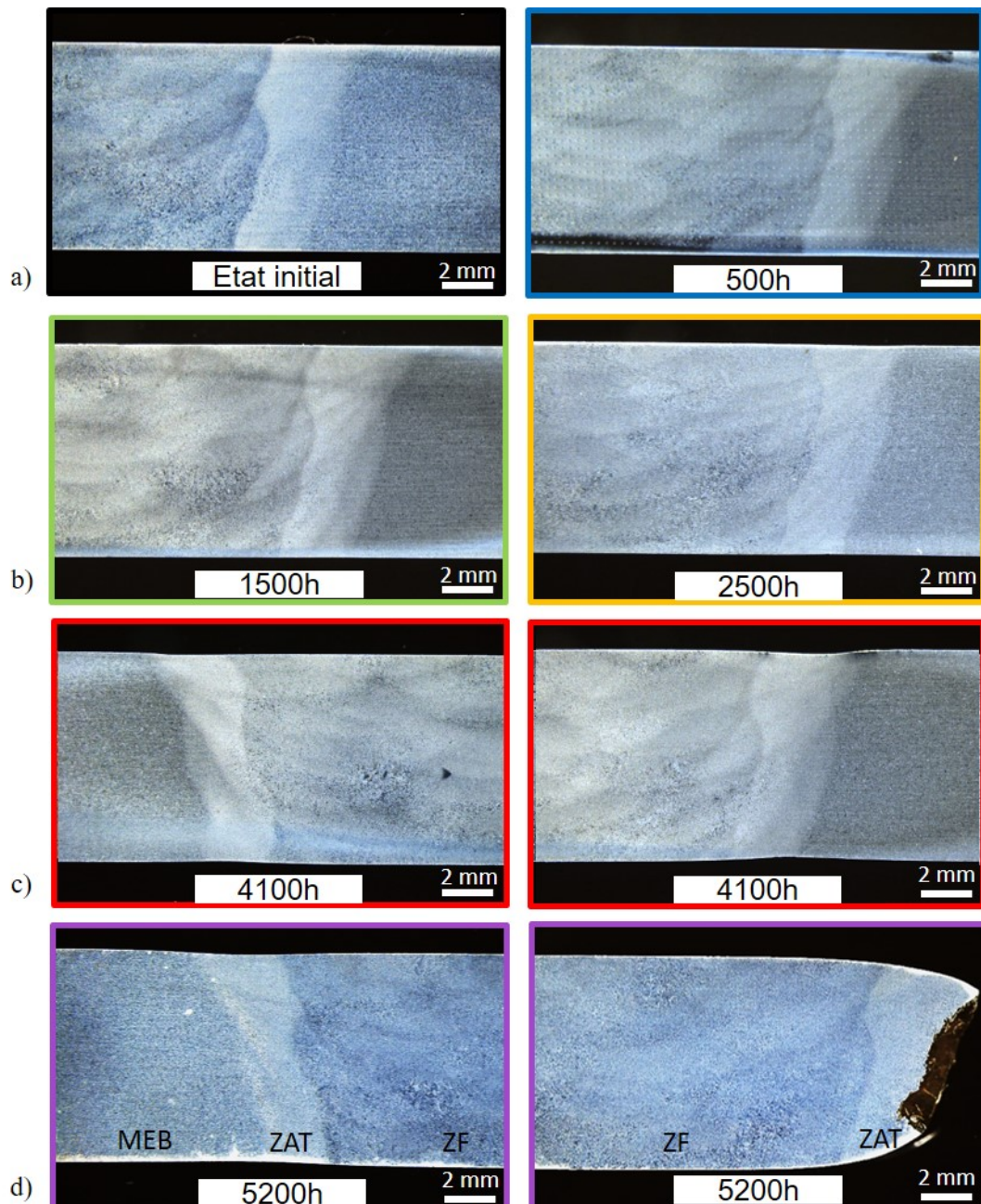


FIGURE B.4 – Série de macrographies, obtenues à la binoculaire, montrant l'évolution de la striction dans la ZAT pour les échantillons a) de l'état initial et 500h, b) 1500h et 2500h, c) 4100h dans les deux ZAT et d) à rupture à 5200h dans les deux ZAT.

### B.3 Analyse des cavités en tomographie X

L'étude des cavités par tomographie des rayons X, (cf. Chapitre 4, paragraphe 4.2.2) s'est portée sur les échantillons flués pendant 4100 heures et 5200 heures. Les autres échantillons pré-flués ont été analysés, (Figure B.5), mais aucune cavité n'a été détectée. Les éléments colorés sur les Figures B.5 ne sont pas des cavités mais du bruit de fond.

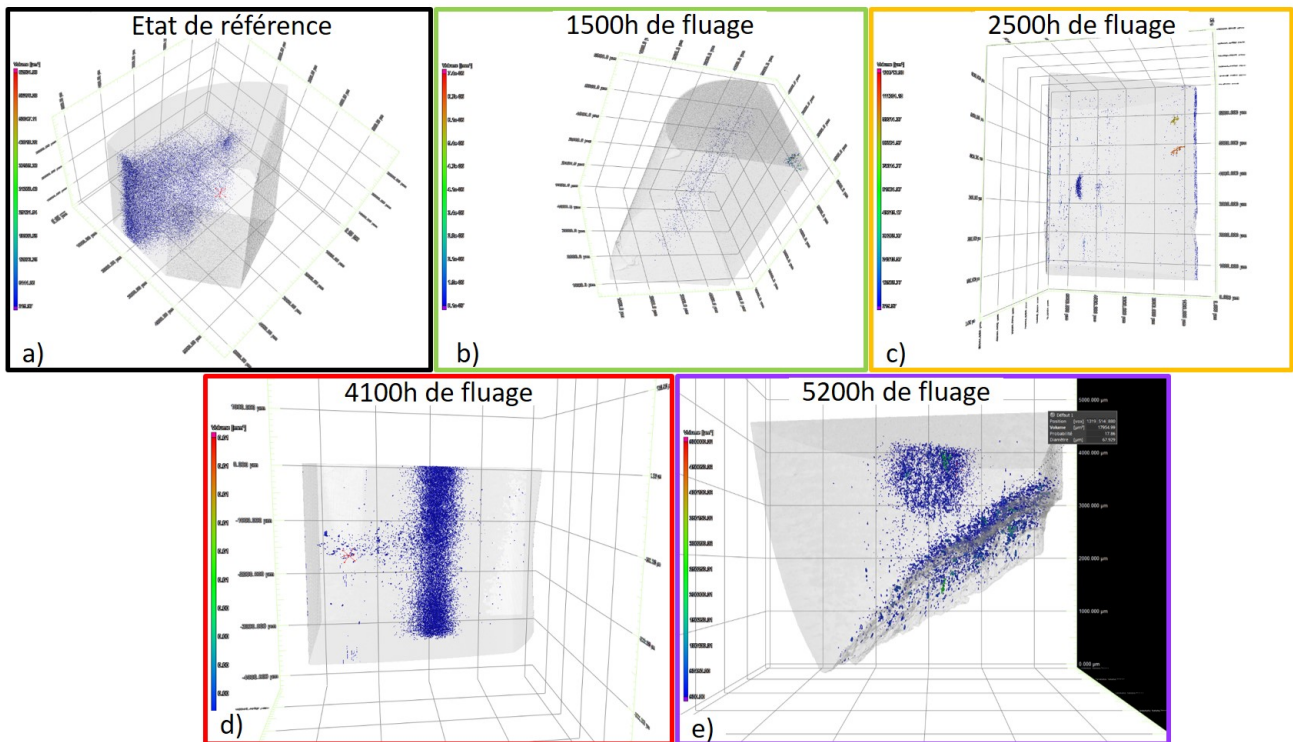


FIGURE B.5 – Série de reconstruction 3D d'analyse en tomographie X sur un quart d'échantillon, centrée sur la ZAT, avec une résolution de  $3 \mu m$ .



# Annexe C : Analyses complémentaires de la caractérisation du joint soudé flué

*Cette Annexe présente certaines analyses globales, évoquées dans le Chapitre 4 et 5, sur l'évolution du joint soudé flué.*

## Sommaire

---

C.1	Évolution de la dureté au cours du fluage. . . . .	250
C.2	Complément d'analyse des contraintes internes . . . . .	251
C.3	Protocole d'analyse des précipités . . . . .	251
C.4	Analyse EBSD du joint soudé flué. . . . .	255

---

## C.1 Évolution de la dureté au cours du fluage.

Des séries de cartographies de microdureté Vickers HV1 sur l'ensemble des joints soudés flués ont permis de suivre l'évolution des propriétés mécaniques au cours du fluage. Peu d'évolutions sont visibles de l'état initial à 4100 heures de fluage. La Figure complète de l'analyse présentée dans le Chapitre 5 paragraphe 5.1 est illustrée sur la Figure C.1.

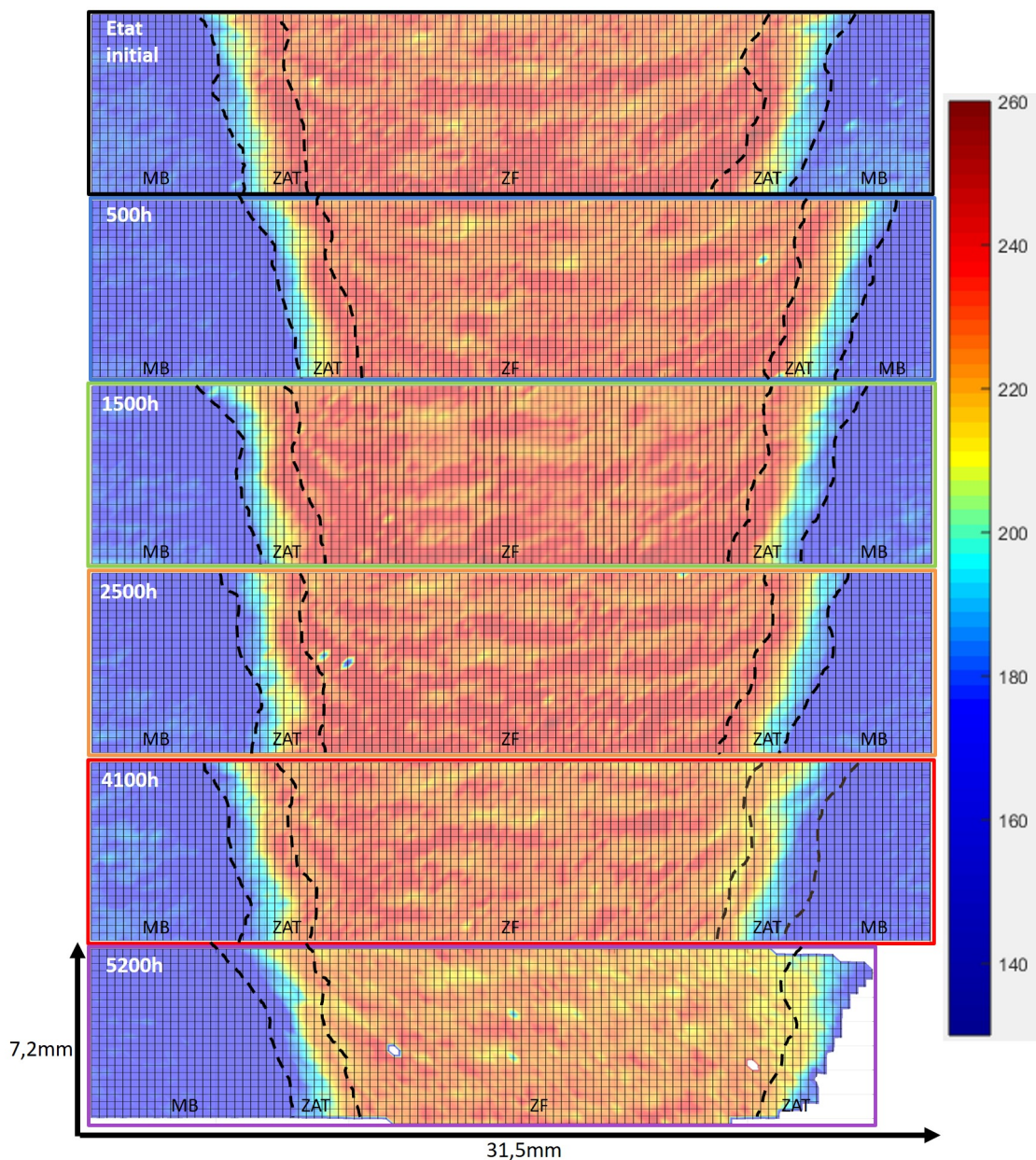


FIGURE C.1 – Série de cartographies de microdureté Vickers HV1 des joints soudés en fonction du temps de fluage : sans fluage, 500h, 1500h, 2500h, 4100h et après la rupture en fluage à 5200h. Les différentes zones du joint soudé ont été délimitées par des traits pointillés.

## C.2 Complément d'analyse des contraintes internes

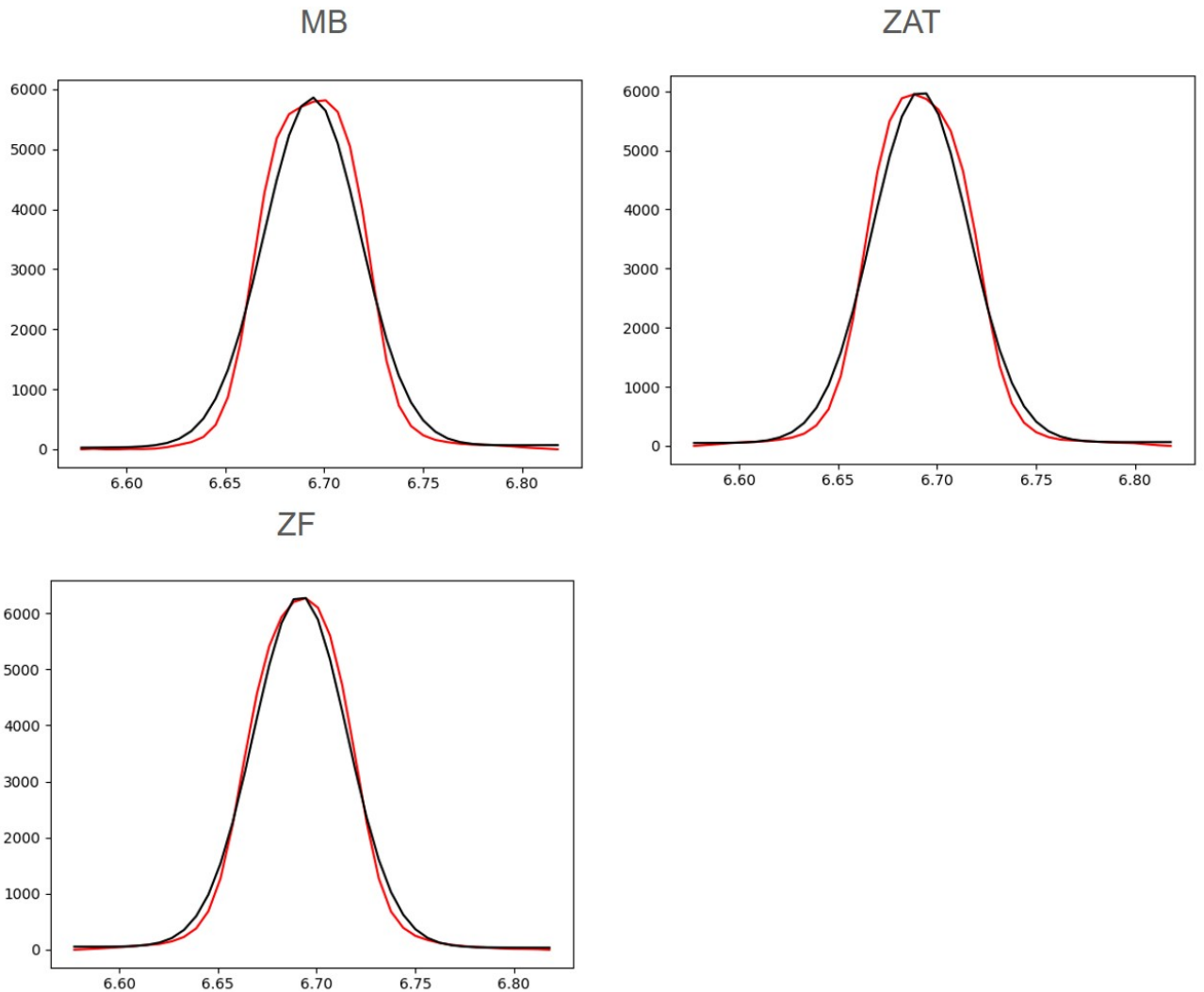
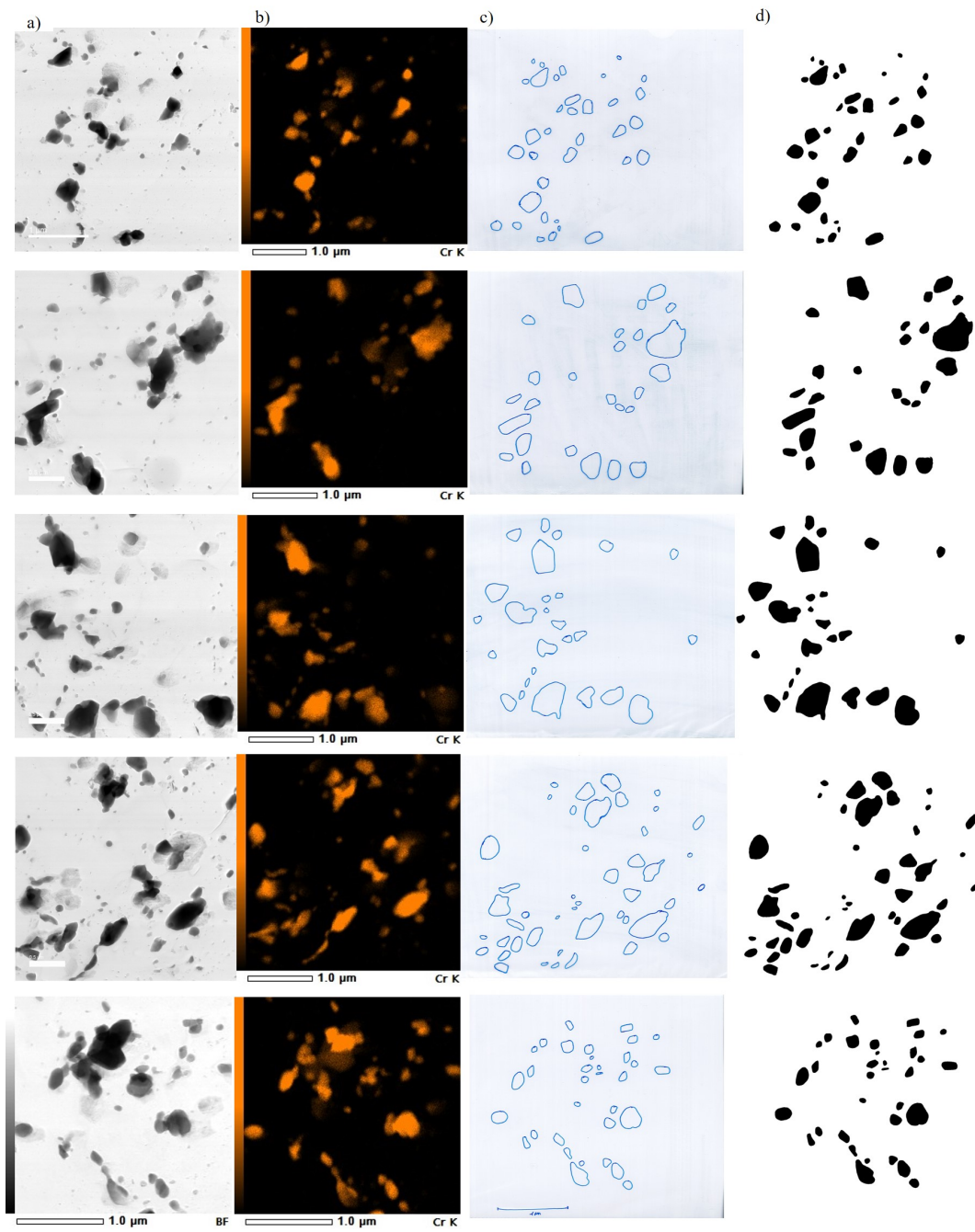


FIGURE C.2 – Comparaison du pic de diffraction  $\{211\}$  dans le métal de base, la ZAT et la zone fondue, pour l'échantillon flué pendant 500h à 600°C et 100 MPa, associé au fit Pearson VII obtenu.

## C.3 Protocole d'analyse des précipités

Les analyses statistiques de l'évolution de la taille des précipités ont été réalisées d'après plusieurs cartographies EDS sur des répliques extractives en carbone. Le protocole a été expliqué dans le Chapitre 2, paragraphe 2.3.3.5. Les Figures de ce paragraphe illustrent ce protocole pour les carbures  $M_{23}C_6$  après 5200 heures de fluage dans la ICHAZ, soit un point sur le graphique Figure C.5.



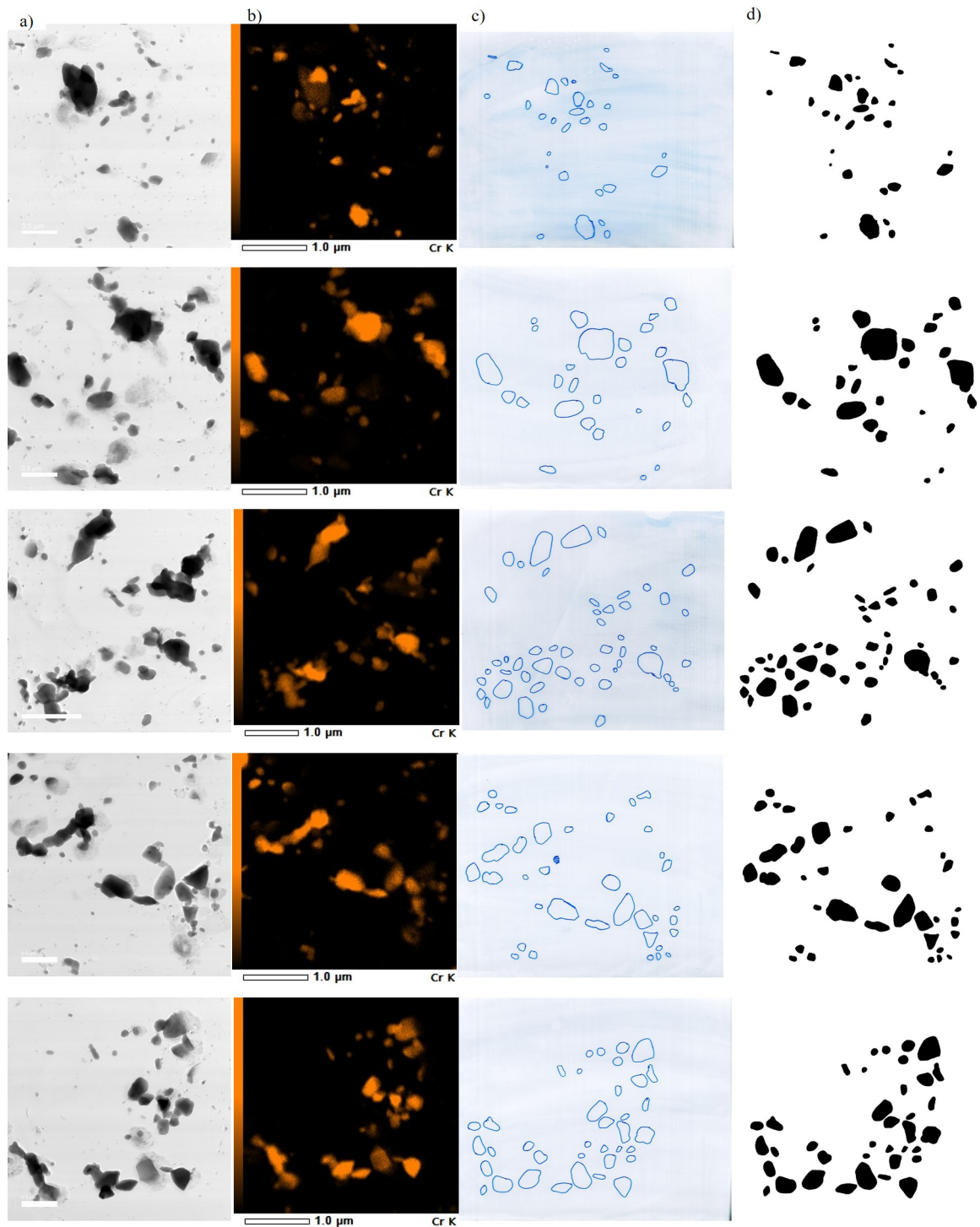


FIGURE C.3 – a) Série de 10 images obtenues au STEM en champ clair sur des répliques extractives en carbone de la ICHAZ fluées pendant 5200 heures, b) cartographie EDS du chrome pour déterminer les précipités  $M_{23}C_6$ , c) calque à la main des contours des précipités  $M_{23}C_6$ , d) analyse des particules avec le logiciel ImageJ®.

Label	Area	Feret	%Area	Slice	FeretX	FeretY	FeretAngle	MinFeret	Label	Area	Feret	%Area	Slice	FeretX	FeretY	FeretAngle	MinFeret
1	7473	134.239	100	1	1029	254	118.474	80.859	301	11249	162.265	100	9	1252	1232	141.506	88.111
2	1087	43.829	100	1	934	257	124.778	32.965	302	2425	61.522	100	9	1158	1320	97.472	50.891
3	1268	46.615	100	1	348	655	67.286	36.000	303	5772	149.723	100	9	1198	1491	59.496	49.084
4	4926	99.464	100	1	1174	630	99.841	66.000	304	7618	122.560	100	9	1317	1394	158.459	77.719
5	3376	109.932	100	1	263	750	58.768	45.811	305	6313	158.660	100	9	937	1392	105.350	55.257
6	1611	54.708	100	1	569	673	120.784	42.000	306	4628	106.832	100	9	1430	1464	125.475	56.569
7	2298	60.531	100	1	1496	691	172.405	48.000	307	19138	188.621	100	9	1031	1473	130.700	150.656
8	1015	42.202	100	1	161	723	76.293	31.569	308	4934	114.202	100	9	1318	1467	127.171	63.566
9	2608	63.953	100	1	722	757	63.034	55.160	309	5941	109.417	100	9	1530	1580	59.216	66.820
10	1598	59.464	100	1	1419	759	42.274	36.770	310	19551	187.555	100	9	585	1581	150.975	138.936
11	2414	65.000	100	1	1206	785	59.490	50.602	311	4342	98.793	100	9	1411	1623	111.371	57.584
12	19503	192.284	100	1	1385	901	32.037	138.136	312	1401	56.719	100	9	1318	1687	80.870	32.000
13	2249	59.666	100	1	535	821	166.430	52.000	313	6110	117.175	100	10	522	272	74.659	63.000
14	3105	80.808	100	1	682	821	102.144	49.342	314	1600	51.614	100	10	280	238	125.538	41.149
15	5036	118.950	100	1	617	861	97.245	55.838	315	20283	172.931	100	10	806	423	156.845	157.425
16	7124	114.425	100	1	474	902	170.949	84.924	316	2096	55.109	100	10	490	392	101.514	51.000
17	804	39.623	100	1	397	962	79.824	28.000	317	3797	86.093	100	10	289	397	120.735	57.274
18	2906	87.784	100	1	712	965	132.230	42.351	318	4523	103.175	100	10	199	436	123.536	52.981
19	4212	79.202	100	1	1070	988	127.304	70.000	319	3723	76.896	100	10	1371	507	69.444	63.640
20	2439	67.007	100	1	376	1030	37.725	50.619	320	3280	89.694	100	10	401	457	157.724	50.000
21	9368	130.924	100	1	376	1114	22.452	102.553	321	3431	87.464	100	10	544	485	149.036	54.929
22	1528	52.924	100	1	664	1084	157.797	37.737	322	8673	131.183	100	10	1218	574	23.829	91.439
23	790	37.643	100	1	920	1111	129.611	28.916	323	2420	67.357	100	10	804	547	139.214	47.727
24	372	23.854	100	1	1018	1132	146.976	21.000	324	5400	90.604	100	10	888	633	37.376	75.633
25	2019	59.908	100	1	648	1144	104.500	44.731	325	3202	71.063	100	10	1199	591	129.289	62.688
26	1754	57.009	100	1	1533	1161	105.255	40.520	326	794	55.317	100	10	556	651	102.529	18.087
27	2193	69.354	100	1	538	1279	174.207	41.765	327	908	39.623	100	10	498	685	10.176	30.000
28	7034	123.762	100	1	275	1316	102.127	75.000	328	682	35.805	100	10	436	719	125.910	25.943
29	1191	71.309	100	1	210	1577	75.379	21.051	329	4190	81.841	100	10	349	733	144.951	70.669
30	1444	47.202	100	1	494	1600	53.616	40.000	330	3603	91.214	100	10	516	726	105.255	53.224
31	4931	110.603	100	2	916	118	14.664	62.630	331	15444	205.602	100	10	1216	888	37.093	116.211
32	33085	263.304	100	2	678	274	32.121	177.971	332	2318	58.523	100	10	596	756	106.887	52.000
33	7090	109.343	100	2	225	265	50.194	86.122	333	1269	43.909	100	10	1204	794	149.931	38.026
34	3018	81.302	100	2	1130	235	148.069	49.174	334	1437	51.624	100	10	776	864	68.405	37.000
35	5205	103.600	100	2	585	255	126.759	71.759	335	7200	104.862	100	10	334	958	55.998	92.140
36	1266	48.600	100	2	1449	310	143.366	34.887	336	2975	76.400	100	10	179	925	37.020	46.894
37	2844	87.201	100	2	332	316	126.607	50.517	337	3031	92.005	100	10	1115	939	37.493	47.154
38	5591	105.190	100	2	418	355	114.128	71.000	338	4929	104.809	100	10	1000	998	29.745	61.059
39	1400	48.332	100	2	1530	405	114.444	38.000	339	2988	70.831	100	10	306	1071	149.452	58.000
40	1172	43.417	100	2	1049	439	97.943	37.062	340	2802	71.840	100	10	976	1167	16.164	52.467
41	7627	117.154	100	2	511	604	39.806	91.566	341	1685	55.317	100	10	364	1137	139.399	43.134
42	5199	93.408	100	2	653	563	142.394	77.719	342	3326	93.408	100	10	500	1163	158.654	50.655
43	52623	288.210	100	2	463	650	124.683	233.000	343	3348	93.477	100	10	1027	1238	27.387	48.306
44	5733	96.830	100	2	1194	715	128.290	81.558	344	9250	142.864	100	10	548	1254	156.485	87.292
45	3410	73.878	100	2	935	745	140.492	58.420	345	9341	124.326	100	10	868	1351	106.832	93.177

FIGURE C.4 – Une partie du tableau d’analyse de ImageJ sur la détermination de la surface des carbures  $M_{23}C_6$ .

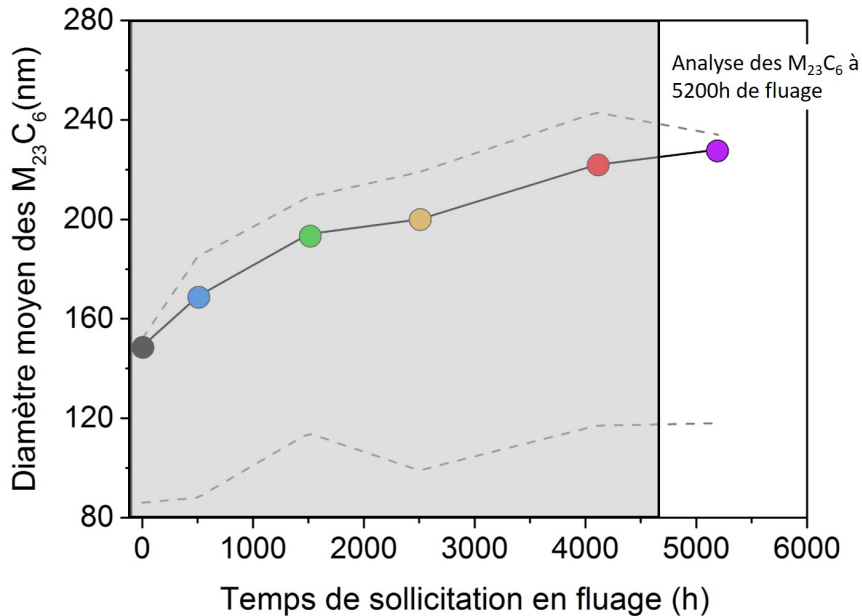
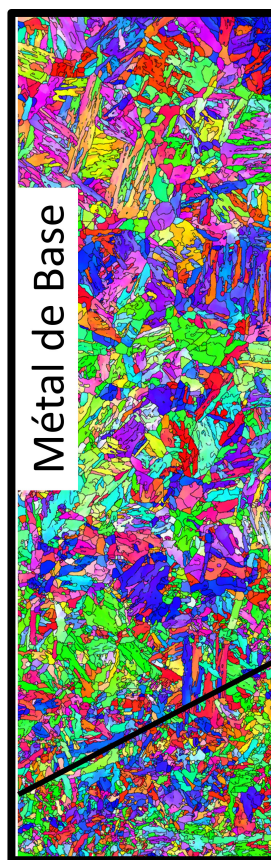


FIGURE C.5 – Traitement des données des Figures C.3, C.4, pour inscrire le diamètre moyen des  $M_{23}C_6$  à 5200 heures et le premier et le troisième quartiles, sur le graphique de l’évolution des tailles des précipités  $M_{23}C_6$  dans la ICHAZ au cours du fluage.

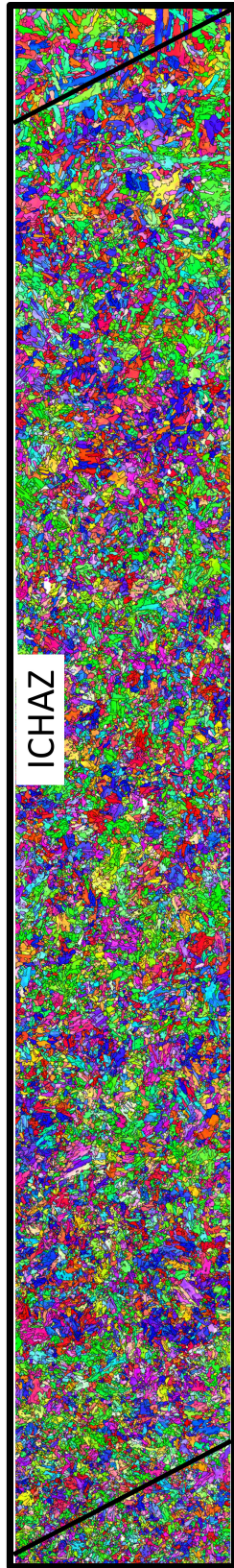
#### C.4 Analyse EBSD du joint soudé flué.

L'analyse de la microstructure au cours du fluage a été exploitée avec la technique de caractérisation EBSD au MEB.

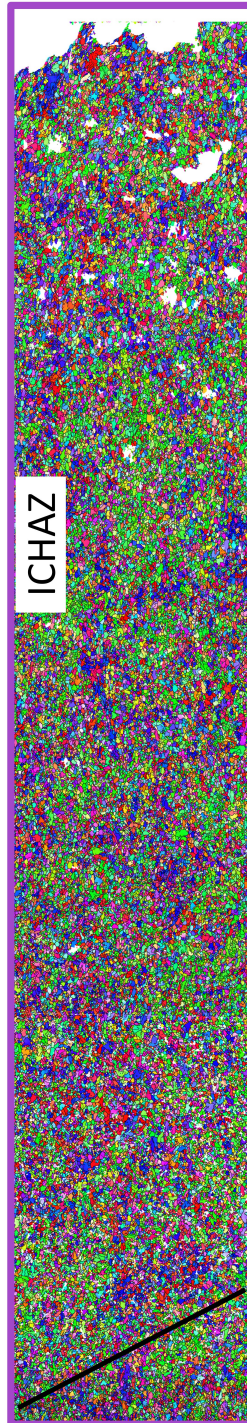
Les multimappings de l'échantillon de référence et celui après la rupture, présentés dans le Chapitre 5 paragraphe 5.3, sont illustrés en plus grande dimension sur la Figure C.6.



a)



a)



b)



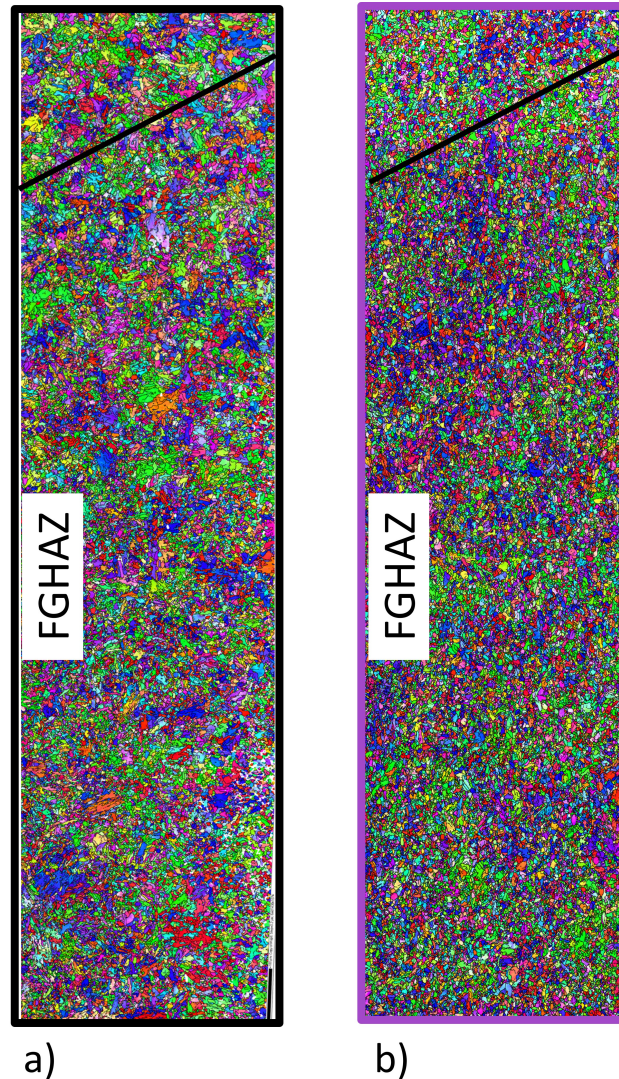


FIGURE C.6 – Multimapping d'environ 10 cartographies d'orientation EBSD de la FGHAZ jusqu'au métal de base, réalisés sur a) l'échantillon de référence sans fluage et b) après rupture en fluage à 600° C et 100 MPa. Ce multimapping a été découpé en trois parties pour plus de clarté.

L'analyse de la taille de grains ainsi que des joints de grains du métal de base au cours du fluage a montré qu'il n'y avait pas d'évolution significative. Les Figures complètes issues du Chapitre 5 paragraphe 5.3.1 et 5.3.2 sont illustrées respectivement sur les Figures C.7 et C.8.

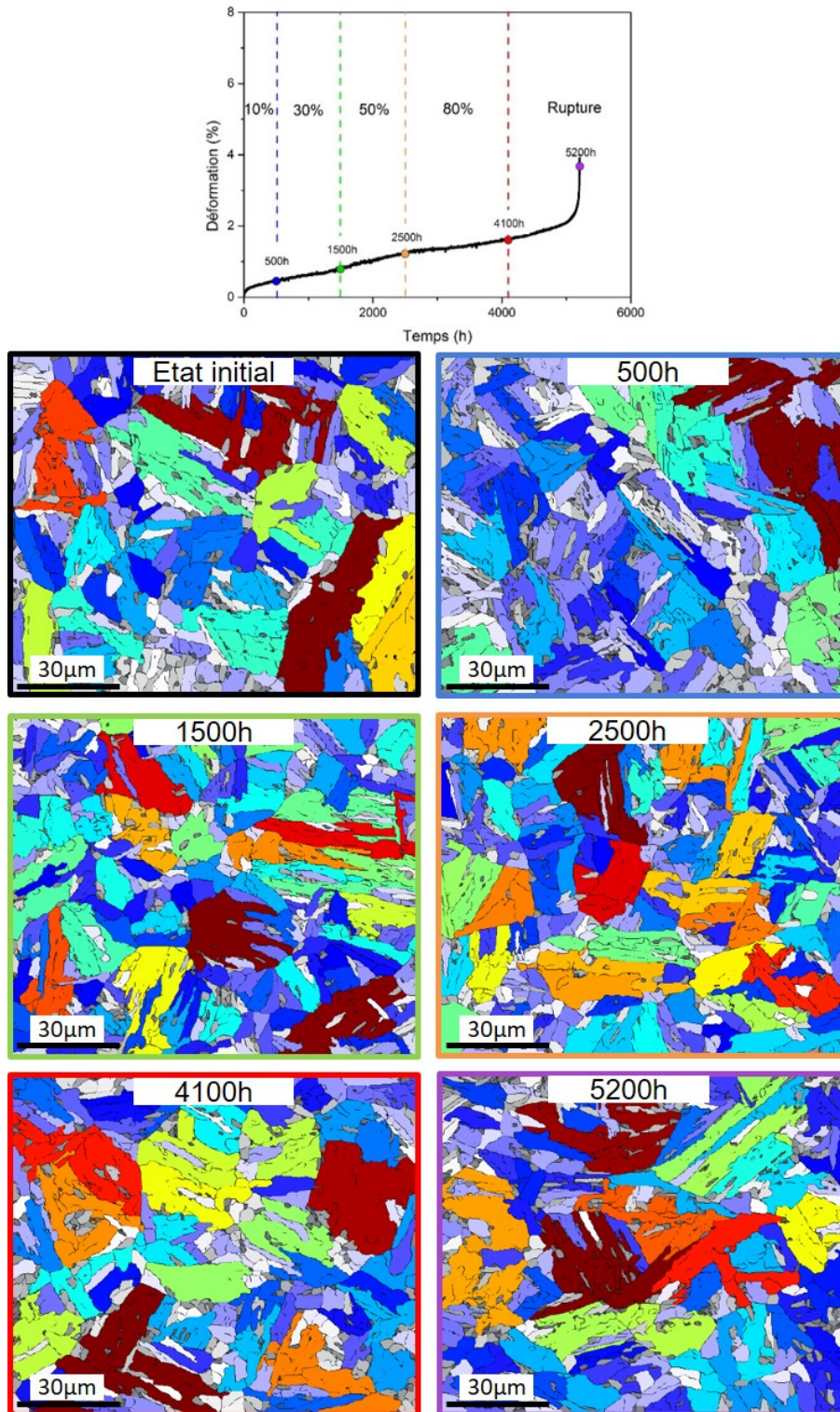


FIGURE C.7 – Série de cartographies de la taille des grains obtenues en EBSD du métal de base en fonction du temps de fluage : sans fluage, 500h, 1500h, 2500h, 4100h et après la rupture en fluage à 5200h. Rappel de la courbe de fluage et des essais intermédiaires.

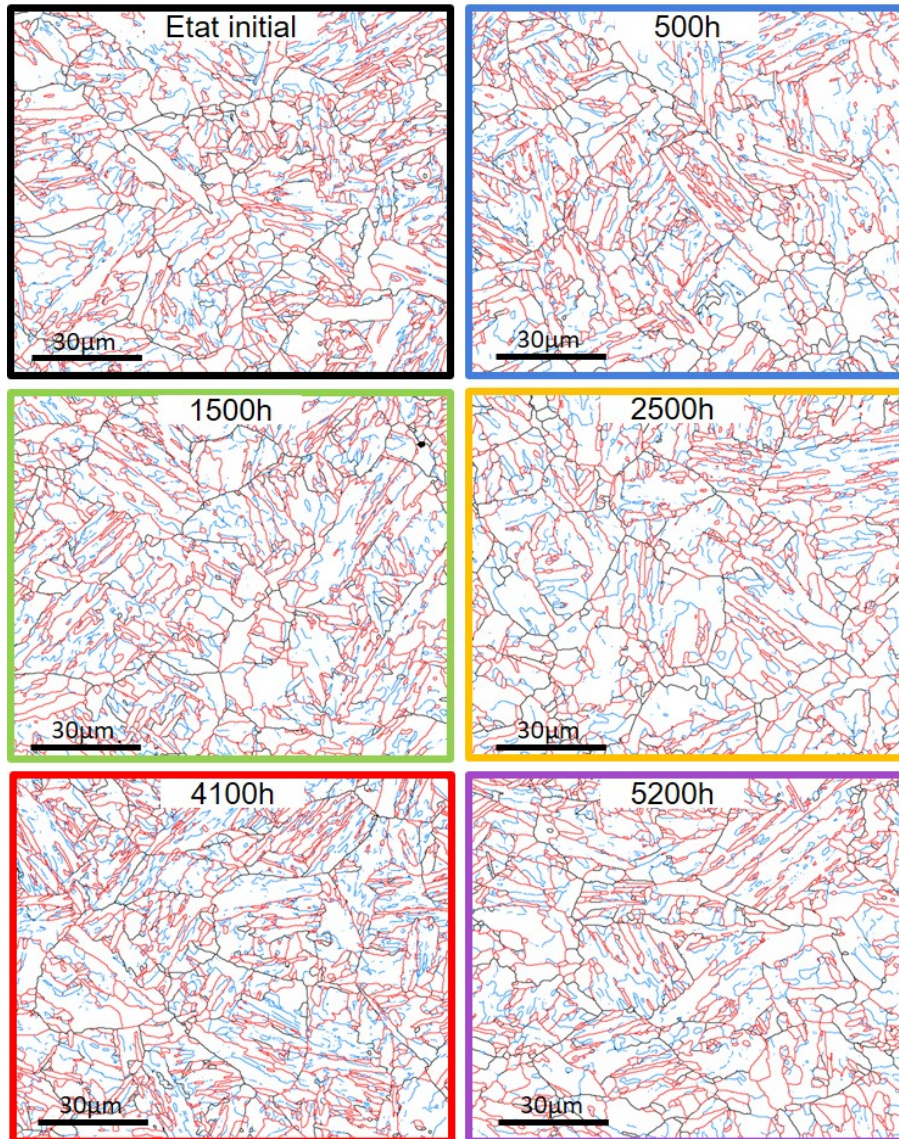


FIGURE C.8 – Série de cartographies des joints de grains obtenues en EBSD du métal de base en fonction du temps de fluage : sans fluage, 500h, 1500h, 2500h, 4100h et après la rupture en fluage à 5200h. Les joints entre 3 et 10° sont représentés en vert, entre 10 et 47° en noir et entre 47 et 63° en rouge.



## Annexe D : Analyse du vieillissement thermique d'un joint soudé à 600 °C

*L'étude de la tête d'amarrage permet d'avoir accès au vieillissement thermique du joint soudé, pour observer les mécanismes d'endommagement (démarche expliquée dans le Chapitre 2). Seulement une moitié de joint soudé est présente dans la tête d'amarrage. Le protocole de l'étude sur la ICHAZ, présenté dans le Chapitre 5, a été renouvelé sur la tête d'amarrage. Au vu des résultats précédents, seuls les échantillons au-delà du stade III de fluage présentent des variations par rapport à l'état initial. Pour cette raison et pour une question de temps, l'analyse de la tête d'amarrage est focalisée sur l'échantillon flué à 4100 heures et l'échantillon à rupture.*

### Sommaire

---

<b>D.1 Dureté</b> . . . . .	<b>262</b>
<b>D.2 Précipités</b> . . . . .	<b>262</b>
<b>D.3 Sous-structure</b> . . . . .	<b>263</b>

---

## D.1 Dureté

Une comparaison des duretés entre l'état initial, l'état rompu de la zone utile et la tête d'amarrage de l'état rompu est présentée sur la Figure D.1. La Figure D.1.a illustre les variations sur une ligne d'indentation au centre de l'échantillon et la Figure D.1.b présente les cartographies de microdureté sur la moitié du joint soudé. Comme pour l'étude précédente, les zones du métal de base, de la ZAT et de la zone fondue sont séparées par des traits pointillés.

Ces figures montrent que la dureté de la tête d'amarrage est similaire à celle de l'état initial, même après 5200 heures de vieillissement thermique.

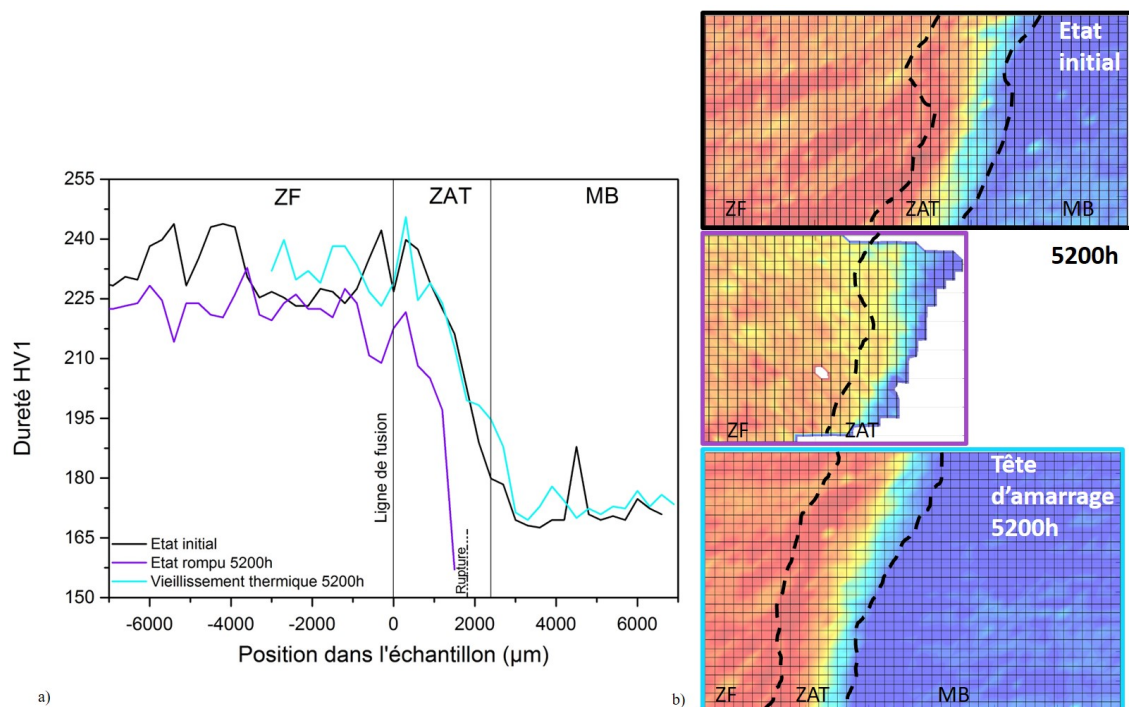


FIGURE D.1 – Comparaison de l'évolution de la dureté entre la zone utile des échantillons non flués et rompus à 5200h et les têtes d'amarrages vieilles thermiquement à 4100h et 5200h à 600° C, d'après des cartographies de microdureté Vickers HV1.

## D.2 Précipités

Des répliques extractives en carbone sur la ICHAZ vieillie thermiquement à 600°C pendant 4100h et 5200h ont été utilisées pour déterminer le diamètre moyen des phases secondaires, c'est-à-dire les carbures  $M_{23}C_6$ ,  $V(C, N)$  et la phase de Laves. La comparaison des diamètres avec ceux dans la ICHAZ fluée est présentée sur la Figure D.2.

Comme dans le métal de base et dans la ICHAZ fluée, les  $V(C, N)$  ayant subi un vieillissement thermique, ne présentent pas d'évolution au cours du temps.

Les  $M_{23}C_6$  ont un diamètre moyen qui augmente avec le vieillissement thermique (de 128 nm

initialement à 187 nm à 5200h) mais de manière moins importante que dans la ICHAZ fluée. Gaffard a déterminé l'évolution du diamètre de  $M_{23}C_6$  sur une ICHAZ simulée après vieillissement thermique. Il relève une augmentation du diamètre relativement peu importante, qui passe de 225 nm initialement à 265 nm après 5000h à 650 °C. Cette évolution est similaire à celle établie dans notre étude.

Ainsi la coalescence des particules  $M_{23}C_6$  a lieu dans le joint soudé vieilli thermiquement mais est retardée par rapport à celle dans le joint flué.

Le même phénomène semble apparaître pour la phase de Laves, dont les particules ont un diamètre moyen qui passe de 179 nm initialement à 246 nm après 5200h à 600 °C. Cette progression n'est pas aussi importante que pour celle de la ICHAZ fluée. Des conclusions similaires aux  $M_{23}C_6$  peuvent être dressées, avec une coalescence présente mais retardée.

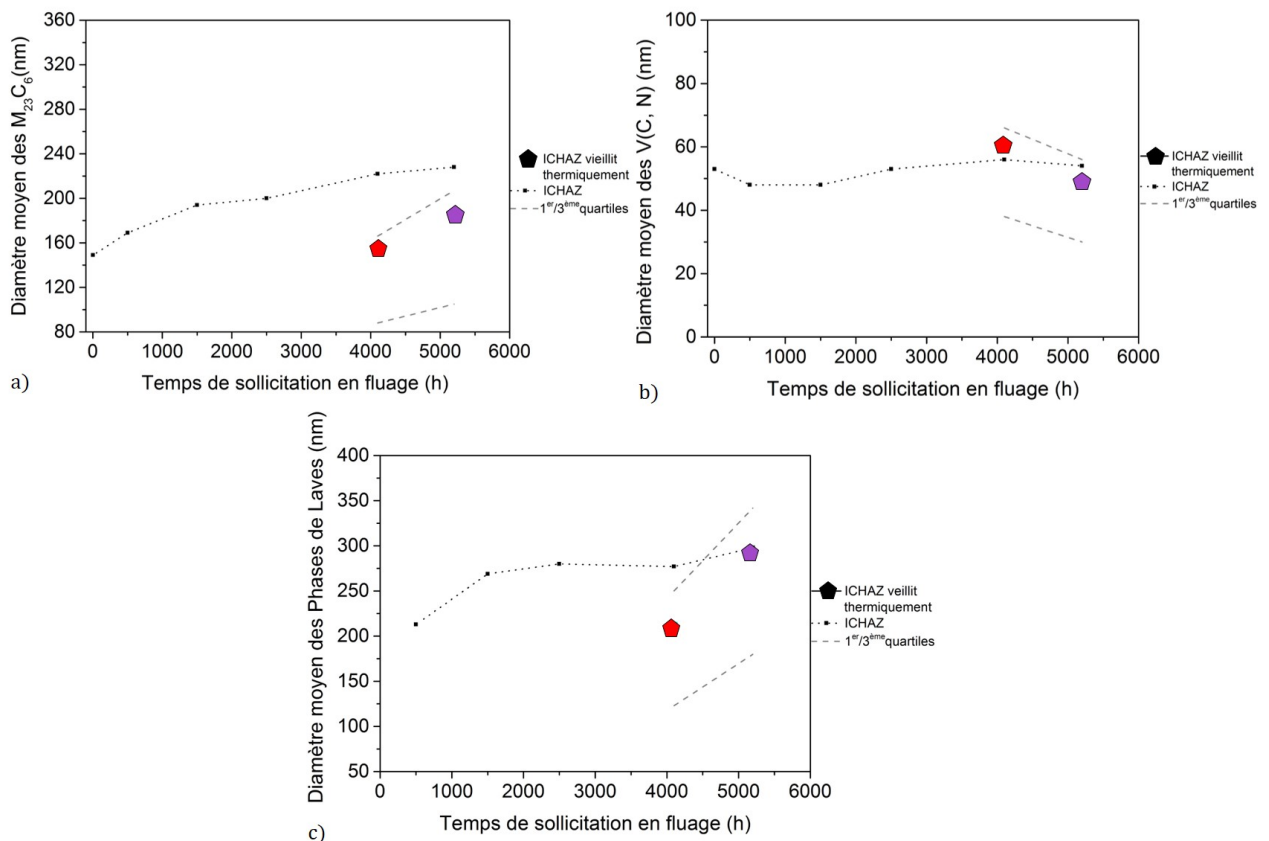


FIGURE D.2 – Comparaison des diamètres moyens des phases secondaires entre la ICHAZ fluée et vieillie thermiquement, a) pour les  $M_{23}C_6$ , b) pour les V(C, N) et c) pour la phase de Laves.

### D.3 Sous-structure

Des lames FIB ont été prélevées dans la ICHAZ vieillie thermiquement après 4100h et 5200h. Les micrographies en champ clair de ces dernières sont comparées avec celles des échantillons flués à 4100h et 5200h (Figure D.3). La sous-structure en cellules de dislocation est encore bien

présente dans la ICHAZ vieillie pendant 4100h. La coalescence des précipités et la présence de la phase de Laves est visible sur les deux échantillons de la Figure D.3.

Néanmoins, la restauration semble débiter après 5200 heures de vieillissement thermique, avec l'apparition de certains grains dépourvus de dislocations. Ainsi, la microstructure vieillie thermiquement présente également un retard par rapport au joint soudé flué, au niveau de la restauration.

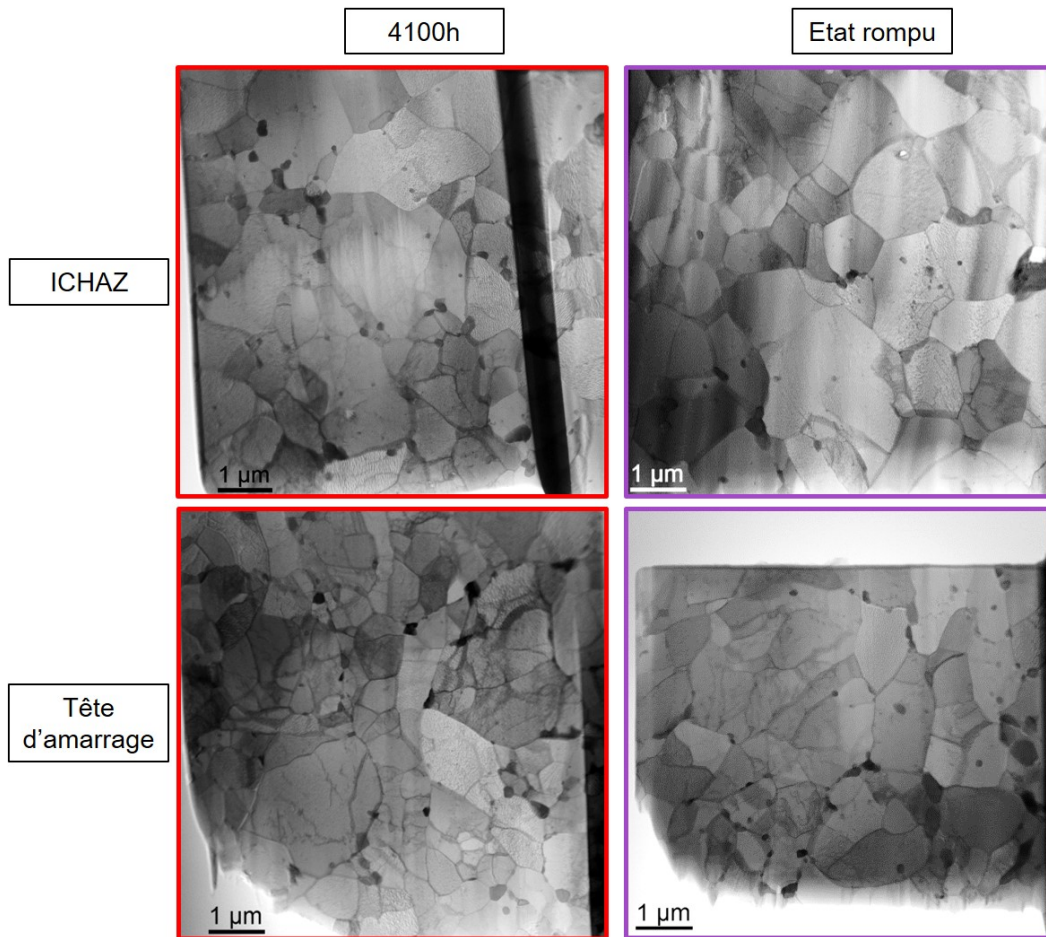


FIGURE D.3 – Comparaison des micrographies obtenues en champ clair réalisées au MET sur des lames FIB, entre la ICHAZ fluée à 4100h et 5200h et la ICHAZ vieillie thermiquement pour les mêmes durées.

Pour conclure sur cette analyse, les sollicitations thermiques seules ne sont pas à l'origine de l'endommagement précoce des joints soudés en Grade 91.



# Annexe E : Caractérisation des cavités avec la technique des Répliques

*Pour le contrôle en fluage des aciers faiblement alliés, l'Institut de Soudure à développer le CND Réplique. Cette Annexe a pour but d'évaluer la technique des Répliques sur le suivi de l'endommagement en fluage des joints soudés en Grade 91. Dans un premier temps, la technique de réalisation de ce CND est décrite, puis, les résultats d'analyse au microscope optique sont exposés.*

## Sommaire

---

<b>E.1</b>	<b>Description de la technique des Répliques . . . . .</b>	<b>266</b>
<b>E.2</b>	<b>Application sur les échantillons flués . . . . .</b>	<b>267</b>

---

## E.1 Description de la technique des Répliques

Les Répliques permettent de réaliser un suivi de l'évolution en service, au niveau macroscopique, d'assemblage flué.

Le mode opératoire dans la réalisation d'une réplique se compose de plusieurs étapes : la localisation de la zone à contrôler, la préparation de la surface (polissage, attaque) et la pose du film polymère. Le film polymère permet de faire une empreinte de la surface pour permettre l'observation en laboratoire de la microstructure. Une identification des défauts en surface et une détection de l'endommagement au fluage sous forme de micro-cavités est ainsi possible, sans la destruction de l'assemblage (Figure E.1). Cette technique CND est réalisée manuellement et exige des qualifications pour les opérateurs.

La détection de la densité des micro-cavités sur le film permet de remonter au niveau d'endommagement en fluage des aciers faiblement alliés. Un suivi de l'évolution de l'endommagement peut être réalisé, ainsi qu'une prédiction de la durée de vie résiduelle de l'assemblage soudé. Cette technique est actuellement très utilisée pour le suivi sur site industriel. Le degré de cavitation par fluage est également classé en 5 niveaux d'évolution, sur la Figure E.2.

Ce contrôle n'obtient pas des résultats similaires pour les aciers à 9-12% de chrome. Lorsque les micro-cavités sont identifiés sur le film Réplique, l'endommagement au fluage est déjà très avancé, entre 50% de la durée de vie jusqu'à 90% de la durée de vie de l'assemblage.

Cette technique a néanmoins fait l'objet d'une étude dans cette thèse afin de vérifier ces résultats en laboratoire et de connaître les exploitations possibles.

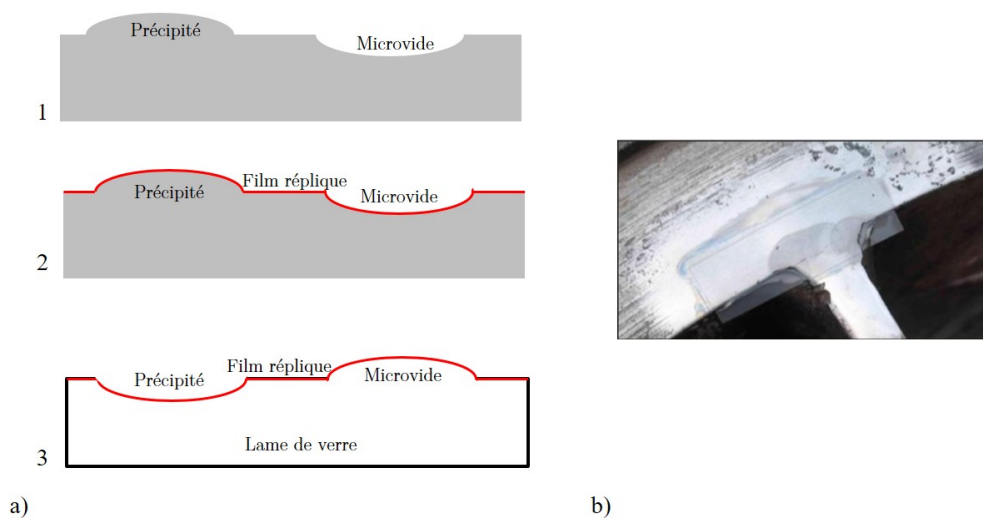


FIGURE E.1 – a) Schématisation du principe de la réalisation des répliques, b) illustration d'une réplique sur une soudure.

Niveau d'évolution microstructurale	Description (microscopie optique)
<b>Niveau 1</b>	Matériau exposé au fluage sans microvide observé
<b>Niveau 2a</b>	Présence de microvides isolés. Densité $\leq 150$ par $\text{mm}^2$
<b>Niveau 2b</b>	Nombreux microvides sans orientation particulière. Densité $> 150$ par $\text{mm}^2$
<b>Niveau 3a</b>	Nombreux microvides orientés
<b>Niveau 3b</b>	Microvides alignés. Décohésions intergranulaires isolées
<b>Niveau 4</b>	Microfissures. Longueur supérieure à un joint de grain
<b>Niveau 5</b>	Macrofissure.

FIGURE E.2 – Classification du degré de cavitation par fluage, pour la méthode des répliques.

## E.2 Application sur les échantillons flués

Cette technique de contrôle destructive des répliques a été mise en place pour chaque échantillon de l'étude (état initial, flué à 500h, 1500h, 2500h, 4100h et l'état rompu) à la surface des échantillons et à coeur.

L'utilisation d'une polisseuse manuelle portative, avec des petits draps de polissage, a permis de polir la surface cylindrique des échantillons. Un protocole précis, défini par l'Institut de Soudure, a été utilisé pour réaliser les répliques. Néanmoins, le rayon de courbure était beaucoup plus important sur ces échantillons par rapport aux composants contrôlés par l'Institut de Soudure, compliquant la phase de polissage.

La Figure E.3 présente les répliques obtenues en surface pour l'échantillon initial, au niveau du métal de base et de la ICHAZ. La distinction des deux microstructures est visible sur les répliques. Cependant, à plus fort grandissement la microstructure est moins visible. La caractérisation des précipités avec cette technique semble donc difficile.

La Figure E.4 montre une série de micrographies optiques des répliques prélevées en surface des échantillons flués à 4100 et 5200 heures. Sur certaines zones, la microstructure est bien visible. En revanche, au niveau de la striction, (image b) la microstructure n'est plus clairement définie, à cause, probablement, des difficultés de polissage dans cette zone. Comme attendu, aucune cavité n'est détectée.

La Figure E.5 illustre une réplique prélevée dans la ICHAZ, fluée pendant 5200 heures, au coeur de l'échantillon. Sur ces micrographies, les cavités sont bien visibles, pour des tailles relativement importantes.

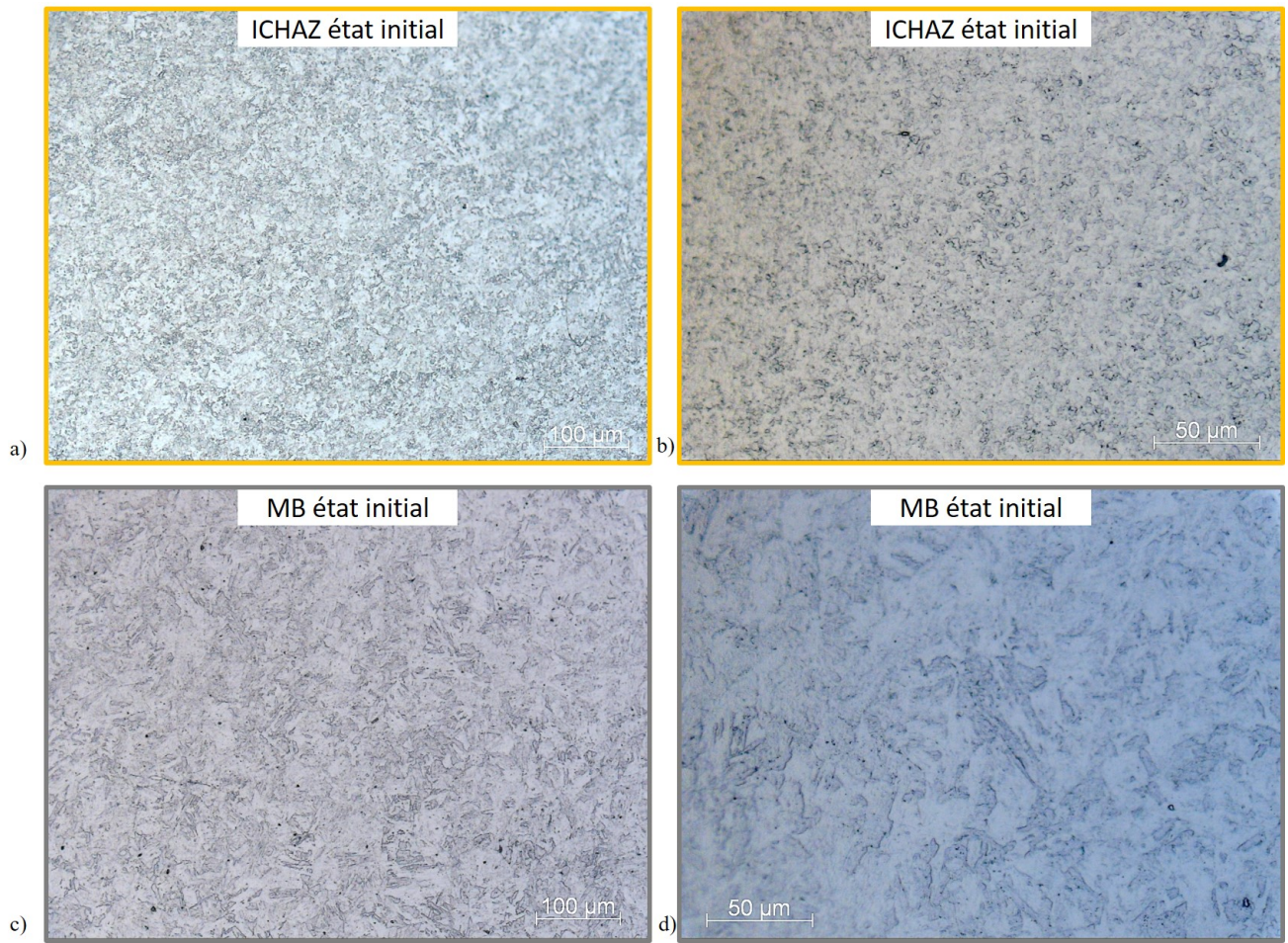


FIGURE E.3 – Série de micrographies obtenues au microscope optique sur des répliques de l'état de référence du joint soudé en surface pour différents grossissements a) et b) réalisées dans la ICHAZ et c) et d) réalisées dans le métal de base.

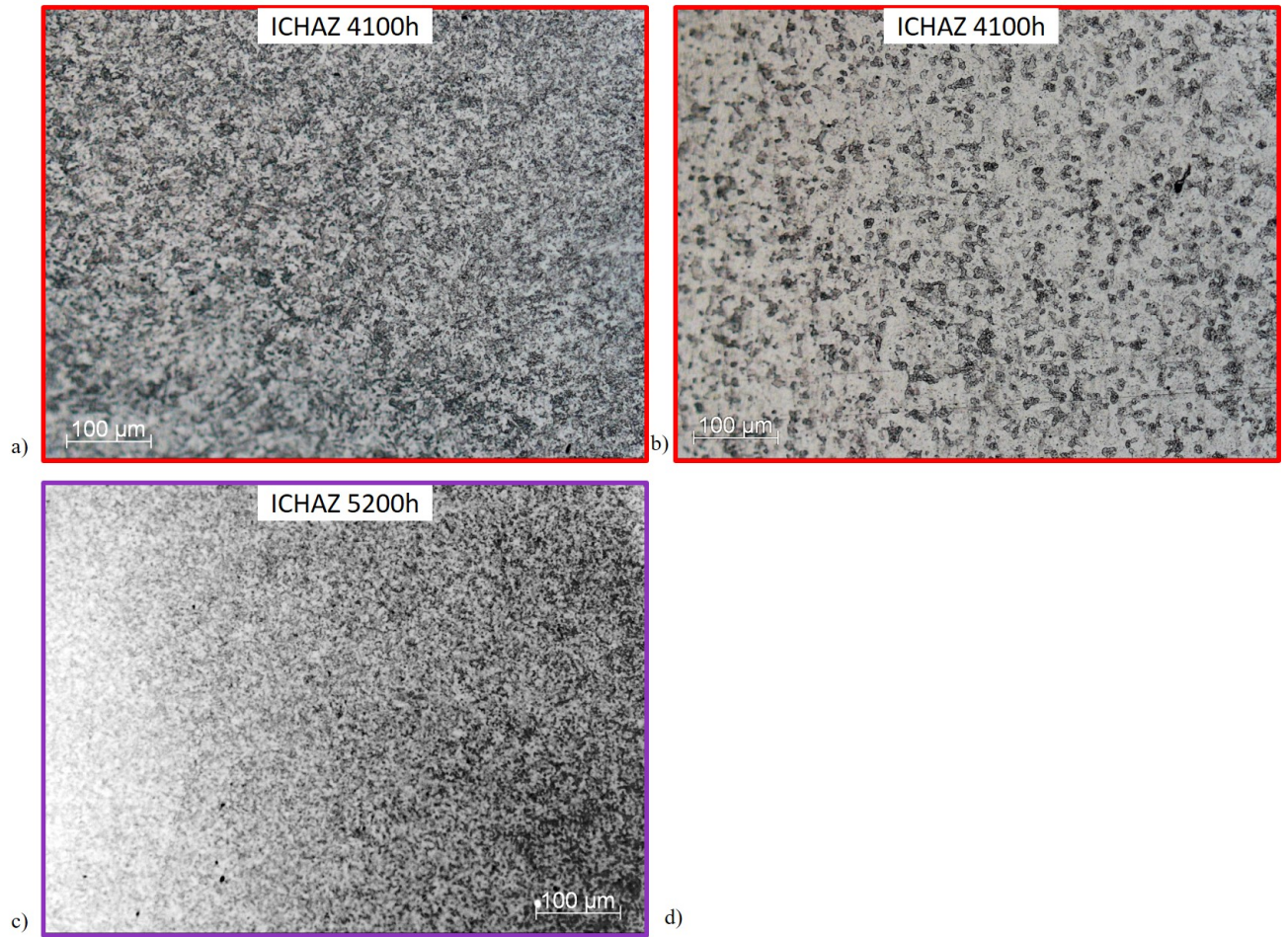


FIGURE E.4 – Série de micrographies obtenues au microscope optique sur des répliques de la ICHAZ en surface a) et b) pour l'échantillon flué à 4100 heures et c) pour l'échantillon à rupture.

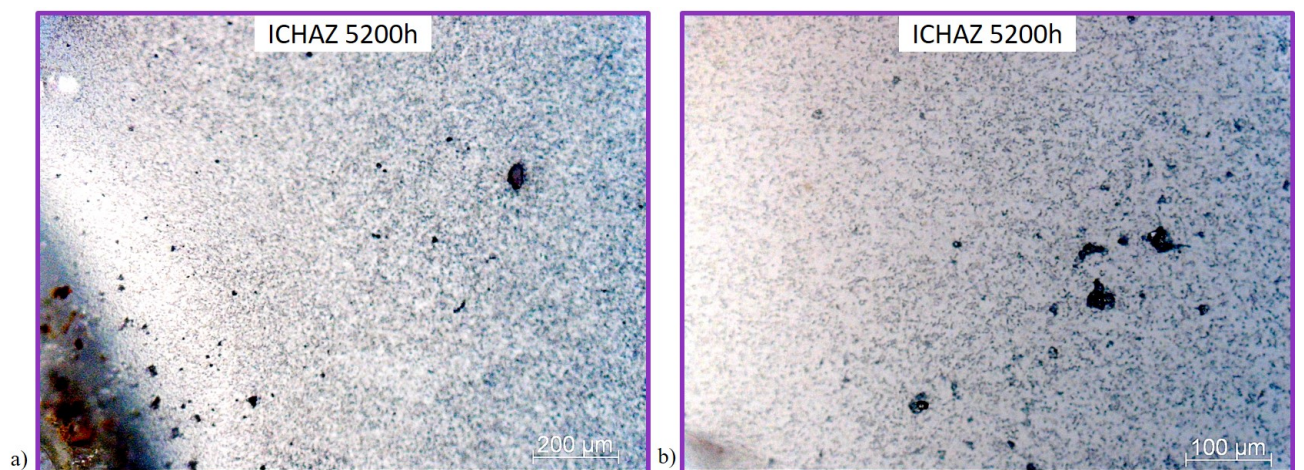


FIGURE E.5 – Série de micrographies obtenues au microscope optique sur des répliques de la ICHAZ à coeur pour l'échantillon rompu.



## Résumé

L'objectif d'une meilleure efficacité énergétique impose des conditions de service, de plus en plus drastiques, aux composants des centrales thermiques. Cette demande a conduit à l'utilisation de nuances d'aciers martensitiques à 9-12% de chrome, comme le Grade 91, qui combinent les propriétés de la martensite avec un durcissement par solution solide et par précipitation. Ces nuances présentent des propriétés remarquables en fluage, mais un mode d'endommagement inhabituel au niveau des assemblages soudés (fissures internes générées dans la Zone Affectée Thermiquement, ZAT). Suivant les conditions de service (température - contrainte), les modes d'endommagement par fluage diffèrent, ce qui entraîne une localisation de la rupture spécifique. Le Grade 91 est utilisé, dans l'industrie, dans une gamme de température de 540 - 610 °C et présente un mode d'endommagement par cavitation, avec une rupture de type IV, localisée dans la ZAT, proche du métal de base. Différentes études apportent des éléments de réponses quant à l'évolution microstructurale induite par le fluage, cependant aucune relation quantitative ne semble avoir été établie entre les modifications observées et la durée de vie. Les liens entre l'évolution des contraintes et les modifications microstructurales, durant le cycle de fluage, restent mal élucidés. Le projet que nous menons avec l'Institut de Soudure (IS) est l'identification de l'origine et la compréhension de ce mode d'endommagement inhabituel afin de proposer un ou plusieurs facteurs de suivi du temps de vie résiduel d'une soudure. Dans un premier temps, l'objectif a été de suivre, au cours du fluage, l'évolution de la microstructure et de l'endommagement dans le métal de base et dans la zone de faiblesse du joint soudé. Dans le cadre de cette thèse, des essais de fluage sur joints soudés ont été réalisés à un niveau de température et de contrainte menant à des endommagements similaires à ceux rencontrés en service. Pour pouvoir suivre l'endommagement, ces essais de fluage ont été interrompus à différents stades de la durée de vie. Les échantillons pré-flués ont été caractérisés in situ par diffraction en rayonnement synchrotron en fluage dans les mêmes conditions (contrainte-température), afin d'évaluer l'état des contraintes internes le long du joint soudé pendant le fluage. Les échantillons ont ensuite été finement caractérisés par microscopie optique, micro-analyse et diffraction, notamment la microscopie électronique à balayage (MEB) et à transmission (MET), la spectroscopie à rayons X en mode sélection d'énergie (EDS), la diffraction des électrons en transmission (Mode sélection d'aire, SAED) et rétrodiffusés (Electron Back-Scatter Diffraction, EBSD). Par ailleurs, la résistance mécanique des assemblages soudés a été suivie par des cartographies de micro-dureté.

**Mots clés :** soudure, caractérisation, fluage, endommagement

## Abstract

The research of the best thermodynamic efficiency, with the decrease of CO<sub>2</sub> emissions, imposes more and more drastic terms of use for the components of Thermal Power Stations. This demand led to the development of the new Grade 91 martensitic steels with 9-12% chromium, associates the usual properties of martensite with solid solution and precipitation hardening. This grade presents exceptional creep properties, but also an unusual damage mode at the welded joint (internal cracks generated in the HAZ - Heat Affected Zone -) Depending on the operating conditions (temperature - stress), the creep damage mode differ, resulting in a specific fracture location. Under industrial conditions (540 - 610 °C) Grade 91 has a cavitation damage mode with a type IV fracture, located in the HAZ, close to the base metal. While ormer studies analysed the microstructural evolution induced by creep, no quantitative relationship seems to have been established between these modifications and service life. However, the links between stress evolution and microstructural modifications during the creep test are not elucidated. The aim of this work carried out with the Institut de Soudure (IS) is to identify the origin and to understand this damage mode in order to propose one or more monitoring factors for follow the residual life time of a welded joint. The objective was to follow, during creep test, the evolution of stresses, microstructure and damage in the base metal and in the weakness zone of the welded joint. Creep tests on welded joints were carried out at a temperature and stress level leading to damage similar to the operating conditions and interrupted at different stages of the service life. The samples were then characterised in situ by diffraction in synchrotron radiation during creep under the same conditions (stress-temperature), to determine the distribution of internal stress along the welded joint. The samples were then investigated using microscopy, microanalysis and diffraction techniques, including scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM), Energy dispersive spectroscopy (EDS), transmission electron diffraction (SAED) and backscatter electron diffraction (EBSD). In addition, the welded joint mechanical properties were monitored by micro-hardness mapping.

**Key words :** welded joint, characterization, creep, damage

