



**HAL**  
open science

# Fluage à 500°C d'un joint soudé d'un acier 9Cr-1Mo modifié. Evolution de la microstructure et comportement mécanique

Florian Vivier

► **To cite this version:**

Florian Vivier. Fluage à 500°C d'un joint soudé d'un acier 9Cr-1Mo modifié. Evolution de la microstructure et comportement mécanique. Mécanique [physics.med-ph]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2009. Français. NNT : 2009ENMP1619 . tel-00399352

**HAL Id: tel-00399352**

**<https://pastel.hal.science/tel-00399352v1>**

Submitted on 26 Jun 2009

**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.



ED n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

## THÈSE

Pour obtenir le grade de  
**Docteur de l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris**  
Spécialité : *Sciences & Génie des Matériaux*

Présentée et soutenue publiquement par

**Florian VIVIER**

Ingénieur de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon (INSA)

**FLUAGE À 500°C D'UN JOINT SOUDÉ D'UN ACIER 9Cr-1Mo MODIFIÉ**  
**Evolution de la microstructure & Comportement mécanique**

23 Mars 2009

Directeurs de thèse : *Jacques BESSON, Anne-Françoise GOURGUES-LORENZON*

### Jury

André PINEAU	Président	Professeur, Mines ParisTech
Suzanne DEGALLAIX	Rapporteur	Professeur, Ecole Centrale Lille
Ivan GUILLOT	Rapporteur	Professeur, Université Paris XII
Anne-Françoise GOURGUES	Examineur	Professeur, Mines ParisTech
Jacques BESSON	Examineur	Directeur de Recherches, Mines ParisTech
Yann de CARLAN	Examineur	Chercheur, CEA Saclay
Charles PETRY	Examineur	Ingénieur-Docteur, EDF Les Renardières
Yves LEJEAIL	Examineur	Chercheur, CEA Cadarache
André PINEAU	Examineur	Professeur, Mines ParisTech
Sophie DUBIEZ-LE GOFF	Invitée	Ingénieur-Docteur, AREVA Lyon

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

---



# Résumé

Avec la demande croissante en énergie, la filière du nucléaire de fission se positionne comme une réponse fiable à ce besoin mondial. Dans le cadre de la mise au point des nouveaux réacteurs dits de la Génération IV et parmi les six systèmes de réacteurs retenus, la France s'attache notamment à la conception du Very High Temperature Reactor, qui prévoit l'utilisation de matériaux devant résister à plus hautes températures et plus longtemps. Parmi les matériaux existants, AREVA a fait le choix de déterminer le comportement mécanique du Grade 91 (Fe-9Cr-1Mo-Nb-V) pour équiper les gros composants. Ces gros composants sont des structures soudées, si bien que les soudures, points faibles potentiels, doivent être étudiées.

Les trois partenaires industriels (AREVA, CEA, EDF) ont lancé une étude commune en octobre 2005 avec le Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris sur le fluage d'un joint soudé de Grade 91. L'objectif de cette étude est de compléter les données existantes sur le comportement du Grade 91, métal de base et joint soudé, sous une sollicitation de fluage à 500°C pour des durées d'exposition allant jusqu'à 4500 h.

Des essais de vieillissement thermique, de traction et de fluage à 450°C et 500°C, sur du métal de base et du joint soudé ont été réalisés. Différentes géométries d'éprouvettes de fluage de joint soudé ont été testées. Aucune évolution significative de la microstructure n'a été constatée en termes de nature et de taille de précipités et de dimension de la sous-structure par rapport à la microstructure avant essai. Peu d'endommagement par cavitation a pu être mis en évidence. Le mécanisme qui conduit à la ruine finale du matériau après fluage est de type viscoplastique à 500°C, contrairement à 625°C où l'endommagement par cavitation est la cause principale de la rupture des éprouvettes de fluage pour les temps d'exposition les plus longs.

A partir des courbes expérimentales de fluage du métal de base et du joint soudé entier, un modèle phénoménologique de comportement de type Norton à 500°C est proposé. L'exposant de Norton du métal de base est de 19, alors que celui du joint soudé entier est de 18. Ces valeurs suggèrent la présence de contraintes internes et indiquent que le glissement des dislocations peut être le mécanisme qui contrôle la déformation par fluage. Les éprouvettes de joint soudé cassent dans le métal fondu en fluage et dans le métal de base en traction. La zone affectée thermiquement n'a pas de rôle visible dans la résistance de la structure à 500°C, du moins jusqu'à 4500 h. De ce fait, une décomposition en série du comportement en fluage du joint soudé entier peut être faite à l'aide de ceux du métal fondu et du métal de base. Connaissant le comportement du métal de base et du joint soudé entier, il est possible d'ajuster les paramètres du modèle au métal fondu. Une autre méthode d'ajustement des paramètres du métal fondu est également proposée à partir des essais sur une géométrie amincie contenant uniquement du métal fondu. Les résultats de

ces modèles sont cohérents avec les données de la littérature. Ce modèle permet de prédire le temps à rupture à plus long terme, en bon accord avec des résultats du CEA, avec des outils simples de modélisation.

# Abstract

With the increase in worldwide energy demand, the nuclear industry is a way of producing electricity on a large scale and to answer to this need. For the design of a new generation of fission nuclear reactors and among six chosen fission reactor systems, France develops in particular the Very High Temperature Reactor (VHTR) concept. This implies the use of materials that are more and more resistant to high temperature for long-term exposure. AREVA focuses on materials already used in fossil-fuel power plant, so that the mechanical behaviour of Grade 91 (Fe-9Cr-1Mo-Nb-V) has to be investigated. This ferritic-martensitic steel is considered to be a potential candidate for welded components. Such structures are combined with welded joints, which have to be studied.

Three industrial partners (AREVA, CEA, EDF) have launched a study with the Centre des Matériaux in order to investigate the creep of welded joint of Grade 91. The aim of this work is to complete the available database about the mechanical behaviour of Grade 91, base metal and welded joint, during creep tests performed at 500°C up to 4500h exposure.

Thermal aging tests, tensile tests, and creep tests were performed at 450°C and 500°C using both base metal and cross-weld samples. Several geometries of cross-weld creep specimens were tested. The microstructure has not remarkably changed after tests concerning both nature and size of precipitates, and the characteristic size of the matrix sub-structure. The creep damage is not developed in the ruptured specimens after creep tests. Only little damage by cavity nucleation and growth was found in the creep specimens. Creep fracture at 500°C takes place by viscoplastic flow, contrary to tests performed at 625°C where the creep-induced damage governs the creep rupture at least for long-term lifetime.

From creep curves of base metal and cross-weld specimens, a phenomenological model is proposed. The flow rule is a Norton power law with a stress exponent of 19 in the case of base metal and 18 in the case of welded joint. These high values of Norton exponent indicate the existence of internal stress and suggest that the mechanism which governs the creep deformation might be dislocation glide. The rupture of cross-weld creep specimens takes place in the weld metal, whereas it takes place in the base metal after tensile tests. The heat-affected zone has no obvious role in the mechanical strength of cross-weld specimens at 500°C. In this case, the creep behaviour of the weld metal can be deduced from a combination of the welded joint behaviour and the base metal behaviour. These were identified from experimental creep curves. Another method to determine the weld metal behaviour is to fit the model parameters on creep curves obtained from modified specimens used to test only the weld metal. These results are consistent with open literature data. The proposed model allows determination of a rupture time for longer-term exposure with

simple equations and with a good agreement with recent results from CEA.

# Table des matières

<b>partie A</b>	<b>Introduction Générale</b>	<b>1</b>
<b>I</b>	<b>Contexte industriel</b>	<b>3</b>
I.1	Contexte énergétique . . . . .	4
I.2	VHTR, un des six réacteurs du futur . . . . .	5
I.3	Programme ANTARES . . . . .	6
<b>II</b>	<b>Contexte scientifique et démarche adoptée</b>	<b>11</b>
<b>partie B</b>	<b>Microstructure et Comportement du Métal de Base Grade 91 à 450-500°C</b>	<b>17</b>
<b>III</b>	<b>Caractérisation des matériaux de base</b>	<b>19</b>
III.1	Métallurgie des aciers à 9-12% de Chrome . . . . .	21
III.1.1	Objectif principal du développement de ces aciers . . . . .	21
III.1.2	Choix du matériau d'étude . . . . .	23
III.1.3	Composition chimique du Grade 91 . . . . .	26
III.1.4	Structure martensitique du Grade 91 . . . . .	32
III.2	Traitements thermiques des matériaux étudiés . . . . .	34
III.2.1	La normalisation . . . . .	35
III.2.2	Le revenu . . . . .	35
III.2.3	Cas des matériaux de l'étude . . . . .	36
III.3	Diagramme de stabilité des phases à l'équilibre . . . . .	36
III.4	Simulation de la précipitation dans un Grade 91 MBND et MBD . . . . .	38
III.4.1	Rôle des principaux précipités . . . . .	38
III.4.2	Composition des phases principales à l'équilibre . . . . .	40
III.4.3	Prédiction de la précipitation après traitements thermiques . . . . .	43
III.5	Techniques expérimentales . . . . .	50
III.6	Caractérisation métallurgique du MBND . . . . .	53
III.6.1	Structure martensitique en lattes (Microscope Optique) . . . . .	53
III.6.2	Sous-structure et Précipités (Microscope Electronique à Balayage) . . . . .	57
III.6.3	Types de MX (Microscope Electronique en Transmission) . . . . .	60
III.6.4	Quantification en éléments chimiques des différents précipités . . . . .	64
III.6.5	Analyses EBSD . . . . .	65
III.6.6	A l'échelle des dislocations . . . . .	71
III.6.7	Dureté du matériau de base à l'état de réception . . . . .	74
III.6.8	Conclusions sur la microstructure du Métal de Base Non Détensionné . . . . .	77
III.6.9	Ce qu'il faut retenir sur le MBND ... . . . .	78
III.7	Caractérisation métallurgique du MBD . . . . .	79
III.7.1	Tôle de Joint Soudé . . . . .	79



III.7.2	Evolution de la composition chimique dans le sens travers du joint	82
III.7.3	Quantification de la composition chimique des précipités . . . . .	84
III.7.4	Observation de la microstructure . . . . .	86
III.7.5	Evolution de la dureté dans le sens de l'épaisseur . . . . .	93
III.7.6	Essais de flexion par choc sur Métal de Base MBD . . . . .	94
III.7.7	Conclusions sur la microstructure du Métal de Base Détensionné . . . . .	98
III.7.8	Ce qu'il faut retenir sur le MBD ... . . . . .	99
<b>IV</b>	<b>Comportement et microstructure du Métal de Base</b>	<b>101</b>
IV.1	Vieillessement thermique du MBND . . . . .	103
IV.1.1	Causes et effets sur l'évolution métallurgique . . . . .	103
IV.1.2	A l'échelle du grain . . . . .	104
IV.1.3	A l'échelle du sous-grain . . . . .	104
IV.1.4	A l'échelle de la dislocation . . . . .	106
IV.1.5	Analyses EBSD . . . . .	107
IV.1.6	Précipitation . . . . .	111
IV.1.7	Evolution de la dureté . . . . .	115
IV.1.8	Conclusions sur le vieillissement thermique du MBND . . . . .	115
IV.2	Comportement mécanique en traction . . . . .	115
IV.2.1	Propriétés mécaniques du Métal de Base Non Détensionné . . . . .	115
IV.2.2	Propriétés mécaniques du Métal de Base Détensionné . . . . .	116
IV.2.3	Conclusions sur le comportement en traction . . . . .	128
IV.3	Comportement mécanique en fluage . . . . .	129
IV.3.1	Fluage négligeable . . . . .	129
IV.3.2	Etat de l'art sur l'évolution de la microstructure . . . . .	129
IV.3.3	Courbes de fluage . . . . .	131
IV.3.4	Propriétés mécaniques liées au fluage . . . . .	136
IV.3.5	Observation des faciès de rupture . . . . .	137
IV.3.6	Observations de la microstructure . . . . .	142
IV.3.7	Profil de microdureté . . . . .	152
IV.3.8	Conclusions sur le comportement en fluage . . . . .	152
IV.4	Modélisation du comportement en fluage . . . . .	154
IV.4.1	Etapes du dépouillement . . . . .	154
IV.4.2	Hypothèses et Limites de la modélisation . . . . .	154
IV.4.3	Loi de comportement . . . . .	154
IV.4.4	Loi d'écoulement . . . . .	155
IV.4.5	Temps à rupture . . . . .	157
IV.4.6	Conclusions sur le modèle phénoménologique du Grade 91 flué . . . . .	158
IV.5	Conclusions sur le comportement mécanique et l'évolution de la microstructure du Métal de Base . . . . .	159
IV.6	Ce qu'il faut retenir sur le comportement mécanique et l'évolution de la microstructure du Métal de Base ... . . . . .	160
	<b>partie C Microstructure et Comportement du Joint Soudé Grade 91 à 500°C</b>	<b>161</b>
<b>V</b>	<b>Caractérisation du matériau de l'étude</b>	<b>163</b>
V.1	Macrographie du Joint Soudé . . . . .	165
V.1.1	Géométrie et dimensions . . . . .	165

V.1.2	Zones d'extraction des éprouvettes de fluage . . . . .	166
V.2	Effet du soudage sur la microstructure . . . . .	167
V.2.1	D'après des observations macroscopiques . . . . .	167
V.2.2	Une diversité de microstructures . . . . .	167
V.2.3	D'après des observations au microscope optique . . . . .	168
V.2.4	D'après des observations au microscope électronique à balayage . . . . .	169
V.3	Détails sur la microstructure du Joint Soudé . . . . .	170
V.3.1	Zone Affectée Thermiquement . . . . .	170
V.3.2	Métal Fondu . . . . .	180
V.4	Simulation de la microstructure du Joint Soudé . . . . .	188
V.5	Profil de dureté dans le sens travers du Joint Soudé . . . . .	189
V.6	Essai de flexion par choc sur Métal Fondu . . . . .	194
V.6.1	Résistance des joints d'un acier 9Cr . . . . .	194
V.6.2	Essai de choc . . . . .	194
V.7	Conclusions sur la microstructure du Joint Soudé . . . . .	197
V.8	Ce qu'il faut retenir sur le Joint Soudé ... . . . .	198
<b>VI</b>	<b>Comportement et microstructure du Joint Soudé</b>	<b>199</b>
VI.1	Comportement mécanique en traction . . . . .	201
VI.1.1	Géométrie de l'éprouvette . . . . .	201
VI.1.2	Lieu de rupture . . . . .	201
VI.1.3	Courbe de traction . . . . .	201
VI.1.4	Propriétés mécaniques du Joint Soudé . . . . .	202
VI.1.5	Conclusions sur le comportement en traction du Joint Soudé . . . . .	203
VI.2	Comportement mécanique en fluage . . . . .	205
VI.2.1	Géométrie des éprouvettes . . . . .	205
VI.2.2	Fluage sur les éprouvettes lisses ZU80 . . . . .	206
VI.2.3	Fluage sur les éprouvettes entaillées ZU40 . . . . .	210
VI.2.4	Fluage sur les éprouvettes amincies ZU20 . . . . .	214
VI.2.5	Bilan des essais de fluage . . . . .	215
VI.2.6	Observations des faciès de rupture des éprouvettes ZU80 . . . . .	216
VI.2.7	Quantification de l'endommagement . . . . .	216
VI.2.8	Profil de microdureté . . . . .	219
VI.2.9	Observation EBSD sur le Grade 91 Joint Soudé flué . . . . .	221
VI.2.10	Conclusions sur le comportement en fluage du Joint Soudé . . . . .	223
VI.3	Modélisation du comportement en fluage du Joint Soudé . . . . .	223
VI.3.1	Comportement du Joint Soudé entier . . . . .	223
VI.3.2	Comportement du métal fondu - Déduction . . . . .	226
VI.3.3	Comportement du métal fondu - Vérification . . . . .	229
VI.3.4	Synthèse des modélisations sur le Joint Soudé . . . . .	233
VI.4	Conclusions sur le comportement mécanique du Joint Soudé . . . . .	235
VI.5	Ce qu'il faut retenir sur le comportement mécanique et l'évolution de la microstructure du Joint Soudé ... . . . .	237
<b>VII</b>	<b>Conclusions &amp; Perspectives</b>	<b>239</b>
VII.1	Conclusions générales de cette étude . . . . .	240
VII.2	Pour la suite ... . . . .	242

---

<b>partie D</b>	<b>Annexes</b>	<b>257</b>
<b>A</b>	<b>Annexe A : Métal de Base Non Détensionné</b>	<b>259</b>
A.1	Génération des éprouvettes Gleeble . . . . .	260
A.2	Détermination de la taille de grains austénitiques . . . . .	260
A.3	Différents outils d'observations de la microstructure . . . . .	262
A.4	Analyses EBSD . . . . .	264
<b>B</b>	<b>Annexe B : Joint Soudé entier</b>	<b>269</b>
B.1	Evolution de la microstructure dans le sens travers du joint . . . . .	270
B.2	Les zones du joint aux électrons rétrodiffusés . . . . .	276
B.3	Analyses EBSD . . . . .	278
<b>C</b>	<b>Annexe C : Les éprouvettes</b>	<b>281</b>
C.1	Eprouvettes de Métal de Base Détensionné (MBD) . . . . .	282
C.1.1	Eprouvette de traction . . . . .	282
C.1.2	Eprouvette de fluage . . . . .	283
C.1.3	Zones d'extraction des éprouvettes dans la tôle de joint soudé . . . . .	285

# Table des figures

I.1	Part de marché européen de l'énergie nucléaire en 2007 (VON LENSA, 2007) . . . . .	4
I.2	Evolution de la consommation en énergie primaire (CARRE, 2007; MARLAY, 2008; COZZI, 2008) . . . . .	5
I.3	Calendrier des générations de réacteur nucléaire (CARRE, 2007) . . . . .	6
I.4	Schéma du bâtiment contenant les principaux éléments d'un HTR (GTMHR) (SHABER et al., 2003) . . . . .	7
I.5	Partie génératrice de chaleur dans un VHTR ( <a href="http://www2.ing.unipi.it/~d0728">http://www2.ing.unipi.it/~d0728</a> ) . . . . .	7
I.6	Température maximale d'utilisation de diverses nuances d'aciers soumis à une contrainte de 100 MPa pendant 100 000h (temps à rupture) (ENNIS and QUADAKKERS, 2000) . . . . .	8
I.7	Diagramme de GANTT du programme ANTARES (CARRE, 2006) . . . . .	10
III.1	Courbes de Larson-Miller pour différents aciers (YAGI, 2008) . . . . .	21
III.2	A la recherche de la performance (OLSON, 2006) . . . . .	22
III.3	Besoin de matériaux de plus en plus résistant aux conditions de service (Von HAGEN and BENDICK, ) . . . . .	22
III.4	Concept du développement des nuances au Chrome ((MASUYAMA, 2001) et (MIKULOVA, 2005)) . . . . .	24
III.5	Plan de découpe de la tôle de Grade 91 (positions du Métal de Base MBND et du Joint Soudé) (COUDREUSE, 2006) . . . . .	25
III.6	Coupon de la tôle MBND à l'état brut de réception . . . . .	25
III.7	Tôle de Joint Soudé à l'état brut de réception . . . . .	26
III.8	Diagrammes pseudo-binaires Fe-Cr-C à 0.10%C (CRAFTS, 1939; SANDERSON, 1981) . . . . .	27
III.9	Diagramme pseudo-binaire Fe-Cr-C à 5%, 12%, 20% et 30%Cr (CRAFTS, 1939) . . . . .	27
III.10	Diagramme de Schaeffler - Effet de la teneur en éléments d'alliage sur la microstructure du matériau (MEYRICK, 2001) . . . . .	28
III.11	Découpe d'un barreau en 4 morceaux suivant toute l'épaisseur du coupon MBND . . . . .	30
III.12	Evolution de la teneur en Cr et Mo suivant l'épaisseur depuis la face supérieure de la tôle . . . . .	31
III.13	Evolution de la teneur en Mn, Si, V, Al et Ni suivant l'épaisseur depuis la face supérieure de la tôle . . . . .	32
III.14	Changements caractéristiques dans la microstructure d'un acier T9 (Fe-9Cr-1Mo) après fluage : GB = <i>Prior austenite grain boundary</i> , PB = <i>Packet boundary</i> , BB = <i>Block boundary</i> , LB = <i>Lath boundary</i> (IGARASHI et al., 2000) . . . . .	34

III.15	Microstructure typique d'un 9-12%Cr martensitique revenu (MASUYAMA, 2001; ABE et al., 2007; GUPTA and WAS, 2008) . . . . .	35
III.16	Diagramme de stabilité des phases à l'équilibre pour la composition : Fe-0.1C-0.03N-0.4Mn-0.2Si-0.13Ni-8.3Cr-0.95Mo-0.2V-0.075Nb (MatCalc) . . . . .	38
III.17	Illustration schématique d'une courbe vitesse de fluage en fonction du temps avec les interactions des mécanismes de résistance au fluage (IGARASHI et al., 2000) . . . . .	39
III.18	Composition des $M_{23}C_6$ à l'équilibre en fonction de la température (MatCalc) . . . . .	41
III.19	Composition des $MX$ à l'équilibre en fonction de la température (MatCalc) . . . . .	41
III.20	Composition des phases de Laves à l'équilibre en fonction de la température (MatCalc) . . . . .	42
III.21	Traitement thermique de normalisation-revenu de la tôle MBND . . . . .	44
III.22	Evolution de la fraction en éléments dans les $M_{23}C_6$ au cours des traitements thermiques (MatCalc) . . . . .	44
III.23	Evolution de la fraction en éléments dans les $MX$ au cours des traitements thermiques (MatCalc) . . . . .	45
III.24	Distribution des précipités en termes de fraction massique, de rayon moyen, de distance moyenne et de nombre au cours du traitement thermique (MatCalc) . . . . .	45
III.25	Histogramme de distribution des précipités après un traitement de normalisation-revenu (MatCalc) . . . . .	46
III.26	Histoire thermique de la tôle de Joint Soudé . . . . .	46
III.27	Evolution de la teneur en éléments dans les $M_{23}C_6$ au cours du refroidissement après le PWHT (MatCalc) . . . . .	47
III.28	Evolution de la teneur en éléments dans les $MX$ au cours du refroidissement après le PWHT (MatCalc) . . . . .	47
III.29	Distribution des précipités au cours des traitements thermiques de normalisation-revenu-PWHT (MatCalc) . . . . .	48
III.30	Evolution de la répartition du nombre de précipités en fonction du rayon moyen au cours du traitement thermique (MatCalc) . . . . .	49
III.31	Microscope Optique, Metal de base Non Detensionné, attaque Villela . . . . .	53
III.32	Illustration schématique de la microstructure d'aciers ferritiques (MASUYAMA, 2001) . . . . .	54
III.33	Macrographie du barreau en fonction de l'épaisseur, microscope optique (échelle 100 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	55
III.35	Tôle fine de T91 austénitisée à 1050°C, revenue à 675°C. Vitesse de chauffage à l'austénitisation : (a) 10 $\text{K.s}^{-1}$ , (b) 50 $\text{K.s}^{-1}$ , (DANON et al., 2003) . . . . .	55
III.34	Macrographie du bord inférieur de chaque barreau, microscope optique (échelle 20 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	56
III.36	Observation de la microstructure du Métal de Base MBND, (SEM-BSE, polissage OPS) . . . . .	57
III.37	Metal de base Non Détensionné attaqué légèrement au réactif de Villela) . . . . .	57
III.38	Sous-structure du Grade 91, attaque au Villela . . . . .	58
III.39	Taille moyenne d'anciens grains austénitiques, attaque au Villela, SEM-SE sur échantillons massifs . . . . .	58
III.40	Répliques extractives au carbone observées au SEM-FEG . . . . .	59

III.41	Analyse EDX d'un précipité $M_{23}C_6$ sur une réplique extractive au carbone	59
III.42	Spectre EDX d'un précipité $M_{23}C_6$ (KANEKO et al., 2004)	60
III.43	Réplique extractive au carbone observée au TEM, d'après (MITCHELL and SULAIMAN, 2006)	61
III.44	Réplique extractive au carbone observée au TEM du matériau d'étude	62
III.45	Observation TEM sur réplique extractive au carbone d'un Grade 91 à l'état de réception (pas d'indications sur les traitements thermiques) (FURTADO et al., 2007)	62
III.46	Distribution des précipités d'un T91 après 1050°C (austénitisation) et 765°C (revenu) - Rouge ( $M_{23}C_6$ ), Bleu (VX), Vert (NbX) (SAWADA et al., 2008)	63
III.47	Spectres EDX d'un V-Wing observé au TEM sur réplique extractive au carbone	63
III.48	Spectres EDX des différents types de précipités d'un Grade 91 vers le deuxième quart d'épaisseur de la tôle, TEM sur répliques extractives	67
III.49	Quantification en éléments chimiques des divers précipités du Métal de Base MBND, excepté le Carbone	68
III.50	Cartographie EBSD d'un Grade 91 (GAFFARD, 2004)	68
III.51	Orientation des grains avec superposition de la microstructure sous-jacente (figure de pôle inverse suivant la normale à l'échantillon)	69
III.52	Désorientation interne (en degrés) des grains avec superposition de la microstructure sous-jacente	69
III.53	Distribution de la désorientation interne des grains dans le MBND	70
III.54	Cliché TEM d'un grade 91 normalisé-revenu (1050°C 15 min, 750°C 1h) (CERRI et al., 1998)	72
III.55	Sous-grains d'un P91 alignés dans la direction des lattes, formation de cellule de dislocations - P91 1062°C/1.1h - air - 762°C/2.2h - air (ZEMAN et al., 2007)	72
III.56	Observations TEM de la sous-structure d'un Grade 91 (GUPTA and WAS, 2008)	73
III.57	Schéma des empreintes de macrodureté pour chacun des 4 échantillons	74
III.58	Evolution de la microdureté en fonction de l'épaisseur de la tôle	76
III.59	(a) : Procédé schématisé du soudage SAW (GODIN, 2000); (b) : Détail de l'électrode (SYMOP, )	79
III.60	Métal de Base d'un Grade 91 normalisé (1080°C) - revenu (750°C/1h) (SIREESHA et al., 2001)	81
III.61	Métal Fondu d'un Grade 91 Joint Soudé à l'état brut de soudage (SIREESHA et al., 2001)	81
III.62	Weld Metal d'un Grade 91 normalisé (1080°C) - revenu (750°C/1h) apres un traitement PWHT (760°C/6h) (SIREESHA et al., 2001)	82
III.63	Réception des 4 blocs de la tôle de Joint Soudé	82
III.64	Répérage des 5 zones d'analyses par microsonde de Castaing	83
III.65	Quantification en éléments chimiques des divers précipités du métal MBND et du métal MBD	85
III.66	Schéma illustrant la microstructure d'un Joint Soudé, d'après (SELIGER and GAMPE, 2002)	86
III.67	Micrographie TEM d'un Joint Soudé de Fe-9Cr-1Mo modifié ayant subi un PWHT à 750°C/1h (SHIUE et al., 2000)	87

III.68	Métal de Base observé au microscope optique, (a) : zone extraite d'un Joint Soudé de Grade 91 (1060°C/6h + 770°C/4h + 760°C/1h); (b) : zone extraite au centre de l'échantillon dans la zone des 30 mm du bord supérieur (bloc 4 barreau n°2) . . . . .	88
III.69	Microstructure du MBD observée au SEM-SE (au centre de l'échantillon dans la zone des 30 mm du bord supérieur - bloc 4 barreau n°2) . . . . .	89
III.70	Microstructure en lattes du MBD, SEM-BSE . . . . .	89
III.71	Réplique extractive au carbone (TEM, mode imagerie standard en champ clair) . . . . .	90
III.72	Précipités $M_{23}C_6$ sur réplique extractive au carbone (TEM, mode imagerie standard en champ clair) . . . . .	90
III.73	Observations de VX sur réplique extractive au carbone (EFTEM) . . . . .	91
III.74	Ensemble de précipités sur réplique extractive au carbone (STEM) . . . . .	91
III.75	V-Wing sur réplique extractive au carbone (STEM) . . . . .	91
III.76	NbX et $M_{23}C_6$ sur réplique extractive au carbone (STEM) . . . . .	92
III.77	Indice de la qualité (IQ) et Indice de confiance (CI) des clichés de diffraction EBSD sur le matériau MBD . . . . .	92
III.78	Cartographie IPF des orientations du matériau MBD . . . . .	93
III.79	Cartographie des désorientations internes du MBD avec la superposition du cliché des indices de qualité . . . . .	93
III.80	Superposition du profil de dureté dans le sens de l'épaisseur du métal MBND et du métal MBD . . . . .	94
III.81	Macrographie des faciès de rupture après essai Charpy (MBD, température ambiante) . . . . .	95
III.82	Pointe de l'entaille de l'éprouvette utilisée pour l'essai Charpy après rupture (SEM-FEG) montrant une rupture transgranulaire par clivage . . . . .	96
III.83	Spectres de MnS dans la zone de clivage . . . . .	97
III.84	Spectre d'un $Al_2O_3$ dans la zone de clivage . . . . .	97
IV.1	Faciès de rupture d'une éprouvette Charpy de métal MBND vieilli (500°C, 12 208h) . . . . .	103
IV.2	Microstructures observées au SEM après un vieillissement à 500°C pendant (a) 500h; (b) 10 000h (PAUL et al., 2008) . . . . .	104
IV.3	Microstructure observée au microscope optique, au SEM-SE et SEM-BSE après un vieillissement à 500°C pendant 12 208h (polissage OPS, attaque chimique au Villela) . . . . .	105
IV.4	Evolution des sous-grains après vieillissement statique à 500°C pendant 12 208h (SEM-BSE) : (a) et (b) Matériau non vieilli; (c) et (d) Matériau vieilli . . . . .	105
IV.5	Détails de la microstructure du Grade 91 MBND vieilli pendant 12 208h à 500°C (SEM-BSE) . . . . .	106
IV.6	Microstructures observées au TEM (champ clair sur lames minces) après un vieillissement à 500°C pendant 10 000h : (a) Cellules de polygonisation; (b) Structures en lattes (PAUL et al., 2008) . . . . .	107
IV.7	Cliché de repérage de la zone d'analyse (SEM-SE) . . . . .	107
IV.8	Cartographie des orientations dans le Grade 91 vieilli 12 208h à 500°C . . . . .	108
IV.9	Cartographie des orientations dans le Grade 91 non vieilli et vieilli 12 208h à 500°C . . . . .	108
IV.10	Cartographie des désorientations internes du MBND non vieilli et vieilli 12 208h à 500°C, superposition du cliché IQ . . . . .	109

IV.11	Répartition des angles de désorientations internes dans le Grade 91 vieilli 12 208h à 500°C . . . . .	109
IV.12	Répartition de la taille de grains dans le Grade 91 non vieilli et vieilli 12 208h à 500°C . . . . .	110
IV.13	Distribution des carbures après vieillissement à 500°C pendant (a) 1000h; (b) 5000 h; (c) 10 000h; (d) spectre d'une phase de Laves (PAUL et al., 2008) . . . . .	111
IV.14	Microstructure d'échantillons massifs de métal MBND, MBD et MBND vieilli à 500°C pendant 12 208h (SEM-FEG) . . . . .	112
IV.15	Superposition des spectres de $M_{23}C_6$ (gauche) et de MX (droite), spectrométrie en dispersion d'énergie des rayons X (SEM-FEG) . . . . .	113
IV.16	Suspicion de phases de Laves . . . . .	114
IV.17	Propriétés en traction du Grade 91 sur des plaques, barres ou tubes à différentes températures (SIKKA et al., 1981) - Vitesse de sollicitation : $0.24 s^{-1}$ . . . . .	117
IV.18	Propriétés en traction du Grade 91 (BOOKER et al., 1981) - pas de donnée sur la vitesse de sollicitation . . . . .	117
IV.19	Zone d'extraction des éprouvettes de traction . . . . .	118
IV.20	Courbe de traction à 25°C du Métal de Base Détensionné, $\dot{\epsilon} = 10^{-3}s^{-1}$ . . . . .	119
IV.21	Courbe de traction, Métal de Base Détensionné, 450°C, $\dot{\epsilon} = 10^{-2}s^{-1}$ à $10^{-4}s^{-1}$ (CDM) . . . . .	120
IV.22	Courbe de traction, Métal de Base Détensionné, 500°C, $\dot{\epsilon} = 10^{-2}s^{-1}$ à $10^{-5}s^{-1}$ (CDM) . . . . .	120
IV.23	Courbes de traction des essais EDF à différentes températures et à différentes vitesses de sollicitation . . . . .	121
IV.24	Influence de la température pour une vitesse de déformation constante $\dot{\epsilon} = 10^{-3}s^{-1}$ . . . . .	122
IV.25	Superposition des propriétés mécaniques du Grade 91 de cette étude avec les données du NIMS (1060°C (90 min) + 760°C (60 min) + 730°C (8.4 h)) . . . . .	123
IV.26	Observations des faciès de rupture (CDM) . . . . .	125
IV.27	Observations des cupules ductiles sur les éprouvettes tractionnées au CDM . . . . .	126
IV.28	Spectre de MnS après traction à l'ambiante, $10^{-3}s^{-1}$ . . . . .	126
IV.29	Spectre d' $Al_2O_3$ apres traction à 500°C, $10^{-4}s^{-1}$ . . . . .	127
IV.30	Analyse de tailles des grosses cupules, température ambiante, $\dot{\epsilon} = 10^{-3}s^{-1}$ . . . . .	127
IV.31	Eprouvettes fluées de Métal MBD à 500°C . . . . .	131
IV.32	Courbes de fluage à 500°C, Métal de Base Détensionné . . . . .	132
IV.33	Courbes de fluage, Métal de Base Détensionné, superposées avec celles du NIMS (KIMURA et al., 2008) . . . . .	133
IV.34	Temps à rupture à plus ou moins long terme d'un Grade 91 flué à 500°C; (YAGI, 2008; YAGI, 2006; KIMURA et al., 2008; WATANABE et al., 2006; KIMURA, 2005; KIMURA et al., 2000; BOOKER et al., 1981; GUPTA and WAS, 2008; HOLDSWORTH, 2005; HANEY et al., ress) . . . . .	134
IV.35	Contrainte appliquée en fonction du temps à rupture pour un Grade 91 flué à différentes températures (BOOKER et al., 1981) . . . . .	135
IV.36	Allongement à rupture et Réduction de section pour un Grade 91 flué à différentes températures (SIKKA et al., 1981) . . . . .	137



IV.37	Contraintes appliquées pour un temps à rupture donné en fonction de la température d'essais pour un Grade 91 . . . . .	138
IV.38	Courbe de Larson-Miller (pas d'infos sur les traitements thermiques) (MANNAN et al., 2003) . . . . .	139
IV.39	Evolution de la réduction de section au cours du temps d'exposition (Di GIANFRANCESCO et al., 2005) . . . . .	139
IV.40	Isotropie des faciès de rupture des éprouvettes fluées (SEM-SE) . . . . .	140
IV.41	Caractère ductile des faciès de rupture des éprouvettes fluées (SEM-SE)	140
IV.42	Inclusions sur le faciès d'une éprouvette de Grade 91 fluée jusqu'à 1546 h à 500°C (SEM-SE) . . . . .	141
IV.43	Observation d'une coupe longitudinale suivant son axe d'une éprouvette de Grade 91 fluée jusqu'à 1546 h à 500°C (SEM-SE) . . . . .	142
IV.44	Fraction surfacique maximale de porosité sur l'éprouvette 270 MPa fluée à 500°C pendant 4317 h : 5.3% . . . . .	144
IV.45	Evolution de la fraction de cavités le long de l'axe de l'éprouvette pour différents paramètres de fluage (500°C) . . . . .	145
IV.46	Clichés des indices de qualité de clichés EBSD pour différentes zones d'éprouvette avec la superposition des joints de désorientation : 3° à 5° (bleu), 5° à 10° (rouge) et > 10° (noir) . . . . .	146
IV.47	Cartographie des orientations pour différentes zones d'éprouvette . . . . .	146
IV.48	Cartographie des désorientations internes pour différentes zones d'éprouvette : < 1° (bleu), 1° à 2° (vert), 2° à 3° (jaune), 3° à 4° (orange)	147
IV.49	Spectres EDX de M <sub>23</sub> C <sub>6</sub> et (V,Nb)C rencontrés dans un Grade 91 après fluage à 566°C pendant 7 308 h (175 MPa) (aucune indication sur les paramètres temps-contrainte) (FURTADO et al., 2003) . . . . .	147
IV.50	Précipités principaux d'un Grade 91 flué à 500°C pendant 4317 h (réplique extractive, STEM+EDX) . . . . .	148
IV.51	Identification de potentielles phases de Laves (STEM+EDX) . . . . .	149
IV.52	Identification de phases de Laves (STEM+EDX) . . . . .	150
IV.53	Identification de phases de Laves (points 1 et 2, STEM+EDX) . . . . .	150
IV.54	Observations en mode EFTEM sur une réplique extractive du matériau MBD flué à 500°C pendant 4317 h . . . . .	151
IV.55	Observation en mode EFTEM sur une réplique extractive du matériau MBD flué à 500°C pendant 4317 h . . . . .	151
IV.56	Profil longitudinal de microdureté sur éprouvettes MBD fluées . . . . .	153
IV.57	Modélisation des stades primaire et secondaire de fluage, 500°C, 4317 h	155
IV.58	Vitesse minimale de fluage en fonction de la contrainte appliquée (MBD)	156
IV.59	Exposant de Norton en fonction de la température d'essais, d'après (CADEK et al., 1997) . . . . .	157
IV.60	Prédiction de la durée de vie du métal MBD à 500°C (CIPOLLA and GABREL, 2005; HANEY et al., ress) . . . . .	158
V.1	Macrographie du Joint Soudé et ses dimensions caractéristiques . . . . .	165
V.2	Vues dans deux directions des différentes passes de soudage . . . . .	166
V.3	Schéma illustrant la microstructure d'un Joint Soudé, d'après (SELIGER and GAMPE, 2002) . . . . .	168
V.4	Microstructure à travers un Joint Soudé de Grade 91 (1060°C/6h + 770°C/4h + 760°C/1h) (CHANDRAVATHI et al., 2001) . . . . .	169
V.5	Evolution de la microstructure dans le sens travers du joint, partie haute du second tiers d'épaisseur . . . . .	170

V.6	Evolution de la microstructure dans le sens travers du joint, partie basse du second tiers d'épaisseur . . . . .	170
V.7	Zone de transition entre Métal Fondu et ZAT, microscope optique, attaque Villela . . . . .	171
V.8	Découpes d'un barreau ZU100 usiné dans le sens travers du joint . . . . .	171
V.9	Microstructures de l'ICHAZ et de la CGHAZ sur échantillons massifs (SEM-SE, SEM-BSE) . . . . .	172
V.10	Microstructure de l'ICHAZ et de la CGHAZ sur répliques extractives (SEM-SE) . . . . .	173
V.11	Tailles de quelques précipités récupérés par répliques extractives (SEM-SE) . . . . .	173
V.12	Microstructures observées sur répliques extractives (STEM) . . . . .	174
V.13	Analyses EDX sur quelques précipités (répliques extractives, EDX+STEM) . . . . .	175
V.14	Indice de la qualité (IQ) et Indice de confiance (IC) des clichés de diffraction EBSD de la CGHAZ . . . . .	176
V.15	Cartographie des orientations de la CGHAZ avec la superposition du cliché des indices de qualité . . . . .	176
V.16	Cartographie des désorientations internes de la CGHAZ avec la superposition du cliché des indices de qualité . . . . .	177
V.17	Distribution de la désorientation dans la CGHAZ . . . . .	177
V.18	Indice de la qualité (IQ) et Indice de confiance (IC) des clichés de diffraction EBSD de l'ICHAZ . . . . .	178
V.19	Cartographie des orientations de l'ICHAZ avec la superposition du cliché des indices de qualité . . . . .	178
V.20	Cartographie des désorientations de l'ICHAZ avec la superposition du cliché des indices de qualité . . . . .	178
V.21	Distribution de la taille de grains dans l'ICHAZ . . . . .	179
V.22	Distribution de la désorientation dans l'ICHAZ . . . . .	179
V.23	Microstructure du Métal Fondu . . . . .	180
V.24	Microstructure du Métal Fondu sur échantillons massifs . . . . .	181
V.25	Répliques extractives observées au SEM sur du Métal Fondu . . . . .	182
V.26	Précipités du Métal Fondu sur réplique extractive (SEM-FEG) . . . . .	182
V.27	Analyses EDX sur répliques extractives de Métal Fondu (à remplacer par 2 spectres seulement) . . . . .	183
V.28	Indice de la qualité (IQ) et Indice de confiance (IC) des clichés de diffraction EBSD du Métal Fondu dans la zone à gros grains colonnaires . . . . .	184
V.29	Cartographie des orientations du Métal Fondu dans la zone à gros grains colonnaires . . . . .	185
V.30	Cartographie des désorientations du Métal Fondu dans la zone à gros grains colonnaires . . . . .	185
V.31	Indice de la qualité (IQ) et Indice de confiance (IC) des clichés de diffraction EBSD du Métal Fondu dans la zone à petits grains . . . . .	186
V.32	Cartographie des orientations de la zone à petits grains . . . . .	186
V.33	Cartographie des désorientations de la zone à petits grains . . . . .	187
V.34	Evolution de la température maximale en fonction de la distance à la ligne de fusion . . . . .	188
V.35	Evolution de la température en fonction du temps à 4 mm de la ligne de fusion (limite entre ICHAZ et Métal de Base) . . . . .	189

V.36	Cartographie des vitesses de propagation des ondes ultrasonores dans le Métal Fondu (KUMAR et al., 2003) . . . . .	189
V.37	Profil de microdureté HV0.5 dans le sens travers du joint . . . . .	190
V.38	Comparaison de la microdureté du joint avec la littérature (RAJ et al., 2004; LAHA et al., 1995; SIREESHA et al., 2001; CHANDRAVATHI et al., 2001) . . . . .	191
V.39	Evolution de la microdureté dans le sens travers du joint . . . . .	191
V.40	Cartographie de la microdureté dans le plan (T;S) . . . . .	192
V.41	Evolution dans le sens de l'épaisseur et suivant la direction T de la microdureté du joint . . . . .	192
V.42	Superposition des points de dureté avec la microstructure et la cartographie de dureté . . . . .	193
V.43	Eprouvette de Métal Fondu testée par choc, Attaque au réactif Villela . . . . .	194
V.44	Porosités sur le faciès de rupture (SEM) . . . . .	195
V.45	Mise en évidence de la taille caractéristique du Métal Fondu . . . . .	196
VI.1	Rupture dans le Métal de Base d'une éprouvette de Joint Soudé (500°C, $\dot{\epsilon} = 10^{-5} s^{-1}$ ) . . . . .	201
VI.2	Courbes de traction à 500°C du Joint Soudé entier et du métal MBD (CDM, $\dot{\epsilon} = 10^{-5} s^{-1}$ , 500°C) . . . . .	202
VI.3	Schémas des éprouvettes de fluage de Joint Soudé . . . . .	206
VI.4	Courbes de fluage sur Joint Soudé entier réalisé sur la géométrie ZU80 à 500°C (EDF Les Renardières) . . . . .	207
VI.5	Eprouvettes ZU80 rompues après fluage à 500°C et 625°C laissées entières ou coupées, polies et attaquées au réactif de Villela et perchlorure de fer . . . . .	207
VI.6	Evolution dans le sens travers (direction T) de la tôle mère de la dureté de l'éprouvette fluée à 625°C par rapport à celle du matériau avant essai . . . . .	208
VI.7	Comparaison des courbes de fluage à 500°C et à 625°C pour un temps d'exposition d'environ 1000 h . . . . .	209
VI.8	Courbes contrainte vs temps à rupture de 500 à 600°C avec indication du lieu de rupture dans un joint Grade 91 (YAGI, 2006; KIMURA et al., 2008; WATANABE et al., 2006; KIMURA, 2005; KIMURA et al., 2000) . . . . .	210
VI.9	Courbes de fluage à 500°C sur des éprouvettes à double entaille (JS-NC1.2-ZU40, CDM) . . . . .	211
VI.10	Zones de rupture des éprouvettes JS-NC1.2-ZU40 fluées à 500°C (CDM) . . . . .	212
VI.11	Superposition sur la figure VI.8 des données des éprouvettes entaillées . . . . .	213
VI.12	Courbes de fluage à 500°C avec une géométrie d'éprouvettes JS-ZU20 amincies dans le métal fondu . . . . .	214
VI.13	Zones de rupture des éprouvettes JS-ZU20 fluées à 500°C (EDF) . . . . .	215
VI.14	Superposition sur la figure VI.11 des données des éprouvettes amincies dans le métal fondu ZU20 . . . . .	215
VI.15	Ductilité des faciès de rupture, fluage à 500°C de Joint Soudé sur éprouvettes lisses ZU80, EDF . . . . .	217
VI.16	Fraction surfacique maximale de porosité sur l'éprouvette de Joint Soudé fluée à 250 MPa pendant 1796 h . . . . .	218
VI.17	Evolution de la fraction surfacique de cavités le long de l'axe central d'éprouvettes fluées . . . . .	219
VI.18	Disparition de l'overmatching après fluage, éprouvettes ZU80 . . . . .	220

VI.19	Comparaison de l'évolution de dureté dans le sens travers joint avec la littérature (LAHA et al., 1995) . . . . .	220
VI.20	Cartographies EBSD de différentes zones de l'éprouvette fluée à 500°C jusqu'à 2911h . . . . .	222
VI.21	Exemples de modélisation des stades primaire et secondaire pour différentes contraintes appliquées . . . . .	224
VI.22	Comparaison des premières heures de fluage à 210 MPa entre l'expérience et le modèle . . . . .	225
VI.23	Vitesse minimale de fluage en fonction de la contrainte appliquée (Joint Soudé entier) . . . . .	225
VI.24	Prédiction de la durée de vie du Joint Soudé entier . . . . .	226
VI.25	Illustration de l'hypothèse de décomposition de la ZAT utilisée dans la modélisation du comportement du métal fondu (MF) . . . . .	227
VI.26	Vitesse minimale de fluage en fonction de la contrainte appliquée - Ajustement : Métal Fondu déduit des essais sur Joint Soudé entier - Experience : points du Joint Soudé entier ZU80 . . . . .	228
VI.27	Prédiction de la durée de vie du métal fondu . . . . .	229
VI.28	Schéma illustrant la géométrie des éprouvettes ZU20 . . . . .	229
VI.29	Vitesse minimale de fluage en fonction de la contrainte appliquée dans la section minimale (Métal Fondu, ZU20) . . . . .	232
VI.30	Prédiction de la durée de vie du métal fondu . . . . .	233
VI.31	Vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée suivant les ajustements effectués . . . . .	234
VI.32	Prédiction de la durée de vie du métal fondu suivant les ajustements effectués . . . . .	234
A.1	Clichés du matériau MBND et ses découpes . . . . .	260
A.2	Méthode des intercepts par lignes horizontales . . . . .	261
A.3	Microstructure de la même zone de métal de base MBND observée avec différentes techniques . . . . .	262
A.4	Microstructure du MBND observée au BSE-SEM (gauche) et SE-SEM (droite) . . . . .	263
A.5	Exemple d'un cliché de diffraction avec ses pseudos-bandes de Kikuchi (Source : <a href="http://www.edax.com/products/tsl.cfm">http://www.edax.com/products/tsl.cfm</a> ) . . . . .	265
A.6	Exemple d'un cliché d'indices de la qualité (IQ) et d'indices de confiance (CI) des clichés de diffraction du matériau MBD . . . . .	265
A.7	Exemple d'un cliché IPF de désorientations internes du métal MBD . . . . .	266
A.8	Exemple d'une cartographie des désorientations internes du métal MBD avec la superposition du cliché IQ . . . . .	266
A.9	Exemple d'une cartographie EBSD, cliché IPF, d'une observation au microscope optique et d'une observation au BSE-SEM de la même zone . . . . .	268
B.1	EBSD du métal fondu ( $245.4 \mu\text{m} \times 172.5 \mu\text{m}$ avec une résolution de $0.3 \mu\text{m}$ ) . . . . .	278
B.2	EBSD sur le métal fondu, $1080 \times 1080 \mu\text{m}^2$ , pas de $0.750 \mu\text{m}$ . . . . .	279
C.1	Géométrie des éprouvettes de traction . . . . .	282
C.2	Géométrie des éprouvettes de fluage de métal MBD (MBD-ZU36) . . . . .	283
C.3	Géométrie des éprouvettes de fluage de joint soudé entier (JS-ZU80) . . . . .	283
C.4	Géométrie des éprouvettes de fluage de métal fondu (JS-ZU20) . . . . .	284

---

C.5	Géométrie des éprouvettes de fluage à deux entailles : l'une dans la ZAT, l'autre dans le métal fondu (JS-NC1.2-ZU40) . . . . .	284
C.6	Photo de la tôle de Joint Soudé réceptionné au Centre des Matériaux avec ses repères . . . . .	285
C.7	Repérage des éprouvettes de traction TR2, TC6 et de fluage ZU36 (Bloc 4, Oreillette gauche, MBD) . . . . .	285
C.8	Positionnement des éprouvettes de traction TR2, TC6 et de fluage ZU36 (Bloc 4, Oreillette gauche, MBD) . . . . .	286
C.9	Repérage et positionnement de la première série d'éprouvettes de fluage ZU80 (Bloc 4, JS) . . . . .	286
C.10	Repérage dans le Bloc 4 des différentes éprouvettes (1/2) . . . . .	287
C.11	Repérage dans le Bloc 4 des différentes éprouvettes (2/2) . . . . .	287
C.12	Repérage et positionnement de la seconde série d'éprouvettes de fluage ZU80 (Bloc 3, JS) . . . . .	288
C.13	Repérage et positionnement des éprouvettes de fluage NC1.2-ZU40 (Bloc 3, JS) . . . . .	288
C.14	Repérage et positionnement des éprouvettes de fluage ZU20 (Bloc 3, JS)	289
C.15	Repérage dans le Bloc 3 des différentes éprouvettes . . . . .	289

# Liste des tableaux

II.1	Températures et pressions de service dans un VHTR, d'après (HAYNER et al., 2005) . . . . .	12
III.1	Compositions fournies par le fabricant : spécification et coulée réelle (COUDREUSE, 2006; SIKKA et al., 1981; MURASE et al., 1981) . . . . .	30
III.2	Composition moyenne massique des 4 échantillons notés 10 à 40 . . . . .	30
III.3	Composition chimique moyenne des divers types de précipités . . . . .	64
III.4	Barreau 1, de la cote $z = 0$ à 33 mm . . . . .	74
III.5	Barreau 2, de la cote $z = 33$ à 66 mm . . . . .	75
III.6	Barreau 3, de la cote $z = 66$ à 99 mm . . . . .	75
III.7	Barreau 4, de la cote $z = 99$ à 140 mm . . . . .	75
III.8	Résumé des valeurs de dureté HV0.5 et HV10 du MBND . . . . .	75
III.9	Compositions chimiques du fil et de la coulée (% massique) (PIERRON, 2006) . . . . .	80
III.10	Compositions chimiques déterminées par microsonde de Castaing dans le sens T du Joint Soudé, Centre des Matériaux . . . . .	83
III.11	Energie à rupture lors d'essais Charpy, Métal de Base Non Détensionné (COUDREUSE, 2006) . . . . .	95
IV.1	Composition moyenne (% massique) en éléments métalliques dans un Grade 91 vieilli (500°C, 12 208h) (cette étude) et extraite de la littérature : [1] : (HOMOLOVA et al., 2003); [2] : (SAWADA et al., 2008) . . . . .	113
IV.2	Microdureté du Grade 91 à l'état de réception et vieilli 12 208h à 500°C	115
IV.3	Traction sur éprouvettes usinées dans le sens travers T - Vitesse de chargement non communiquée (COUDREUSE, 2006) . . . . .	116
IV.4	Propriétés de traction à température ambiante d'un Grade 91, données issues de la littérature : [1] : (MEGUSAR et al., 1984); [2] : (GUPTA and WAS, 2008); [3] (ORLOVA et al., 1998) . . . . .	116
IV.5	Paramètres géométriques des éprouvettes de traction . . . . .	118
IV.6	Mesures des longueurs à rupture et diamètres dans la zone strictionnée des éprouvettes de traction (CDM) . . . . .	121
IV.7	Propriétés de traction d'un T91 testé à 450°C (GAFFARD, 2004) . . . . .	123
IV.8	Propriétés mécaniques du Métal de Base Détensionné. Les données du fournisseur (1) concernent le Métal de Base Non Détensionné. . . . .	124
IV.9	Paramètres et résultats des essais de fluage, Métal de Base Détensionné, EDF . . . . .	136
IV.10	Ajustement des paramètres $E_0$ , $Q$ , $\tau$ et $\dot{\epsilon}_{ss}$ en fonction des essais de fluage à 500°C . . . . .	155

VI.1	Propriétés mécaniques à 500°C du MBD, du Joint Soudé et des différentes zones simulées de la ZAT d'après (LAHA et al., 1995) . . . . .	203
VI.2	Données géométriques des 3 types d'éprouvettes testées de Joint Soudé	206
VI.3	Paramètres des essais de fluage retenus sur la géométrie à double entaille	211
VI.4	Paramètres des essais de fluage retenus sur la géométrie affinée dans le métal fondu . . . . .	214
VI.5	Synthèse des données de fluage sur Joint Soudé, EDF et CDM . . . . .	216
VI.6	Ajustement des paramètres $E_0$ , $Q$ , $\tau$ et $\dot{\epsilon}_{ss}$ en fonction des essais de fluage à 500°C . . . . .	224
VI.7	Valeurs approchées de $I_n$ pour quelques valeurs de l'exposant de Norton $n_{MF}$ du métal fondu . . . . .	231
VI.8	Ajustement des paramètres $E_0$ , $Q$ , $\tau$ et $\dot{\epsilon}_{ss}^{mes}$ pour le comportement du métal fondu flué à 500°C . . . . .	232

*A mes grands-parents,  
A mes parents,  
A Emma.*

*A tous ceux qui se reconnaîtront à travers ce manuscrit.*





# Notations

<b>CGHAZ</b>	: Zone Affectée Thermiquement à Gros Grains
<b>ICHAZ</b>	: Zone Affectée Thermiquement chauffée dans le domaine intercritique
<b>EDX</b>	: Analyse par spectrométrie d'énergie dissipée des rayons X
<b>EFTEM</b>	: Microscope Electronique en Transmission, imagerie en mode énergie filtrée
<b>HAZ</b>	: Zone Affectée Thermiquement
<b>MBD</b>	: Métal de Base Détensionné
<b>MBND</b>	: Métal de Base Non Détensionné
<b>PWHT</b>	: Traitement Thermique Post Soudage
<b>SEM</b>	: Microscope Electronique à Balayage
<b>SEM-BSE</b>	: Microscope Electronique à Balayage, imagerie en mode électrons rétrodiffusés
<b>SEM-FEG</b>	: Microscope Electronique à Balayage disposant d'un canon à émission de champ
<b>SEM-SE</b>	: Microscope Electronique à Balayage, imagerie en mode électrons secondaires
<b>STEM</b>	: Microscope Electronique en Transmission, imagerie en mode balayage
<b>TEM</b>	: Microscope Electronique en Transmission
<b>WM</b>	: Métal Fondu
<b>WJ</b>	: Joint Soudé
<b>ZAT</b>	: Zone Affectée Thermiquement

Sauf mention contraire, les teneurs en éléments chimiques sont données en pourcentage massique.



# Remerciements

**J**e suis convaincu qu'une thèse est une aventure humaine au même titre qu'une aventure scientifique. La thèse fait probablement peur dans le monde actuel, du côté des étudiants ou des industriels, mais elle a l'unique avantage de former le doctorant à ce monde aussi bien en termes de compétences intellectuelles que de compétences humaines et managériales. Le doctorat donne l'opportunité au thésard de se concentrer sur un sujet pendant trois années avec les mêmes impératifs qu'une mission dans l'industrie en termes de coûts et de délais. Personnellement, cette thèse m'a grandit et je souhaite remercier l'ensemble de toutes les personnes que j'ai croisé durant ces années. Ces quelques lignes ont la volonté de traduire un sentiment simple mais profond et sincère, qui s'adresse à chacun de vous qui se reconnaîtra à travers ce manuscrit.

Je souhaite, tout d'abord, témoigner de ma reconnaissance envers M. André PINEAU qui a accepté d'être membre du jury de cette thèse au titre d'examineur et de président. C'est avec une vive émotion que j'ai présenté mes travaux sous votre regard aiglé, expert, entre autres choses, des aciers 9Cr. Je remercie également les deux rapporteurs qui ont accepté sans hésitation leur rôle : Mme Suzanne DEGALLAIX et M. Ivan GUILLOT. J'ai été heureux, M. GUILLOT, de présenter mon étude sur le Grade 91, vous qui m'avait suivi lors de mon stage de master II dans une étude microstructurale d'un acier au Chrome également. Je tiens à vous remercier, chers rapporteurs, pour la lecture critique de mon manuscrit, pour la qualité scientifique de vos écrits, et pour les discussions intéressantes et passionnées que nous avons eu en séance.

Cette thèse était en partenariat avec les trois acteurs majeurs du monde du nucléaire : AREVA, CEA et EDF. Aussi, je tiens à remercier chacun des représentants de ce partenariat pour toutes les interactions que nous avons eu. Même si Sophie tu n'as pu te joindre à nous le 23 mars 2009, merci pour les liens que nous avons tissés durant ces trois ans, et merci de m'avoir encouragé notamment pour participer à une conférence exceptionnelle sur le fluage qu'est l'ECCC. Yves, j'espère que le soleil de Cadarache va t'illuminer le chemin de l'unification des deux modèles de comportement en fluage à 500°C et 600°C du Grade 91. Je te souhaite plein de courage, je reste à ta disposition pour toutes questions, et c'est avec honneur que je te témoigne toute ma gratitude pour le suivi dont tu as fait preuve. Yann, j'espère que le synchrotron Soleil de Saclay va également illuminer ton chemin vers ... les ODS, puisque pour toi à présent, les 9Cr n'ont plus rien à cacher. Tu es en fait le principal couplable, mais pas unique, de m'avoir transmis cette flamme des 9Cr qui brille dans notre cœur, bien plus que celle des 12Cr ! Ce manuscrit est la preuve que tu as réussi à me transmettre, toi, Vicky et tout le LA2M, ce taux d'excitation du quasi-infiniment petit. Charles, toi qui m'a fait frémir cette matinée du 23 mars, en me torturant l'esprit sur le traitement de données de fluage que nous avons mis en place dans cette thèse, toi qui m'a accueilli au département MMC du site des Renardières, toi le mécanicien...

merci du fond du cœur pour toutes les relations scientifiques qui se sont nouées entre nous durant ces années. Je suis très heureux aujourd'hui de te compter parmi mes collègues, même si tu t'écartes du chemin royal du Grade 91 pour prendre 2% de tungstène en plus ... Aaaaah le Grade 92, comme je te comprends! Enfin, je terminerai ce paragraphe en remerciant mes directeurs de thèse Anne-Françoise et Jacques. En arrivant au Centre des Matériaux, je voulais faire cette thèse avec ces directeurs, et personne d'autres. J'ai été donc très heureux de partager, d'échanger ces trois années avec vous. Etre thésard, ce n'est pas facile; être directeur de thèse ça ne l'est pas moins non plus. Au final, je garderai un souvenir imperissable de deux personnes qui ont la même vision de la direction de thèse, le même dynamisme (*pas facile d'en placer une en réunion*) dont l'une qui se dévoue corps et âme à la microstructure des matériaux et à l'enseignement dans ce domaine, l'autre aux comportements de ceux-ci et qui a su me transmettre le virus fou de la *python attitude*. Réunis, nous avons un duo de choc avec des compétences scientifiques pointues; chers thésards, il va falloir s'accrocher! J'espère que nous garderons, tous, des relations scientifiques ou amicales de premier ordre, afin de satisfaire notre désir commun de *Savoir et Comprendre*. Mesdames et Messieurs les membres du jury, **Merci!**

J'ai le sentiment que le monde de la recherche n'est accessible que si on est avide de Savoir, de savoir prendre le temps d'accéder au Savoir, d'accepter ses erreurs pour mieux avancer dans la Compréhension, d'apprendre à partager ses acquis, donc de travailler Ensemble. Cette thèse a été rédigée par une personne, mais est le fruit d'un travail commun où plusieurs y ont contribué. Mais à l'origine de la thèse, il y a l'envie d'être doctorant. Cette envie, je la tiens notamment d'une personne que je souhaite remercier ici, qui a su transmettre aux étudiants sa passion et sa patience dans l'enseignement des mathématiques à l'Université Claude Bernard. Merci Mme Isabelle CHALENDAR pour votre disponibilité aux temps où je suivais vos cours. Merci de m'avoir convié à votre soutenance d'HDR où j'avais réussi à comprendre à l'époque quelques éléments de démonstration, et qui m'avait ouvert les yeux sur le monde de la recherche. **Merci à vous**, et bonne continuation à l'Institut Camille Jordan de l'UCBL!

Dans mon cursus scolaire j'ai eu l'opportunité d'effectuer deux stages d'ingénieur au Commissariat à l'Energie Atomique. Le premier sous la direction de M. Christophe POUS-SARD; le second sous la direction de M. Yann De CARLAN. A travers eux, je souhaite remercier intégralement leur laboratoire de rattachement: le LCMI et le LA2M respectivement. La liste serait trop longue si je devais remercier chacun des membres de ces deux équipes, aussi un profond merci à vous tous traduira avec force toute l'affection que j'ai à votre égard, merci pour l'accueil que vous m'aviez réservé à l'époque, merci pour la transmission de vos connaissances sur vos sujets de prédilection (ce qui m'a permis de redémarrer l'activité des répliques au carbone au sein du CDM et d'en faire profiter d'autres thésards), merci de m'avoir confirmé ma volonté de m'orienter vers le monde du nucléaire. M. Claude SAINTE-CATHERINE (chef du LCMI à l'époque) et M. Jean-Luc BECHADE (chef du LA2M), à travers vous, je remercie toutes vos équipes de m'avoir permis de m'investir durant ces stages, **Merci!**

Comme je l'ai évoqué précédemment, une thèse est un travail d'équipe. Aussi, j'ai bénéficié contractuellement de quelques moyens d'essais à EDF Les Renardières mais surtout j'ai bénéficié des compétences du laboratoire de fluage dirigé par M. Gilbert FREVILLE qui m'a permis de réaliser mes essais. Ces essais n'ont été mis en place que grâce à une formation par un technicien remarquable, M. Gilles LINDET, qui suit encore amoureusement mes essais longs. Mon intégration au sein du département MMC a été largement

facilitée par M. Charles PETRY et M. Sylain LECLERCQ. Je tiens donc à vous remercier, tous les quatre ainsi que le département MMC, pour votre dévouement, votre implication dans cette formidable aventure et pour toute l'aide que vous m'avez apportée. **Merci !**

Même si cette thèse m'a permis quelques fois de me déplacer chez les partenaires industriels, le lieu de vie a été essentiellement dans le bureau B-107, le bocal, la salle calcul ou encore le Gemini essentiellement pour cette dernière année. Mais le Centre des Matériaux ne s'arrête pas à ces quelques hots spots, il renferme un vivier de compétences. Merci à M. Jean-Pierre TROTTIER d'une part, et M. Esteban BUSSO d'autre part, directeurs successifs du CDM, de m'avoir fait confiance et de m'avoir donné les moyens de mener au mieux la mission qui m'avait été confiée. J'ai intégré avec plaisir l'équipe de recherche *Mécanique et Matériaux* sous la direction de M. André PINEAU puis ensuite de M. Jacques BESSON. Je tiens à remercier tous les techniciens de ce groupe avec lesquels nous avons partagé beaucoup de moments forts (Bertrand B., Julie H., Abdennour M., Anne L.) et félicitons nous de toutes les interactions fructueuses qui ont permis de faire avancer ce travail. L'équipe MM rassemble également un certain nombre de responsables scientifiques à fortes compétences ce qui très appréciable pour les thésards (André P., Jacques B., Anne-Françoise G., Lucien L., Jérôme C.). D'autres équipes composent le Centre des Matériaux, comme l'équipe administrative (en particuliers les deux Véro, Saro, Konaly, Liliane, Catherine, Dolorès, Sylvie, Odile, ...) que je tiens à remercier. Mais aussi l'équipe SIP (en particuliers Alain T., Arnaud G., Mohamed S. pour m'avoir formé et aidé à utiliser l'un des MET du CDM), l'équipe AMI (en particuliers François G., Gérard F., Maria B., Franck N'G. pour leurs compétences et astuces du maniement des MEB, de la microsonde de Castaing et leurs outils d'analyse d'images). Enfin, le CDM a la chance de disposer d'un atelier aussi je tiens à féliciter ce berceau de l'humanité (Jojo, Christophe, Jean-Pierre, René, Franck, Julien, Mimi) qui constitue la force de ce centre de recherche où la précision des dimensions d'une éprouvette est le maître mot. Merci à toutes les autres personnes que je ne peux citer ici qui renforcent les relations au jour le jour entre les thésards, les techniciens, les responsables scientifiques, merci aux footeux et aux nombreux buts en or que j'ai eu l'occasion de marquer. Enfin, merci spécialement aux habitants du bureau B-107 qui m'ont supporté au fil de ces années, tout particulièrement en cette dernière année : Clara, Huaidong, Jianqiang. Je vous souhaite bon courage pour la fin de votre vie de thésard. **Merci au CDM tout entier !**

Je souhaite également évoquer la bonne ambiance au sein des thésards, et tout particulièrement ceux de ma promotion d'une part pour la fraternité, l'entraide, le partage qui font la force des thésards du CDM. Mais aussi je tiens à remercier Aurélie, Jean-Yves, Guillaume A. pour toutes les marques d'amitié qui nous lient et tous les bons moments passés au CDM, y compris les week-ends avec André PINEAU autour d'un café à parler de l'Histoire de France... Merci M. PINEAU pour cet enrichissement. Merci à vous chers amis pour nos encouragements mutuels, merci pour votre présence, sorte d'exutoire pour recharger les batteries et rebondir pour avancer ! Je boirai avec Lucien L. un bon verre de Starobrno à la santé de Cédric R. et de Guillaume B.. Bon courage pour la fin de rédaction de vos thèses. Cédric, je te transmets toute ma motivation. Trung, tu arrives au terme de ta mission. Je suis là pour te soutenir. Courage. Merci de m'avoir fait découvrir le Vietnam à travers la gastronomie. J'espère que tu sortiras grandi de cette aventure. **Merci à vous, amis de galère romaine !**

Dans ces dernières lignes je tiens tout particulièrement à remercier mon nouveau Chef de Service, M. Vivian DIDIER d'EDF Ceidre, de m'avoir permis une certaine souplesse dans

mes nouvelles fonctions afin de pouvoir terminer la rédaction de ma thèse et de préparer au mieux la soutenance. Un grand merci aux membres du service ETC de m'avoir encouragé et soutenu, avec une spéciale dédicace à Matthias G. d'avoir pu se libérer pour venir à ma soutenance. Je profite de ce paragraphe pour remercier le département ETUDES et les services ECE et ETC pour l'accueil dont vous avez témoigné à mon égard afin de faciliter mon intégration. Merci à Marie-Pierre L., ma tutrice et Priscilia C. ma collègue de bureau pour vos attentions, votre soutien et pour tous les enseignements quotidiens que vous m'apportez pour m'apprendre mon nouveau métier. **Merci!**

Pour cloturer cette longue liste de remerciements, une thèse ne peut être vécue que si elle est encouragée de l'intérieur. Aussi, je souhaite remercier toute ma famille pour le soutien, la motivation, l'encouragement, le réconfort que vous avez manifesté. Une profonde pensée va vers mes parents et mes grands-parents. Et un grand merci à Emma, mon ange quotidien, pour les nombreux sacrifices faits essentiellement pendant cette longue phase de rédaction. Si j'ai réussi à obtenir le Grade de Docteur avec les félicitations du jury, c'est aussi grâce à vous, et en cela je vous dédie cette thèse. En un mot : **Merci!**

– *Science sans conscience, n'est que ruine de l'âme.* –

François Rabelais  
Extrait de *Pantagruel*

– *Cherchons comme cherchent ceux qui doivent trouver  
et trouvons comme trouvent ceux qui doivent chercher encore.*  
*Car il est écrit : celui qui est arrivé au terme ne fait que commencer.* –

Saint Augustin  
Extrait de *De Ord*

Première partie

Introduction Générale





---

# Chapitre -I-

## Contexte industriel

---

*A*vec la croissance démographique et l'industrialisation des pays émergents, la demande en énergie est de plus en plus forte. Pour faire face à ce besoin, l'énergie nucléaire semble constituer une solution viable. D'autre part, les centrales nucléaires en service arrivent en fin de vie, le parc actuel doit être renouvelé. Dans ce contexte, les producteurs d'électricité souhaitent développer de nouveaux systèmes de réacteurs nucléaires afin de répondre à ces nouveaux enjeux énergétiques. Pour assurer un développement durable du nucléaire, la volonté des concepteurs est notamment d'augmenter le rendement de la production d'électricité, de renforcer la sûreté des centrales jusqu'à 60 ans, d'optimiser les ressources en uranium et de réduire les déchets produits. Parce que les objectifs de la filière nucléaire de demain sont modifiés, une nouvelle génération devait voir le jour. Treize pays se sont réunis pour concevoir les réacteurs du futur de cette Génération IV, dont trois des six systèmes retenus sont notamment étudiés par la France.

### Sommaire

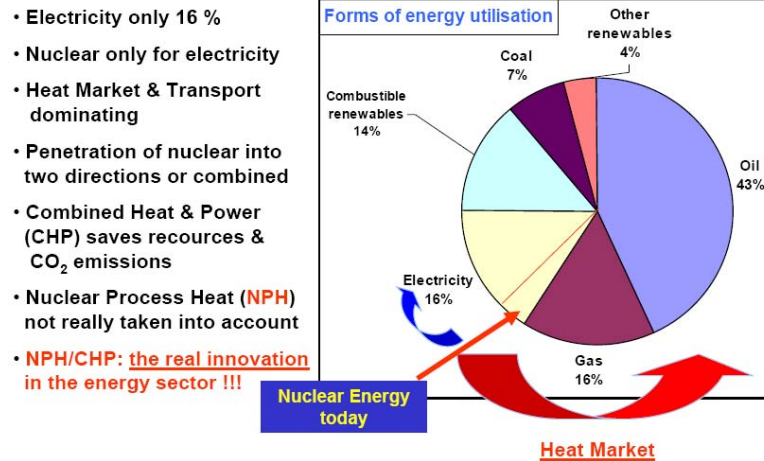
---

<b>I.1</b>	<b>Contexte énergétique</b> . . . . .	<b>4</b>
<b>I.2</b>	<b>VHTR, un des six réacteurs du futur</b> . . . . .	<b>5</b>
<b>I.3</b>	<b>Programme ANTARES</b> . . . . .	<b>6</b>

---

## I.1 Contexte énergétique

### Nuclear Power Markets



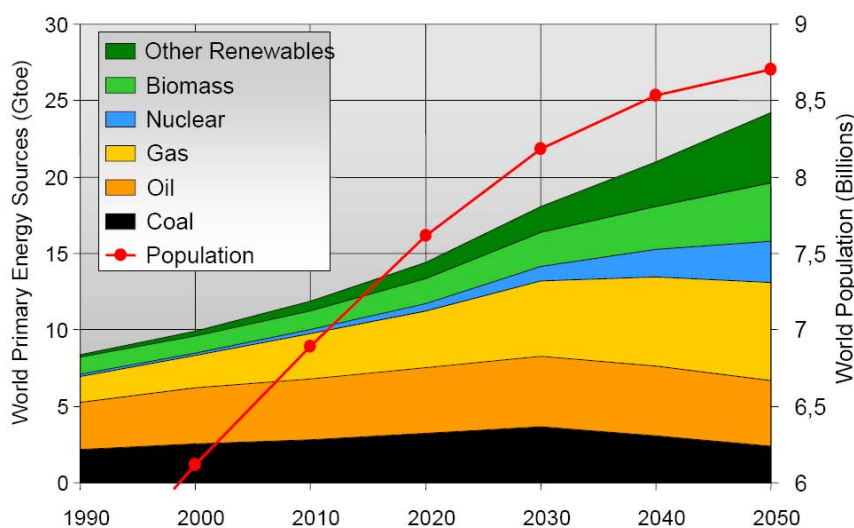
**Fig. I.1** – Part de marché européen de l'énergie nucléaire en 2007 (VON LENSA, 2007)

A l'heure actuelle (cf. figure I.1) les sources d'énergie sont réparties globalement en trois composantes : la principale est gouvernée par le pétrole ; les deux autres, à un niveau identique, sont l'électricité et le gaz.

Le rapide développement démographique et industriel à l'échelle mondiale qui se déroule depuis quelques années engendre une croissance des besoins en énergie. Les fortes tensions sur les prix des hydrocarbures, les incertitudes géopolitiques sur l'approvisionnement en pétrole et en gaz (KAH, 2008) et la prise en compte de nouvelles mesures face à l'environnement entraînent une renaissance du nucléaire. De Paris à Pékin, en passant par Genève, l'Agence Internationale de l'Energie (<http://www.iea.org>) multiplie en 2008 les conférences pour établir les actions à mener pour développer de nouvelles sources d'énergie ou modifier les procédés existants pour lutter contre les émissions de gaz à effet de serre et notamment de CO<sub>2</sub> (GIELEN, 2008). Dans le cadre d'une stratégie de sécurité énergétique et de limitation des émissions de CO<sub>2</sub>, le nucléaire de fission se présente comme l'une des réponses potentielles à ce cahier des charges planétaire à l'horizon du XXI<sup>ème</sup> siècle (CEA, 2007; ATW, Nuclear Espana and Revue Générale Nucléaire, 2005). Enfin, pour inscrire le nucléaire comme source d'énergie sûre, propre et durable, avec la garantie de coûts de production bas et stables contrairement aux énergies fossiles, de nouveaux systèmes de réacteurs doivent être développés et notamment une nouvelle génération - la Génération IV (GIF IV, 2002) - doit voir le jour.

Aujourd'hui 30% de la production d'électricité européenne est d'origine nucléaire. Ce vecteur énergétique représentait 17% de la production mondiale (84% en France) selon des données EDF datant de 2002. La demande énergétique mondiale d'ici 2050 serait environ 1,5 fois plus grande que la demande actuelle, alors que les ressources en énergie fossile commencent à disparaître, comme le montre la figure I.2. L'IRSN<sup>1</sup> prévoit un accroissement de la part du nucléaire dans le « mix » énergétique d'ici 2050 de 3,5 fois la part actuelle (BRUNA, 2007).

<sup>1</sup>Institut de Radioprotection et de Sûreté Nucléaire

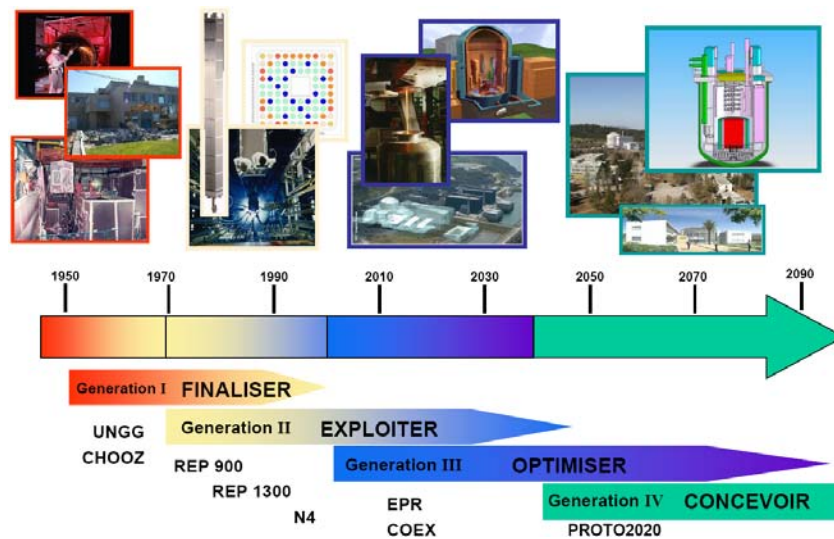


**Fig. I.2** – Evolution de la consommation en énergie primaire (CARRE, 2007; MARLAY, 2008; COZZI, 2008)

Le changement de génération des réacteurs nucléaires de fission est imposé par le changement des technologies pour répondre aux besoins d'un développement durable de l'énergie nucléaire tout en économisant les ressources, en minimisant les déchets et en offrant une meilleure résistance face aux risques en matière de sécurité et de prolifération (CEA, 2007). Outre la production d'électricité, la Génération IV prévoit également des applications industrielles directes de la chaleur (industries papetières, cimenteries, production d'hydrogène, unités de dessalement d'eau de mer...) avec un lancement de la phase commerciale des nouveaux réacteurs prévu pour 2040 (cf. figure I.3). L'un des paramètres majeurs dans la conception des nouveaux systèmes de réacteurs est l'augmentation du rendement thermique lors de la conversion de la chaleur en énergie (ENNIS and QUADAKKERS, 2000). Ce rendement devrait passer à 45% contre 33 et 35% des Générations II et III, ce qui signifie que les températures de service vont augmenter et donc qu'il est nécessaire de disposer de matériaux devant résister à de plus fortes sollicitations thermiques et plus longtemps. La Génération IV constitue donc un véritable challenge pour trouver les matériaux satisfaisant à ce cahier des charges (FRAJTAG et al., 2007; BOUCHARD, 2008). L'une des exigences de dimensionnement pour cette nouvelle génération est une durée de vie de soixante ans au minimum.

## I.2 VHTR, un des six réacteurs du futur

Autour de treize pays rassemblés en un Forum, la Génération IV prévoit le développement de six systèmes nucléaires. La France a fait le choix de s'impliquer préférentiellement sur trois d'entre eux : deux sont des réacteurs à neutrons rapides, le troisième (cf. figures I.4 et I.5) est un réacteur à très haute température dont l'une des finalités est de produire de l'hydrogène. Le réacteur à neutrons rapides à caloporteur au sodium est plus étudié que le VHTR. Les nuances à 9Cr pourraient être utilisées au sein de ce réacteur pour constituer des tuyauteries et circuits d'échangeurs dont les températures seraient de l'ordre de 500 à 550°C. De son côté, le concept de réacteur - Very High Temperature Reactor (VHTR) - est un dérivé des prototypes de réacteurs à haute température (850-950°C) qui ont fonctionné en Europe et aux États-Unis dans les années 1960 à 1980, mais qui



**Fig. I.3** – Calendrier des générations de réacteur nucléaire (CARRE, 2007)

ont été largement supplantés par les Réacteurs à Eau Pressurisée (BUCKTHORPE et al., 2001). Une présentation de ce concept et de ses enjeux technologiques peut être trouvée dans le rapport technique de SHABER (SHABER et al., 2003) et dans la présentation de WINDES (WINDES, 2007). Les températures d'entrée et de sortie de cœur du réacteur du VHTR seraient comprises entre 450°C et 850°C respectivement ce qui pose des problèmes de tenue en température des matériaux (BILLOT and BARBIER, 2004; GAUTIER et al., 2004; COUTURIER, 2007).

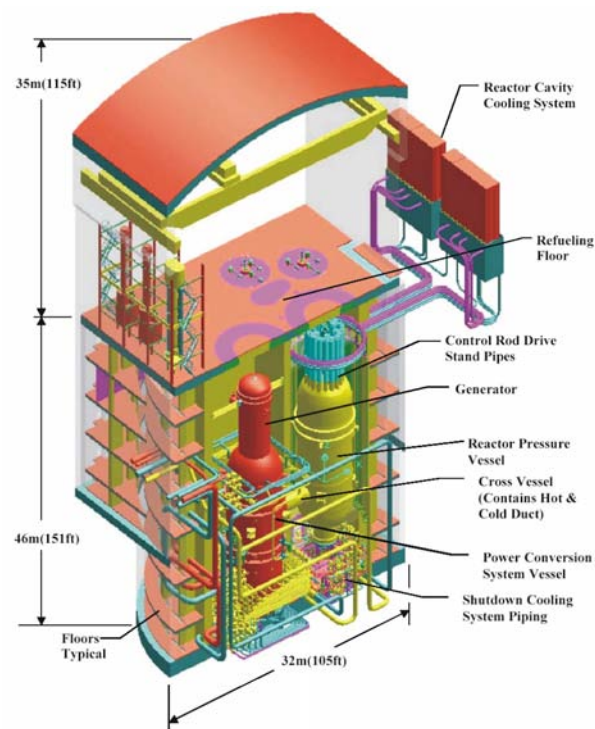
Le groupe AREVA a choisi le développement de ce système pour une production d'électricité économique et à fort rendement ainsi que pour ses utilisations externalisées possibles de la chaleur à haute température (ATW, Nuclear Espana and Revue Générale Nucléaire, 2005; VERFONDERN, 2007). Le fait d'utiliser un combustible à base céramique, un modérateur en graphite et un réfrigérant à l'hélium permet d'atteindre des températures non égalées dans les systèmes de réacteurs nucléaires existants. Le procédé de GAUTIER (GAUTIER et al., 2004) présente les axes de développement du projet HTR/VHTR au sein d'AREVA ainsi que les caractéristiques fondamentales de ce concept de nouveau réacteur. En tout état de cause, les codes de dimensionnement et de sûreté de centrales (RCC-M, RSE-M, ...) en conditions de service et accidentelles doivent être revus.

En résumé, le VHTR comprend trois gammes de températures et AREVA s'attache à démontrer que les matériaux retenus pour équiper ces structures sont viables par rapport au cahier des charges :

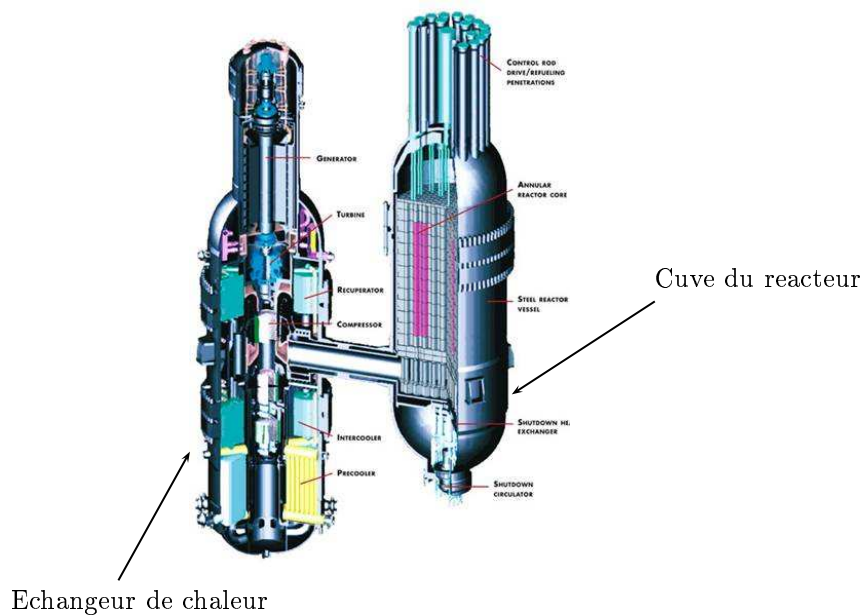
- Températures moyennes (450-650° C) pour les structures de cuve et d'internes,
- Températures hautes (650-950° C) pour le circuit primaire, l'échangeur intermédiaire de chaleur,
- Températures très hautes (1000-1650° C) pour les composants de structure du cœur.

### I.3 Programme ANTARES

Pour sa phase de développement, le groupe AREVA a lancé son programme de recherche ANTARES en 2001 pour proposer des solutions face à ce problème de résistance

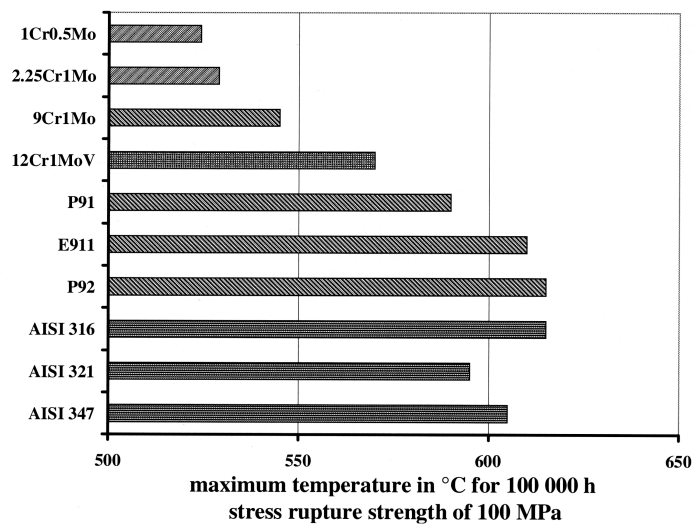


**Fig. I.4** – Schéma du bâtiment contenant les principaux éléments d'un HTR (GTMHR) (SHABER et al., 2003)



**Fig. I.5** – Partie génératrice de chaleur dans un VHTR (<http://www2.ing.unipi.it/~d0728>)

de matériaux. Pour minimiser les délais de développement, en vue de proposer en 2012 un réacteur de démonstration, seuls des matériaux déjà produits et utilisés industriellement sont envisagés. Par exemple, pour la cuve du réacteur VHTR, la solution de référence est l'acier 9Cr-1Mo modifié (ou ASME Grade 91, ou encore P/T91), même si finalement il est fort possible que ce matériau ne soit pas employé pour la fabriquer mais plutôt un acier type 16MND5, tel qu'il est utilisé dans les REP existants. Le choix de ce matériau va déterminer les températures maximales de fonctionnement du réacteur : vers 450°C pour l'entrée de cœur et environ 850°C pour la sortie. Ces dernières années, le développement des aciers martensitiques 9%Cr a conduit à l'élaboration de nouvelles nuances comme le montre la figure I.6 où l'optimisation de la composition chimique permet de gagner en résistance mécanique. L'intérêt majeur de ces 9%Cr est de disposer d'un acier entièrement martensitique après un traitement simple d'austénitisation et de revenu pas trop élevé en température afin de faciliter son industrialisation et de limiter les coûts de production.



**Fig. I.6** – Température maximale d'utilisation de diverses nuances d'aciers soumis à une contrainte de 100 MPa pendant 100 000h (temps à rupture) (ENNIS and QUADAKKERS, 2000)

Le programme ANTARES avec la collaboration du Commissariat à l'Énergie Atomique (CEA) et d'Électricité De France (EDF) a pour but notamment - pour ce qui concerne la présente étude - de caractériser l'évolution microstructurale des matériaux retenus et leurs propriétés mécaniques sous l'effet de la température. L'un des éléments majeurs du VHTR est l'échangeur de chaleur intermédiaire (IHX) constituant un challenge pour le matériau l'équipant, devant résister à des conditions thermique et environnementale sévères. Un autre challenge concerne le réacteur lui-même avec la qualification du Grade 91 pour les conditions de service prévues par le cahier des charges d'AREVA en terme de fabrication et de comportement mécanique. Le Grade 91 peut être aussi utilisé pour des composants internes dits froids (inférieurs à 800°C) où la température est suffisamment basse pour éviter une austénitisation du matériau en cours d'utilisation. Les programmes de R&D sont donc toujours en cours et s'attachent encore à qualifier le Grade 91 (BILLOT et al., 2006; COUTURIER, 2007).

Les verrous technologiques importants que doit résoudre le programme ANTARES sont les suivants :

1. Fournir les matériaux résistants à très haute température pour le circuit primaire et

ses composants,

2. Développer la technologie des circuits d'hélium à très haute température,
3. Mettre au point le combustible à particule TRISO,
4. Réfléchir sur la technologie du système de conversion par turbine à gaz pour la production d'électricité,
5. Concevoir les procédés de production d'hydrogène.

La présente étude, qui s'attache au premier des verrous exposés ci-dessus, entre dans la partie « qualification des matériaux » sur la période 2006-2012 du diagramme de GANTT du projet (cf. figure I.7). Les dates clefs du programme peuvent être résumées comme suit (extrait de [http://winfrance.nexenservices.com/IMG/pdf/Dossier\\_CEA.pdf](http://winfrance.nexenservices.com/IMG/pdf/Dossier_CEA.pdf)) :

- 2007 : Qualification d'un système de calculs validé pour le VHTR  
Entrée en fonctionnement de la boucle hélium
- 2008 : Réalisation d'un pilote d'électrolyseur à haute température
- 2009 : Faisabilité du VHTR
- 2010 : Qualification d'un combustible à particule  
Faisabilité de procédés de traitement de déchets produits par le VHTR  
Validation d'un procédé de production d'hydrogène thermochimique
- 2011 : Validation de matériaux pour la cuve, le circuit primaire et le graphite  
Qualification de maquettes de composants sur boucle d'essais en hélium
- 2015 : Confirmation des performances du VHTR



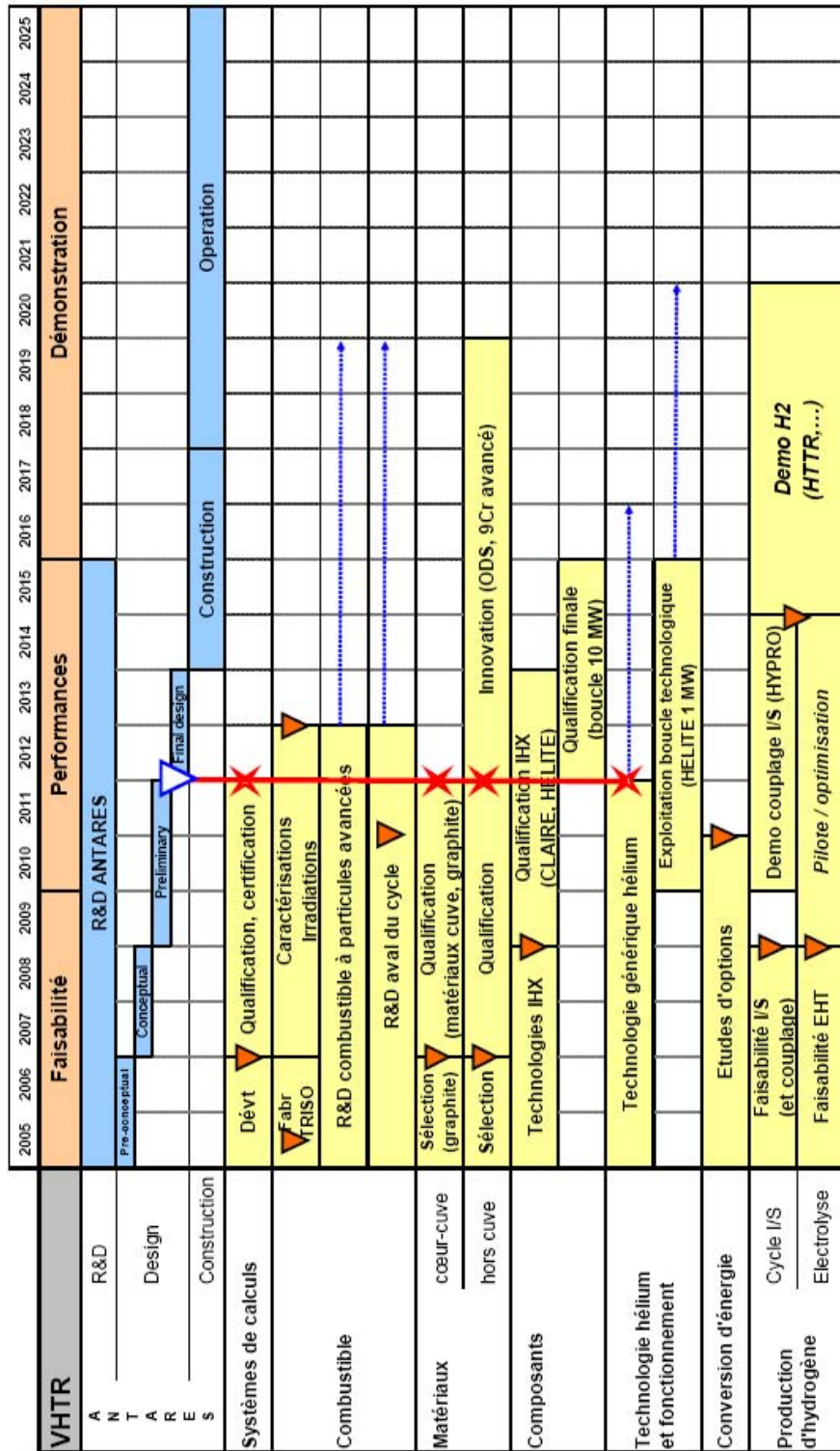


Fig. I.7 – Diagramme de GANTT du programme ANTARES (CARRE, 2006)

---

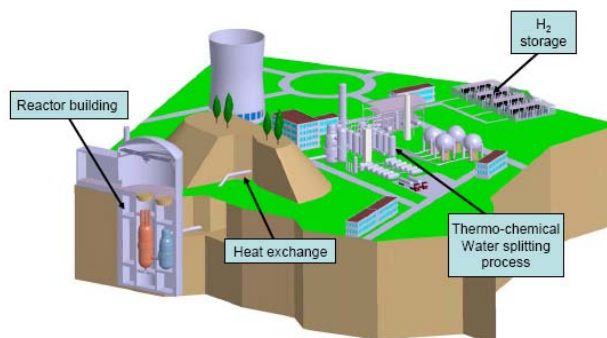
## Chapitre -II-

# Contexte scientifique et démarche adoptée

---

*Les travaux présentés dans ce mémoire s'intègrent dans les programmes de recherche sur le comportement mécanique d'aciers martensitiques en vue de leur utilisation pour la Génération IV dans les prochains réacteurs nucléaires de fission. Plus précisément, ils concernent le fluage à 500° C de la nuance ASME Grade 91, Fe-9Cr-1Mo modifié, pressentie comme candidat potentiel d'acier de cuve pour le Very High Temperature Reactor (VHTR) mais aussi comme acier d'autres composants de structures.*

*Comme la cuve ou autres structures internes sont constituées de plusieurs parties soudées, il est nécessaire d'étudier des jonctions soudées de ce matériau, point faible potentiel de la structure globale, de manière à tester la résistance en fluage et à en prédire le comportement à plus long terme. Ce chapitre introductif permet d'exposer les besoins des concepteurs de centrales en matériaux devant être de plus en plus résistants aux sollicitations thermo-mécaniques, ainsi que les verrous technologiques exposés par le nouveau cahier des charges de conception.*



*Schéma d'une centrale nucléaire de type VHTR (VON LENZA, 2007)*

Composant	Temp. (°C)	Pression (MPa)	Conditions Accidentelles	Taille estimée
Cuve du réacteur <i>Reactor Pressure Vessel</i>	300-500	7.4-8.0	560°C 1 atm. 200h	Diam. : > 9m Ep. : 100-300 mm Hauteur : > 24 m
Tube de liaison <i>Cross Vessel</i>	300-500	7.4-8.0	300-560°C 7.4-8.0 MPa 200h	Diam. : > 2.5m Ep. : > 100 mm Longueur : 4-5 m
2ème cuve <i>Secondary Vessel</i>	300	5.0-6.0	300°C 5.0-6.0 MPa	Diam. : 7-9 m Ep. : 100-200 mm Hauteur : 3.5 m
Boulonnerie <i>Closure bolting</i>	550		560°C 1 atm.	

**Tab. II.1** – Températures et pressions de service dans un VHTR, d’après (HAYNER et al., 2005)

D’un point de vue technologique, les paramètres de température et de pression au sein du VHTR sont résumés dans le tableau II.1 qui présente également les paramètres en conditions accidentelles. Le matériau retenu pour ces composants est le Grade 91 dont les températures d’usage n’excèdent pas 500°C en conditions normales. Ces structures de forte épaisseur le seraient d’autant plus si elles étaient constituées en acier austénitique par exemple, donc ce Grade 91 permet un gain de matière et donc de limiter les coûts d’industrialisation (GANDY and COLEMAN, 2002). Le programme ANTARES a pour but d’étudier le comportement mécanique, et en particulier, les propriétés de fluage du 9Cr-1Mo modifié, métal de base et joint soudé épais. Des résultats positifs ont déjà été apportés notamment en France avec la détermination de la zone de fluage négligeable (400-500°C) et l’interaction fatigue-fluage (FOURNIER et al., 2008b; FOURNIER et al., 2008a). Il semblerait que la limite de fluage négligeable serait à la température de 425°C pour la durée de vie complète du réacteur (420 000h). Mais d’autres essais doivent être menés pour valider ce premier résultat (BILLOT et al., 2006) et notamment à la température de 500°C. Dans le cadre de l’utilisation du 9Cr-1Mo modifié en tant qu’acier de cuve, la faisabilité du soudage de tôle épaisse a été démontrée en 2005 dans une étude avec le CEA et AREVA rapportée par une présentation de Jean-Louis SERAN (SERAN et al., 2006b; SERAN et al., 2006a; LEDERMANN, 2006). Le cahier des charges était de souder une plaque de 200 mm sans défaut post-soudage satisfaisant les caractéristiques mécaniques des codes ASME et RCC-MR. De la fissuration à chaud avait été constatée sur notamment une nuance de Grade 91, si bien qu’une attention particulière doit être apportée sur la composition du métal d’apport dans le procédé de soudage employé (SERAN et al., 2006b).

La résistance au fluage du Grade 91 est moins bonne que celle d’aciers austénitiques, en revanche, ils sont bien meilleurs notamment pour leur résistance à la traction, leur résistance au gonflement sous irradiation et pour leur tolérance aux chocs thermiques en raison de leur faible coefficient de dilatation et de leur excellente conductivité. Leur optimisation métallurgique est en cours pour améliorer la résistance au fluage ce qui donnera *in fine* de nouvelles nuances (CEA, 2007), comme l’a présenté la figure I.6. Toutefois, dans le cadre de la qualification des matériaux pour le VHTR du programme ANTARES et pour valider le cahier des charges du démonstrateur en matière d’acier de cuve, une étude tri-partite entre AREVA, CEA et EDF a été entreprise en 2005 pour évaluer le comportement en

fluage du Grade 91 dans sa version métal de base et sa version joint soudé. Il est à noter que la littérature ouverte est pauvre en données de fluage sur ce matériau à 500°C (métal de base et joint soudé). Les auteurs souhaitent donc également enrichir la base de données internationales sur cette thématique. Dans les structures de gros composants tels que la cuve du réacteur, la cuve de l'échangeur de chaleur, les tuyauteries de liaison de tels composants, le point faible se situe au niveau des joints soudés. Il y a donc un intérêt majeurs d'étudier le comportement de ces joints, comme le présente SHIBLI afin de comprendre les ruptures précoces en service (notamment celles de type IV) et de pouvoir s'en affranchir par la suite (SHIBLI and STARR, 2007).

Les travaux rapportés dans ce document font suite à la thèse de Vincent GAFFARD (GAFFARD, 2004) soutenue en décembre 2004. Le sujet commun concerne l'étude du comportement en fluage de jonctions soudées de Grade 91. Toutefois, la soudure avait été réalisée en trois temps sur une épaisseur globale de 150 mm par le procédé TIG (soudage à l'arc sous protection gazeuse avec électrode réfractaire), contrairement à cette étude où un soudage SAW (Submerged Arc Welding) a été réalisé sur 90 mm d'épaisseur. L'intérêt de cette présente étude réside dans la température d'essais : 500°C, contrairement à 625°C pour l'étude précédente. Les applications sont aussi différentes et concernent ici la Génération IV des réacteurs nucléaires de fission comme évoqué dans le chapitre précédent.

**Les objectifs** Les objectifs sont donc de réaliser une campagne d'essais de fluage sur du matériau de base pour accumuler des données servant de référence, puis une campagne d'essais de fluage sur du joint soudé proprement dit. Depuis 2 ans la communauté scientifique s'intéresse de plus en plus à la compréhension du comportement de ce matériau joint soudé sollicité en fluage. A partir de ces essais, un modèle de comportement phénoménologique du métal de base puis du joint soudé seront proposés. Comme on le verra, la rupture du joint soudé intervient dans un lieu différent à 500°C de celui à 625°C. A partir des lois de fluage identifiées sur le métal de base et le joint soudé, il est proposé un modèle de comportement de la zone rompue. Même si la microstructure de tels matériaux est déjà connue à 600°C et au-delà, la relation entre microstructure et vitesse de fluage doit être établie pour les applications de la Génération IV à 500°C. Parallèlement, des observations métallurgiques sont effectuées pour évaluer l'endommagement et l'évolution de la microstructure au cours du fluage à 500°C. Idéalement ou utopiquement, comme l'évoque GUSTAFSON A., l'intérêt serait d'être capable de simuler le comportement en fluage uniquement à partir des données de compositions chimiques, de traitements thermiques et des conditions de service (GUSTAFSON and HÄTTESTRAND, 2002). En résumé, cette étude s'attache à répondre à 3 questions :

- Comment évolue la microstructure du métal de base et de son joint soudé au cours du fluage à 500°C ?
- Quelle est la zone faible du joint soudé qui mène à la rupture en fluage à 500°C ?
- Un modèle simple de comportement en fluage du métal de base et de son joint peut-il être proposé afin de prédire le temps à rupture pour de plus longues durées d'exposition ?

**La démarche adoptée** Dans un premier temps, les microstructures de référence, avant de lancer les campagnes d'essais de fluage, doivent être caractérisées. La détermination de la nature des entités morphologiques et leur taille est réalisée grâce à des outils d'observations tels que microscope optique, microscope à balayage (SEM), microscope en transmission (TEM). Des analyses ont été effectuées sur des échantillons massifs mais aussi sur des répliques extractives au carbone. La mesure de dureté dans le sens de l'épaisseur

et dans le sens transversal de la tôle a été réalisée, ce qui permet à partir d'une donnée macroscopique d'avoir une information sur la microstructure.

Ensuite, des campagnes d'essais de fluage ont été lancées sur des éprouvettes de métal de base détensionné et sur différentes géométries d'éprouvettes de joint soudé. Ces dernières rassemblent des éprouvettes cylindriques lisses de joint soudé entier, des éprouvettes cylindriques entaillées à la fois dans la Zone Affectée Thermiquement et dans le métal fondu et des éprouvettes cylindriques de métal fondu amincies en leur milieu.

A la suite de ces essais, des analyses du même type que celles précédemment décrites sont réalisées sur les éprouvettes fluées de métal de base et de joint soudé.

Enfin, à partir des données expérimentales telles que les courbes de fluage et l'évolution de la microstructure, un modèle phénoménologique de comportement en fluage pour le métal de base et pour le joint soudé entier est proposé. En raison du lieu de rupture des éprouvettes de joint soudé, la structure de ces éprouvettes peut être ramenée à deux matériaux en série. L'un des matériaux est le métal de base dont le comportement est identifié à partir des résultats *ad hoc*. Le comportement de l'autre matériau, le métal fondu, est déduit d'une règle additive du comportement du joint soudé entier. Une autre méthode de détermination du comportement du métal fondu flué est proposée à partir des essais sur les éprouvettes de métal fondu ayant une géométrie amincie. Dans tous les cas, le modèle permet de conclure sur le mécanisme qui gouverne la déformation de fluage dans les conditions expérimentales de cette étude. Il permet aussi de prédire le temps à rupture du métal de base, du joint soudé entier et du métal fondu seul pour des plus faibles contraintes, à 500°C.

Pour répondre aux objectifs fixés, ce mémoire se découpe en deux parties, hormis la première qui présente le domaine scientifique et industriel auquel cette étude se rattache. Ces deux parties s'articulent autour des matériaux concernés : le métal de base et le joint soudé. Chaque partie est constituée de deux chapitres ; l'un traite de la caractérisation de la microstructure, le second livre les résultats et analyses des essais mécaniques.

Plus en détails, le mémoire compte 7 chapitres.

Les **chapitres I** et **II** ont pour vocation d'asseoir la présente étude dans le contexte économique actuel, dans un cadre industriel et scientifique lié à la production d'électricité par voie nucléaire par rapport au mix énergétique qui s'offre aux producteurs. Ces chapitres abordent la Génération IV et ses enjeux pour comprendre les motivations d'étudier le comportement mécanique d'un acier 9Cr.

Le **chapitre III** décrit les matériaux à l'état de réception qui représentent les microstructures de référence pour les essais de vieillissement thermique et de fluage. Ce chapitre traite uniquement des métaux de base non détensionné (MBND) et détensionné (MBD). L'intérêt de disposer d'un coupon de MBND est de pouvoir, au besoin, réaliser une simulation de Zone Affectée Thermiquement (ZAT) particulière par procédé Gleeble si le joint soudé casse dans une zone précise de la ZAT comme l'a montré (GAFFARD, 2004) à 625°C.

Le **chapitre IV** est consacré au vieillissement thermique du métal de base non détensionné, au comportement en traction et en fluage du métal de base détensionné. La température d'étude est de 500°C. Des analyses des microstructures et faciès sont réalisés afin de décrire les éventuels changements constatés par rapport aux microstructures de référence illustrées au chapitre précédent. A partir des observations et des courbes de fluage

obtenues dans cette étude, un modèle phénoménologique de comportement du métal MBD est proposé. Il s'agit essentiellement d'un modèle de type Norton. Les ajustements des paramètres de ce modèle permettent en dernier lieu de prédire le temps à rupture pour des charges imposées plus faibles que celles mises en œuvre expérimentalement dans ce travail.

Le **chapitre V** s'intéresse à la microstructure détaillée du joint soudé. Loin de la zone de fusion, la tôle de joint soudé présente la microstructure du métal MBD déjà développée au chapitre III. Elle ne sera donc pas redéveloppée dans ce chapitre V. Ce dernier traite donc des microstructures du métal fondu et de la ZAT. Cette ZAT est considérée dans cette étude comme composée uniquement d'une zone à gros grains CGHAZ et d'une zone intercritique à grains fins ICHAZ. Les mêmes outils utilisés dans le chapitre III pour caractériser les différentes microstructures sont repris ici. Le joint soudé à l'état de réception est le matériau de référence pour les essais qui seront entrepris sur différentes géométries de joint soudé.

Le **chapitre VI** donne un éclairage sur le lieu de rupture en traction du joint soudé entier et s'attaque en grande partie à étudier le comportement en fluage à 500°C. En raison du lieu de rupture en fluage, différentes éprouvettes de fluage ont été réalisées afin d'obtenir un maximum d'information en termes de données de fluage (temps à rupture, vitesse minimale,...) et d'évolution de microstructures. Des analyses des faciès et des coupes longitudinales des éprouvettes sont également réalisées afin de décrire les éventuels changements constatés, principalement en termes d'endommagement et de précipitation de nouvelles phases. A partir des observations et des courbes de fluage obtenues pour les différentes géométries, un modèle phénoménologique de comportement du joint soudé entier et du métal fondu est proposé.

Le **chapitre VII** fait le bilan des informations obtenues au travers de cette étude sur le Grade 91, métal de base et joint soudé, testé à 500°C. Ce chapitre évoque enfin différents axes de recherche pour d'éventuelles études complémentaires.



Deuxième partie

**Microstructure et Comportement  
du Métal de Base Grade 91 à  
450-500°C**





---

# Chapitre -III-

## Caractérisation des matériaux de base

---

L'objectif premier de cette thèse est d'étudier le comportement mécanique et l'évolution microstructurale d'un Métal de Base et de son Joint Soudé d'acier Grade 91 après une sollicitation de type fluage à 500°C à relativement court-terme (environ 4500h). Dans le but de disposer d'une microstructure de référence, il convient de déterminer les caractéristiques métallurgiques du matériau de base avant essai. Ce chapitre présente la microstructure de deux échantillons de Grade 91 issus de la même tôle. Ces deux échantillons ont donc subi le même traitement thermique de normalisation-revenu; l'un des deux a subi en plus un traitement de détensionnement à la suite d'un soudage de cette même tôle. Ainsi, le coupon de Métal de Base Non Détensionné (MBND) possède une microstructure de référence avant soudage et le coupon de Métal de Base Détensionné (MBD) représente l'état de référence de la microstructure avant fluage.

Ce chapitre s'intéresse plus précisément à l'évolution de la composition chimique après traitements thermiques, de la dimension des structures et sous-structures, des types et tailles des précipités.

Les techniques expérimentales employées pour caractériser les matériaux d'étude sont détaillées, sachant qu'elles seront utilisées également dans la caractérisation des éprouvettes fluées.

### Sommaire

III.1.1	Objectif principal du développement de ces aciers . . . . .	21
III.1.2	Choix du matériau d'étude . . . . .	23
III.1.3	Composition chimique du Grade 91 . . . . .	26
III.1.4	Structure martensitique du Grade 91 . . . . .	32
<b>III.2</b>	<b>Traitements thermiques des matériaux étudiés . . . . .</b>	<b>34</b>
III.2.1	La normalisation . . . . .	35
III.2.2	Le revenu . . . . .	35
III.2.3	Cas des matériaux de l'étude . . . . .	36
<b>III.3</b>	<b>Diagramme de stabilité des phases à l'équilibre . . . . .</b>	<b>36</b>
<b>III.4</b>	<b>Simulation de la précipitation dans un Grade 91 MBND et MBD . . . . .</b>	<b>38</b>
III.4.1	Rôle des principaux précipités . . . . .	38
III.4.2	Composition des phases principales à l'équilibre . . . . .	40
III.4.3	Prédiction de la précipitation après traitements thermiques . . . . .	43
<b>III.5</b>	<b>Techniques expérimentales . . . . .</b>	<b>50</b>
<b>III.6</b>	<b>Caractérisation métallurgique du MBND . . . . .</b>	<b>53</b>
III.6.1	Structure martensitique en lattes (Microscope Optique) . . . . .	53
III.6.2	Sous-structure et Précipités (Microscope Electronique à Balayage) . . . . .	57
III.6.3	Types de MX (Microscope Electronique en Transmission) . . . . .	60
III.6.4	Quantification en éléments chimiques des différents précipités . . . . .	64
III.6.5	Analyses EBSD . . . . .	65
III.6.6	A l'échelle des dislocations . . . . .	71
III.6.7	Dureté du matériau de base à l'état de réception . . . . .	74
III.6.8	Conclusions sur la microstructure du Métal de Base Non Détensionné . . . . .	77
III.6.9	Ce qu'il faut retenir sur le MBND ... . . . .	78
<b>III.7</b>	<b>Caractérisation métallurgique du MBD . . . . .</b>	<b>79</b>
III.7.1	Tôle de Joint Soudé . . . . .	79
III.7.2	Evolution de la composition chimique dans le sens travers du joint . . . . .	82
III.7.3	Quantification de la composition chimique des précipités . . . . .	84
III.7.4	Observation de la microstructure . . . . .	86
III.7.5	Evolution de la dureté dans le sens de l'épaisseur . . . . .	93
III.7.6	Essais de flexion par choc sur Métal de Base MBD . . . . .	94
III.7.7	Conclusions sur la microstructure du Métal de Base Détensionné . . . . .	98
III.7.8	Ce qu'il faut retenir sur le MBD ... . . . .	99

---

## III.1 Métallurgie des aciers à 9-12% de Chrome

### III.1.1 Objectif principal du développement de ces aciers

De nombreuses études ont été réalisées sur les aciers devant résister à haute température depuis les années 1970 ce qui a permis de développer de nouvelles nuances dans la gamme d'aciers des 9-12%Cr. De nombreux programmes de recherche à travers le monde (COST, ECCC, EPRI,...) s'intéressent au développement de cette gamme pour les centrales thermiques à flamme notamment (COHN et al., 2005). MASUYAMA relate ce développement depuis 1920 jusqu'aux années 2000 avec une augmentation des conditions de service (pression et température) afin d'augmenter le rendement de production d'électricité (MASUYAMA, 2001).

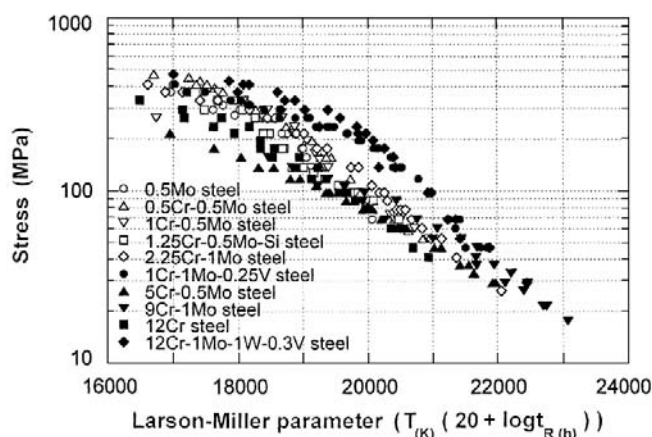


Fig. III.1 – Courbes de Larson-Miller pour différents aciers (YAGI, 2008)

Depuis presque 40 ans, les métallurgistes s'attachent à développer de nouveaux aciers de cette famille des 9-12%Cr afin d'améliorer les propriétés mécaniques de l'existant et plus particulièrement, de renforcer leur résistance au fluage pour répondre au besoin des concepteurs de systèmes de production d'électricité. Ces améliorations de résistance passent par une optimisation de la composition chimique (cf. figures III.1, III.2 et III.3) afin de produire la microstructure souhaitée. La figure III.1 montre que pour une augmentation de 5 à 9% de Chrome, pour une contrainte donnée, le paramètre de Larson-Miller augmente, donc que le temps à rupture est repoussé. La figure III.3 met en évidence la volonté de disposer de matériaux devant résister à des niveaux de pression et de température de plus en plus élevés. Pour faire face à ce besoin, la figure III.3 montre le comportement de différentes nuances à 9%Cr dont la nuance d'étude. Elle montre également que le comportement du Grade 91 à 500°C est peu connu. La résistance au fluage est accrue en renforçant la microstructure par différents moyens (ENNIS and QUADAKKERS, 2000; ABE, 2008; NATESAN et al., 2003a; COHN et al., 2004), telles que :

1. Une forte densité de dislocations initiale dans la matrice permet d'assurer une structure de sous-grains résistant au fluage à long terme. Les processus de restauration et de déformation en service conduisent à une rapide diminution de cette densité de dislocations. Aussi, si le matériau possède avant service une densité élevée de dislocations, il devrait résister plus longtemps, malgré la restauration, que si cette densité était initialement plus faible. Cette forte densité permet une plus grande interaction entre les dislocations et donc un renfort du matériau puisque les dislocations libres vont se gêner elles-mêmes (multiplication des arbres de la forêt). Il s'agit

de la résistance au fluage par les dislocations.

2. Une précipitation de fins carbures et carbo-nitrides permet d'assurer un ancrage des dislocations dans le sous-grain. Il s'agit du durcissement par précipitation, ce qui retarde la déformation par fluage.
3. Une addition de Molybdène améliore la résistance par solution solide de la matrice. Le Mo est un élément substitutionnel qui vient se mettre dans la maille atomique du fer et qui a un rayon atomique plus grand que celui de l'atome de fer, ce qui va ralentir le déplacement des dislocations puisque la distance interatomique entre les plus proches voisins est plus courte.
4. Une température de transition  $\alpha/\gamma$  élevée retarde la restauration de la martensite.

Ceci sous-entend donc l'intérêt de disposer d'un acier 9Cr ayant une structure 100% martensitique. Une description de la transformation martensitique peut être trouvée dans (BARON, 1998; FOUGERES, 1975; KHELFAOUI, 2000).

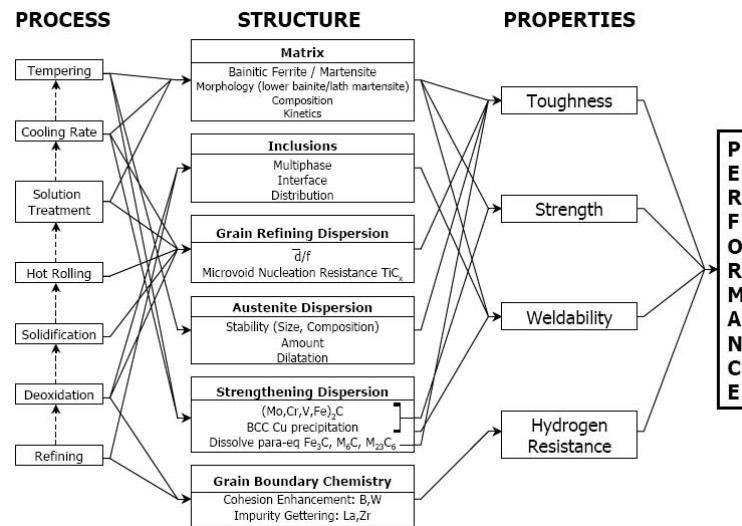


Fig. III.2 – A la recherche de la performance (OLSON, 2006)

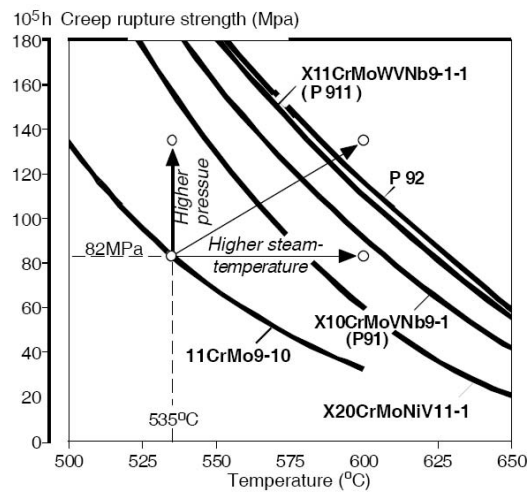


Fig. III.3 – Besoin de matériaux de plus en plus résistant aux conditions de service (Von HAGEN and BENDICK, )

### III.1.2 Choix du matériau d'étude

Le matériau retenu est l'ASME Grade 91. Selon la norme française et européenne NF EN 10027-1, le Grade 91 est labellisé sous l'écriture X10CrMoVNb9-1.

#### a) Grade 91 (ASME Code Section III)

Le Grade 91 a été développé par l'Oak Ridge National Laboratory aux Etats-Unis au milieu des années 1970 à partir de la nuance commerciale T9 : Fe-9Cr-1Mo par une addition de Vanadium, Niobium et Azote (HALD, 2005; SIKKA et al., 1981; COHN et al., 2004). La nuance T9 a été mise au point dans les années 1930 en remplacement des aciers bainitiques 2.25Cr-Mo (ANDERSON et al., 2003).

Des travaux antérieurs (HAYNER et al., 2006; HAYNER et al., 2005; SHIBLI and ROBERTSON, 2005; NATESAN et al., 2003b; GANDY and COLEMAN, 2002) présentent en détails le Grade 91 et le retour d'expérience sur son utilisation en centrales thermiques, donc le choix a été fait dans ce mémoire de ne pas reprendre toutes les propriétés microstructurales et mécaniques de cet acier. En revanche, les informations utiles pour comprendre le comportement du Grade 91 sous une sollicitation de type fluage ont été extraites au mieux parmi la littérature ouverte. Cette nuance a été largement étudiée pour des applications en centrale thermique à flamme pour des hautes températures (600-650°C), bien qu'elle équipe ce type de centrales pour des températures de service de l'ordre de 575°C. Deux rapports (GANDY and COLEMAN, 2002; SHIBLI and ROBERTSON, 2005) relatent les incidents majeurs en service référencés à propos de ce matériau ce qui donne des pistes de réflexion pour améliorer sa tenue mécanique.

Pour des applications nucléaires, l'intérêt d'étudier le Grade 91 est donc fort, afin d'éviter les ruptures précoces à une température de service plus basse (450-500°C). L'avantage est que la communauté scientifique dispose d'un retour d'expérience de plus de 30 ans d'exploitation sur ce matériau.

Matériau retenu dans le cadre du Very High Temperature Reactor (VHTR) comme candidat potentiel pour la cuve du système de conversion de chaleur (IHX) ainsi que pour la tuyauterie de liaison entre la cuve du réacteur et l'IHX (SHABER et al., 2003), le Grade 91 est une bonne alternative aux aciers austénitiques (types 304, 316) en raison de sa plus forte conductivité thermique ce qui le rend moins sensible aux sollicitations de type fatigue-fluage (MITCHELL and SULAIMAN, 2006). L'optimisation de sa composition chimique est rappelée sur la figure III.4. La résistance au fluage de ce matériau est la meilleure dans la gamme des aciers 2.25-12%Cr-1Mo pour des températures comprises entre 427 et 704°C (SIKKA et al., 1981). La forte conductivité thermique recherchée est due à la faible teneur en Silicium, comparativement à une nuance T9 standard par exemple (SIKKA et al., 1981).

#### b) Matériaux de Métal de Base réceptionnés

L'utilisation du Grade 91 est prévue pour équiper des gros composants de forte épaisseur, contrairement aux usages en filière thermique où l'épaisseur des composants est inférieure à 80 mm. L'expérience industrielle de ces aciers à forte épaisseur est récente, bien que la nuance d'acier date des années 1970. C'est dans le cadre de ses programmes R&D que le Commissariat à l'Energie Atomique de Saclay a commandé une tôle de Grade 91 d'épaisseur 140 mm. Il a été démontré ainsi la faisabilité industrielle de fabriquer de gros lingots en terme d'homogénéité de composition chimique dans l'épaisseur et la réalisation par AREVA d'un joint de grande épaisseur également (cf. chapitre V). La perspective future est la réalisation de tôles unitaires de grandes dimensions pour la fabrication de

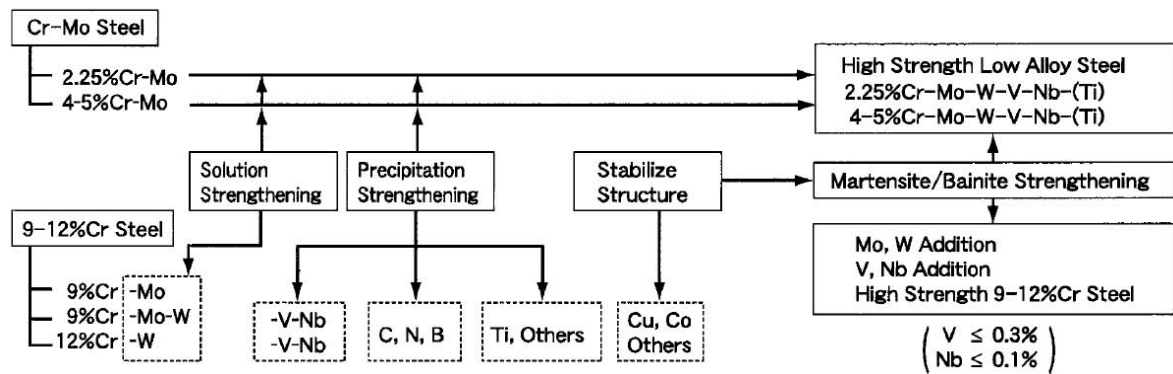


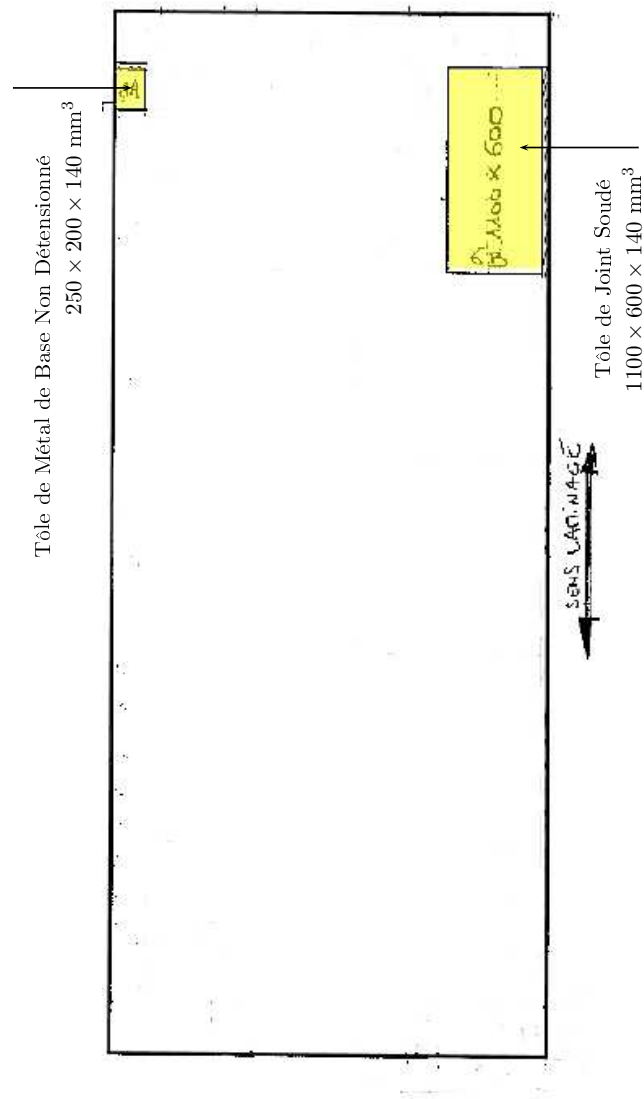
Fig. III.4 – Concept du développement des nuances au Chrome ((MASUYAMA, 2001) et (MIKULOVA, 2005))

viroles de cuve par exemple.

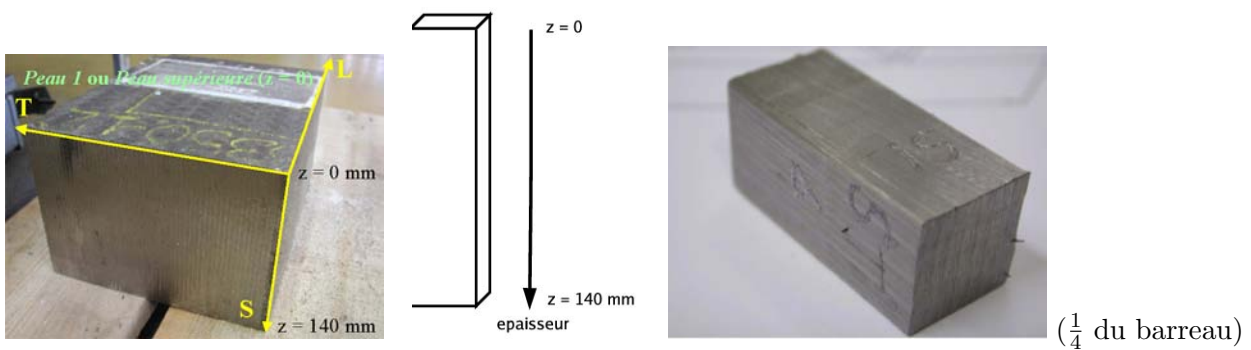
La gamme de fabrication de la tôle étant confidentielle, seules les grandes étapes sont rappelées ici (COUDREUSE, 2006). Du lingot initial ayant subi un laminage à chaud, une tôle d'épaisseur 400 mm a été produite. Elle a subi ensuite un traitement de normalisation-trempe-revenu, puis découpée en trois ébauches filles. L'une d'entre elles a été laminée jusqu'à 140 mm d'épaisseur, puis découpée en au moins deux autres tôles filles dont le plan de découpe est donné sur la figure III.5. Les deux tôles de l'étude sont identifiées sur ce schéma. Le coupon de Métal de Base Non Détensionné (MBND) a été directement envoyé au Centre des Matériaux, la tôle de droite a été envoyée à l'usine AREVA de Châlon Saint-Marcel pour la réalisation d'un Joint Soudé (JS).

En résumé, deux matériaux sont disponibles pour cette étude. Ils sont issus de la même tôle et donc ont subi le même traitement thermique initial : un coupon de Métal de Base Non Détensionné 250 mm (L) × 200 mm (T) × 140 mm (S) et une tôle de Joint Soudé 1100 mm (L) × 600 mm (T) × 70 mm (S) qui, quant à elle, a subi en plus un traitement de détensionnement post-soudage. Les deux coupons sont situés aux deux bords d'une même extrémité de la tôle, il peut donc y avoir des différences métallurgiques (composition chimique, taille de grains,...) mais a priori la déformation de laminage reste similaire.

**Coupon de Métal de Base Non Détensionné (MBND)** La figure III.6 montre le coupon MBND issu de la tôle mère à l'état brut de réception (figure de gauche). Une caractérisation métallographique et une détermination de l'homogénéité de la composition chimique suivant l'épaisseur de cette nuance d'acier seront présentées ci-dessous. Pour cela, un barreau de section 15 x 15 mm<sup>2</sup> a été usiné sur toute l'épaisseur du coupon (140 mm), puis découpé en 4 morceaux (l'un d'entre eux est présenté sur la figure III.6 de droite).



**Fig. III.5** – Plan de découpe de la tôle de Grade 91 (positions du Métal de Base MBND et du Joint Soudé) (COUDREUSE, 2006)



**Fig. III.6** – Coupon de la tôle MBND à l'état brut de réception ( $\frac{1}{4}$  du barreau)



**Coupon de Métal de Base Détensionné (MBD)** Une caractérisation du Joint Soudé sera traité dans le chapitre V; néanmoins, en raison de la grande largeur du joint, loin de la ligne de fusion, la tôle soudée contient deux zones de Métal de Base Détensionné (MBD) de part et d'autre de la zone de Métal Fondu. Le joint est réalisé au centre de la tôle, dans le sens longitudinal. Ces zones de MBD sont repérées sur la figure III.7 par les labels « oreillette gauche » et « oreillette droite ».

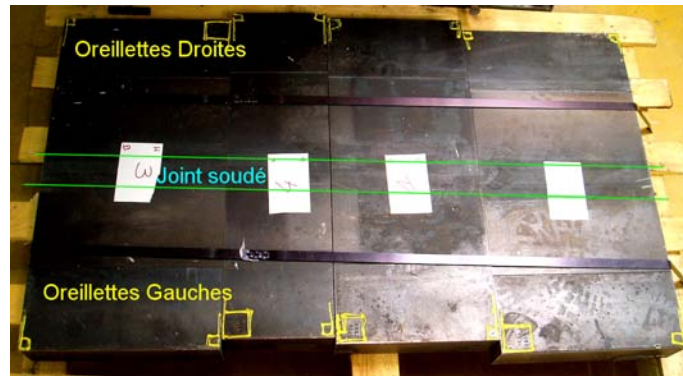


Fig. III.7 – Tôle de Joint Soudé à l'état brut de réception

### III.1.3 Composition chimique du Grade 91

#### a) Influence de la composition chimique

**Diagramme d'équilibre thermodynamique** Pour comprendre la métallurgie d'un acier Fe-9Cr-0.1C, il faut étudier les diagrammes pseudo-binaires Fe-Cr-C (cf. figures III.8 et III.9). Le diagramme Fe-Cr à 0.1%C (cf. figure III.8) présente une boucle de transition  $\alpha/\gamma$  assez large et une région bi-phasique  $\alpha + \gamma$  restreinte. Pour une teneur supérieure à 12%Cr, il est très difficile d'austénitiser l'acier (petite région  $\gamma$ ) et la formation de ferrite  $\delta$  dans la microstructure finale est à éviter en raison de sa fragilité. Il est établi que la teneur maximale en Chrome est de 10% pour faciliter le traitement d'austénitisation tout en évitant la formation de ferrite  $\delta$ . Dans la gamme des 8-10%Cr, les avancées les plus significatives concernent les aciers à 9%Cr avec une addition de Nb, V et N (ENNIS and QUADAKKERS, 2000; KLUEH and HARRIES, 2001; KLUEH, 2004). En fonction des éléments d'addition, des équations phénoménologiques permettent de définir des teneurs équivalentes, notamment en Chrome et en Nickel en prenant en compte le pouvoir  $\alpha$ -gène ou  $\gamma$ -gène des éléments. A partir de ces équations (SANDERSON, 1981; MEYRICK, 2001) des diagrammes, comme celui de SCHAEFFLER (cf. figure III.10), permettent de déterminer la microstructure finale de l'acier (austénite, martensite, ferrite, ...) à partir de sa composition chimique et des conditions de mise en œuvre (gamme thermomécanique).

Les carbures dénommés  $C_1$ ,  $C_2$ ,  $C_3$  sur le diagramme de gauche de la figure III.8 sont respectivement des carbures de type  $(Fe,Cr)_3C$ ,  $(Cr,Fe)_7C_3$  et  $(Cr,Fe)_4C$ .

Une bonne description du diagramme pseudo-binaire Fe-Cr-C est présentée dans (SANDERSON, 1981). Ce dernier fournit une équation en Chrome équivalent (élément  $\alpha$ -gène) en fonction de la composition chimique d'autres éléments (cf. équation III.1). (MEYRICK, 2001) fournit quant à lui une équation (cf. équation III.2) en Nickel équivalent (élément  $\gamma$ -gène). D'autres formules existent comme celles de SCHAEFFLER, SCHNEIDER, NEWHOUSE ou KALTENHAUSER, toujours dans le but d'améliorer la prédiction de la microstructure à partir des éléments d'addition (ONORO, 2006). L'équation III.1 de SANDERSON tient compte de la teneur en Tungstène alors que le matériau d'étude n'en contient pas. L'équation III.2 de MEYRICK prend en compte la teneur en Cobalt,

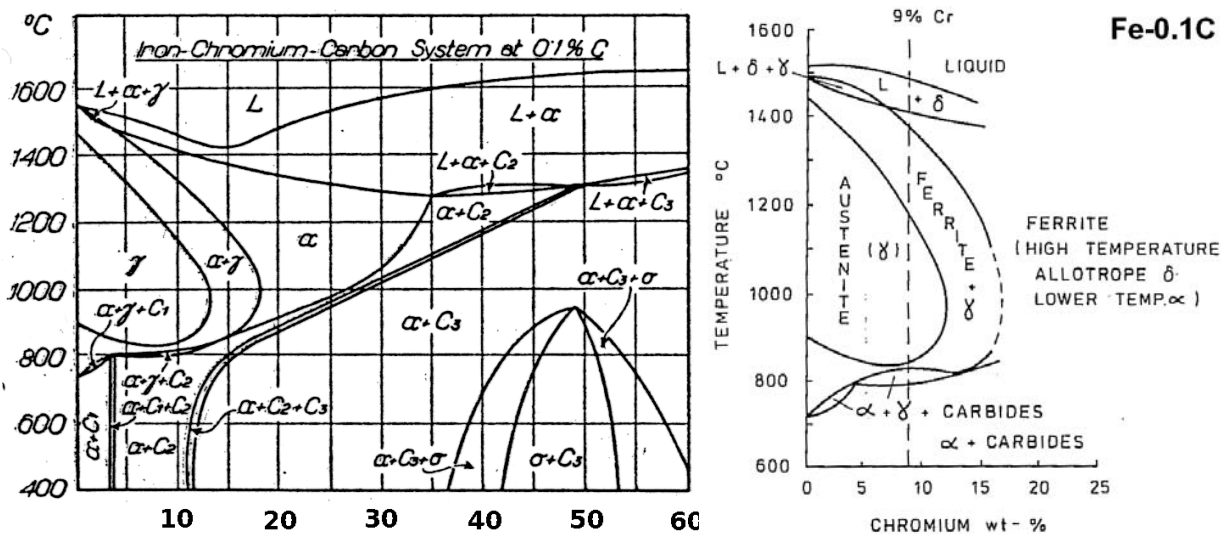


Fig. III.8 – Diagrammes pseudo-binaires Fe-Cr-C à 0.10%C (CRAFTS, 1939; SANDERSON, 1981)

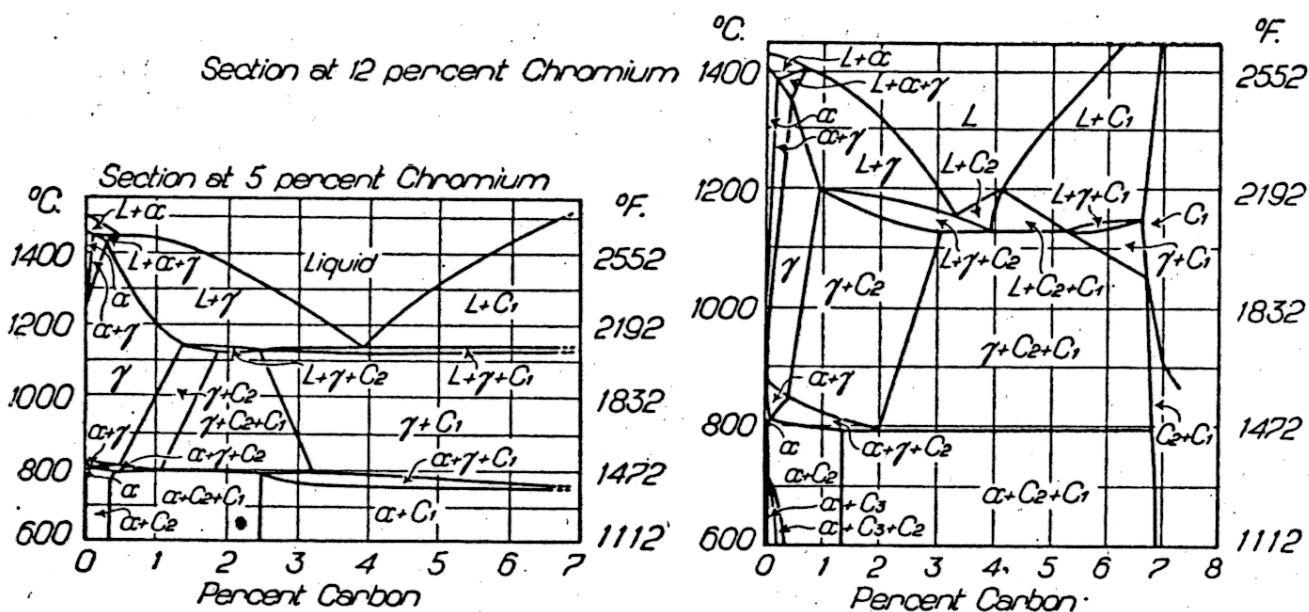
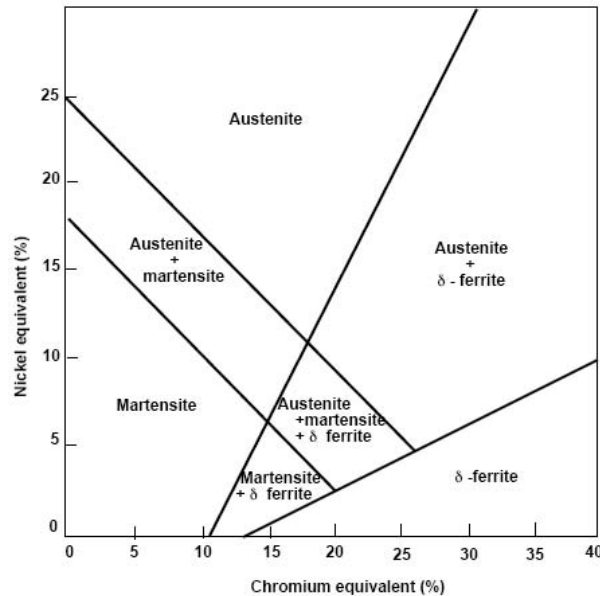


Fig. III.9 – Diagramme pseudo-binaire Fe-Cr-C à 5%, 12%, 20% et 30%Cr (CRAFTS, 1939)

élément non recommandé pour les matériaux pour le nucléaire ; donc absent du matériau d'étude également. D'après la composition chimique (fournie ci-après) du matériau étudié ici, le Chrome équivalent est de 9.7% (pourcentage massique) et le Nickel équivalent est de 4.1% ce qui conduit à une microstructure martensitique d'après le diagramme de SCHAEFFLER de la figure III.10.

$$\begin{aligned}
 [Cr]_{eq} = [Cr] + 6[Si] &+ 4[Mo] + 1.5[W] + 11[V] + 5[Nb] + 12[Al] + 8[Ti] \\
 &- 40[C] - 2[Mn] - 4[Ni] - 2[Co] - 30[N] - [Cu] \quad (III.1)
 \end{aligned}$$

$$[Ni]_{eq} = [Ni] + [Co] + 0.5[Mn] + 0.3[Cu] + 25[N] + 30[C] \quad (\text{III.2})$$



**Fig. III.10** – Diagramme de Schaeffler - Effet de la teneur en éléments d'alliage sur la microstructure du matériau (MEYRICK, 2001)

Ces équations illustrent le pouvoir des éléments C, Mo et Si ; N a un fort coefficient mais en pratique son effet est limité. Les métallurgistes s'attachent à développer des nuances avec un ratio  $[Al]/[N]$  grand pour limiter la germination de nitrures  $AlN$  néfastes à la résistance en fluage qui précipitent au détriment des nitrures de Vanadium ou Niobium favorables, quant à eux, à la résistance au fluage (CERRI et al., 1998). Pour augmenter la teneur en Chrome équivalent sans faire varier la teneur en Chrome, les teneurs en Mo, V et Nb peuvent être augmentée afin de s'assurer de la solidification en martensite de l'alliage. L'augmentation de la teneur de ces éléments contribue également à améliorer les propriétés de résistance au fluage par solution solide ou par durcissement structural (SANDERSON, 1981).

**Rôle des éléments chimiques** La composition chimique du Grade 91 a donc été optimisée afin d'améliorer les propriétés de fluage par rapport aux autres aciers 9Cr, tel le T9 (Fe-9Cr-1Mo). L'influence des éléments d'alliages sont résumés ci-dessous (MASUYAMA, 2001; KLUEH, 2004; GANDY and COLEMAN, 2002; SHIBLI and ROBERTSON, 2005; ABE, 2006; ABE et al., 2005; IGARASHI et al., 1997; RYU et al., 2004) :

- Le **Chrome** (Cr), élément  $\alpha$ -gène, assure une résistance à l'oxydation et à la corrosion. Cette résistance à la corrosion est meilleure pour des teneurs de 2 ou 9% plutôt que de 12%. Entre 9 et 12%, cette propriété chute. Ce phénomène n'est pas bien connu à ce jour.
- Le **Molybdène** (Mo) permet d'améliorer la résistance par solution solide de la matrice mais une teneur trop élevée favorise une formation de ferrite  $\delta$  et engendre pendant le service (donc après des temps prolongés d'exposition) une précipitation de phases de Laves ( $Fe_2Mo$ ). Dans les premiers temps d'apparition ces phases sont bénéfiques quant à la résistance au fluage, mais dès que leur diamètre moyen dépasse

un certain seuil, elles deviennent néfastes à la résistance au fluage. Le Mo, élément  $\alpha$ -gène, peut être incorporé dans les  $M_{23}C_6$  et MX. Dans les matériaux pour le nucléaire, le Mo est remplacé par du Ta.

- Le **Niobium** (Nb) et le **Vanadium** (V), combinés avec C et N produisent des carbures, des nitrures ou des carbonitrures : les MX. S'ils sont finement dispersés et semi-cohérents (voire cohérents) avec la matrice ferritique ils apportent un effet remarquable de résistance au fluage par durcissement structural en bloquant le déplacement des dislocations. La cohérence des MX n'est valable que pour des diamètres moyens inférieurs à 10 nm. Dans le matériau d'étude, ces précipités ont des dimensions supérieures à 10 nm.
- Le **Carbone** (C) est le stabilisateur le plus efficace de l'austénite en raison de sa grande solubilité dans l'austénite, tout comme l'Azote. Une forte teneur en Carbone rend le soudage de l'acier difficile, mais une faible teneur en Carbone ne facilite pas la résistance au fluage. Sa teneur doit donc être optimisée. Les MX de type NbC sont très stables et limitent la croissance des grains lors de l'austénitisation. (ABE et al., 2004) rapporte que le temps à rupture en fluage est sensiblement dépendant de la teneur en C pour une teneur inférieure à 0.018%, mais est indépendant de cette teneur pour une concentration supérieure à 0.047%.
- Le **Bore** (B) améliore la résistance des joints de grains et limite l'écroissage du matériau. Il joue un rôle de stabilisateur des  $M_{23}C_6$  en ségrégant à leur surface et limite alors la vitesse de coalescence de ce type de précipités. La stabilisation des lattes de martensite par ajout de Bore permet d'assurer une bonne résistance au fluage à long terme ; la composition doit être optimisée pour éviter la formation de nitrures de Bore. L'addition de Bore supprime également la formation de la zone à grains fins dans la zone affectée thermiquement ce qui limite la possibilité de rupture de type IV dans le fluage de Joint Soudé. Enfin, cet élément diminue la rapidité du mécanisme d'Ostwald dans la croissance des  $M_{23}C_6$  au cours du fluage.
- Le **Silicium** (Si), élément  $\alpha$ -gène, et le **Manganèse** (Mn), élément  $\gamma$ -gène, doivent avoir des teneurs minimales. Le Si diminue la ténacité en favorisant la précipitation des phases de Laves, contrairement au Mn.
- Le **Nickel** (Ni) et le **Cuivre** (Cu) sont des éléments  $\gamma$ -gènes qui favorisent l'apparition de la ferrite  $\delta$  et qui diminuent la valeur de la température d'équilibre  $A_1$ . Le Ni déstabilise les  $M_{23}C_6$  mais stabilise la structure en sous-grains. Le Cu favorise la précipitation de phases de Laves pendant le revenu ou le vieillissement. LIU a étudié l'apparition de la ferrite  $\delta$  et son effet sur le comportement mécanique (LIU and FUJITA, 1989). Toutefois, le matériau d'étude a une composition chimique et des traitements thermiques qui évitent la formation d'une telle phase, donc aucune information sur son effet ne sera rapportée dans ce mémoire.

#### b) Composition donnée par le fabricant

Le tableau III.1 fournit la composition chimique en éléments majeurs du matériau d'étude donnée par le fabricant (COUDREUSE, 2006). Il fournit également la spécification d'un Grade 91 en accord avec le code ASME (SIKKA et al., 1981; MURASE et al., 1981).

#### c) Evolution de la composition dans le sens de l'épaisseur

Pour vérifier la bonne homogénéité de composition du matériau à l'état de réception, des analyses chimiques par microsonde de Castaing de 4 barreaux de MBND (cf. figure III.11) ont été effectuées au Centre des Matériaux. Dans la procédure de détermination

	C	Mn	Si	Ni	Cr	Mo	Al	S
Min	0.08	0.30	0.20	-	8.00	0.85	-	-
Max	0.12	0.60	0.50	0.20	9.50	1.05	0.04	0.005
Coulée	0.1	0.4	0.2	0.13	8.3	0.95	0.01	0.002
	P	V	Nb	Ti	N	Fe		
Min	-	0.18	0.06	-	0.03	Bal.		
Max	0.020	0.25	-	0.010	0.07	Bal.		
Coulée	0.007	0.20	0.075	0.004	0.03	Bal.		

**Tab. III.1** – Compositions fournies par le fabricant : spécification et coulée réelle (COUDREUSE, 2006; SIKKA et al., 1981; MURASE et al., 1981)

des teneurs en éléments chimiques, la différence doit être faite entre les éléments prépondérants, dits majeurs et les faibles teneurs, dites mineures. Par exemple, Nb est considéré comme une trace d'élément pour l'analyseur de la microsonde, contrairement aux autres éléments du tableau III.2. Les compositions fournies au tableau III.2 sont des moyennes sur 200 fenêtres d'analyses de taille  $50 \times 50 \mu\text{m}^2$  pour chaque échantillon. Deux séries d'échantillons numérotés de 1 à 4 et de 10 à 40 ont été réalisées. Le tableau III.2 présente les résultats de la seconde série.



**Fig. III.11** – Découpe d'un barreau en 4 morceaux suivant toute l'épaisseur du coupon MBND

Echantillon	Mn	Si	Ni	Cr	Mo	Al	V	Nb
10	0.361	0.187	0.040	8.429	0.948	0.024	0.212	0.073
20	0.365	0.193	0.040	8.329	0.949	0.024	0.211	0.074
30	0.383	0.203	0.045	8.414	0.959	0	0.213	0.071
40	0.403	0.228	0.047	8.093	0.939	0.003	0.203	0.073
Moyenne	0.378	0.203	0.043	8.316	0.949	0.013	0.210	0.073
Ecart-Type	0.017	0.010	0.015	0.214	0.044	0.013	0.014	0.013
Fabricant	0.4	0.2	0.13	8.3	0.95	0.01	0.2	0.075

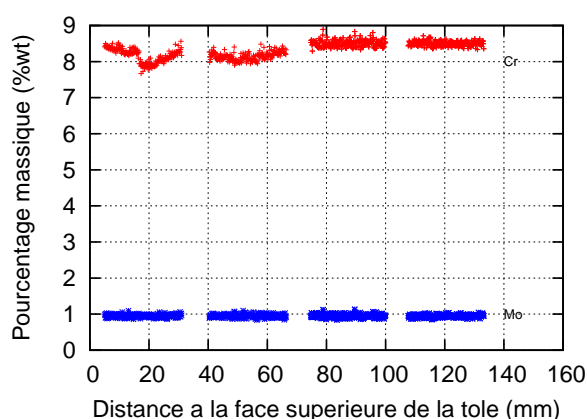
**Tab. III.2** – Composition moyenne massique des 4 échantillons notés 10 à 40

Le tableau III.2 présente également la moyenne de chaque élément sur l'ensemble des 4 barreaux de la tôle, l'écart-type des valeurs et une ligne de rappel de la composition délivrée par le fabricant. L'écart-type permet de mesurer la dispersion des teneurs en éléments chimiques d'une fenêtre d'analyse à l'autre par rapport à la moyenne mesurée pour chaque élément. L'écart-type étant proche de 0, une bonne cohérence peut être notée entre les valeurs déterminées par le Centre des Matériaux et celles données par le fabricant, sauf pour la teneur en Ni. Suivant l'épaisseur de la tôle, une bonne homogénéité de composition peut être également constatée. Il est à noter toutefois que la teneur en éléments Ni et Al est incluse dans la gamme donnée par la spécification ASME. La teneur de ces éléments est assez forte par rapport à la valeur attendue bien qu'un étalonnage sur témoins avant chaque analyse d'échantillon pour tous les éléments est effectué. Il n'a pas été possible de

déterminer les teneurs en C et en N par analyse à la microsonde de Castaing, donc ces éléments ne peuvent pas être précisément quantifiés et vérifiés par rapport aux données du fabricant.

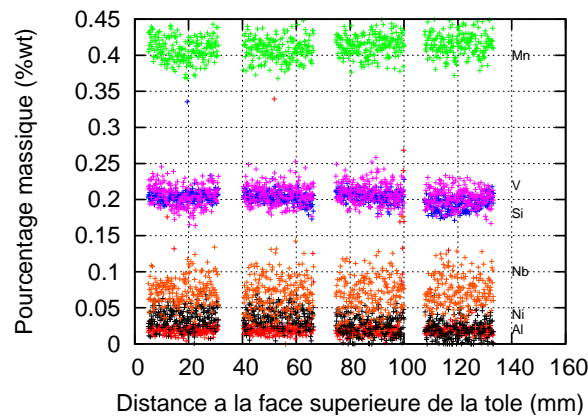
La spécification de référence est celle donnée par V.K. SIKKA (SIKKA et al., 1981) où la gamme est identique, sauf pour la teneur en Soufre qui atteint la valeur maximale de 0.010 % en masse. Au cours d'optimisations métallurgiques, la spécification du Grade 91 est devenue plus restrictive pour le Soufre afin de limiter la formation d'inclusions de type MnS, sites préférentiels de germination de cavités.

A l'issue des mesures de composition chimique obtenues à la microsonde de Castaing, les diagrammes donnant la teneur en éléments suivant l'épaisseur de la tôle ont été tracés (cf. figures III.12 et III.13). Ces diagrammes montrent encore que la tôle possède une composition chimique relativement homogène suivant l'épaisseur. Les deux premiers quarts supérieurs de la tôle (cote de 0 à 33 mm et de 33 à 66 mm) présentent d'importantes variations de teneur en Chrome. Il est à noter que les analyses entre la moitié supérieure et la moitié inférieure de la tôle n'ont pas été réalisées dans les mêmes conditions. Il s'agit de deux campagnes différentes qui peuvent expliquer certaines variations de teneurs non attendues, néanmoins, l'homogénéité de composition chimique est acceptable. La figure III.13 montre quelques effets de bord pouvant être pondérés par l'échelle des ordonnées, ainsi que quelques pics de Si et d'Al, principalement dus au polissage OPS (silice colloïdale) des échantillons avant analyse. En conclusion, ces analyses invitent à réduire le domaine d'étude métallurgique et mécanique entre le deuxième et le troisième quart d'épaisseur de la tôle. L'extraction de matière en vue de l'usinage d'éprouvettes pour les essais mécaniques se fera donc à une cote au moins de 30 mm depuis le bord supérieur. Ces résultats obtenus au Centre des Matériaux sont cohérents avec ceux obtenus au CEA Saclay publiés dans une note d'essai (DE CARLAN, 2007) où des analyses du même type ont été réalisées sur une autre partie de la tôle, ce qui excluent les problèmes potentiels de composition chimique liés aux effets de bord dans la tôle mère. Les matériaux d'étude du Centre des Matériaux et du CEA, extraits de la même tôle, sont donc métallurgiquement identiques.



**Fig. III.12** – Evolution de la teneur en Cr et Mo suivant l'épaisseur depuis la face supérieure de la tôle

**Températures de transformation** Les éléments Cr, Mo, Si, Nb, V ont chacun une légère influence sur la température  $A_1$  (SANTELLA et al., 2001) mais combinés, leur in-



**Fig. III.13** – Evolution de la teneur en Mn, Si, V, Al et Ni suivant l'épaisseur depuis la face supérieure de la tôle

fluence permet d'augmenter cette température. Une combinaison de Cr, Mo et (Nb+V) avec des teneurs optimisées garantit cette augmentation de la température de début de transformation austénitique tandis qu'une augmentation de la teneur en N la fait diminuer. La combinaison des deux éléments (Mn+Ni) influence fortement la température  $A_1$ . Cette température a une valeur de 856°C pour un Grade 91 d'après (SANTELLA et al., 2001). D'autres références bibliographiques, comme (CAMINADA et al., 2004), précisent les valeurs de  $A_{c1}$  et  $A_{c3}$  : 820 et 910°C respectivement. Il est à noter que les éléments  $\alpha$ -gènes font augmenter  $A_1$  tandis que les éléments  $\gamma$ -gènes la font diminuer. Dans le cadre d'emploi d'aciers martensitiques à 9%Cr, il est rappelé que la température de début de transformation martensitique  $M_S$  est d'environ 390°C et que celle de fin de transformation  $M_F$  est d'environ 200°C.

### III.1.4 Structure martensitique du Grade 91

#### a) Pourquoi disposer d'une structure martensitique ?

L'intérêt de disposer d'une structure martensitique est d'avoir une microstructure très fine avec une forte densité de dislocations. Sous contrainte appliquée, une telle microstructure présentera une forte mobilité de ses dislocations libres. L'état martensitique est un état métastable, par conséquent, en service, à haute température, la microstructure va pouvoir se restaurer plus facilement que s'il s'agissait d'une matrice ferritique stable (SANCHEZ-HANTON and THOMSON, ). Cette restauration va favoriser le regroupement des dislocations en sous-joints et former ainsi des sous-grains. Ces sous-joints sont très stables puisqu'ils sont ancrés par les carbonitrides de type MX, résistants à haute température.

ABE précise que la teneur optimale est de 9%Cr pour un compromis entre résistance au fluage et une bonne ténacité (ABE, 2008). En effet, dans les aciers à faible teneur en Cr (les aciers bainitiques), la restauration des dislocations en excès ou la coalescence des carbures et des sous-grains est plus importante que dans les aciers martensitiques, ce qui diminue la résistance au fluage. En revanche, dans les aciers à forte teneur en Chrome (12%Cr), de la ferrite  $\delta$ , néfaste pour cette résistance au fluage, se forme pendant la trempe consécutive à l'austénitisation. C'est pourquoi une attention particulière est donnée sur le

développement des aciers martensitiques à 9%Cr.

### b) Microstructure martensitique

**Hiérarchisation** La microstructure martensitique du matériau étudié est constituée d'une matrice sous forme de lattes de martensite revenue avec une densité de dislocations de l'ordre de  $10^{14} \text{ m}^{-2}$ . La largeur caractéristique de ces lattes est d'environ  $0.5 \mu\text{m}$ . La figure III.14 présente la sous-structure classique des aciers martensitiques à 9Cr.

Chaque latte contient des sous-joints de très faible désorientation. Les observations au TEM sur des lattes minces mettent en évidence leur existence. Ces sous-joints délimitent des sous-grains (cf. figures III.14 et III.15).

Un ensemble de lattes parallèles, voisines et séparées par des joints de faibles désorientations (inférieures à  $15^\circ$ ) constitue un bloc. Tous les cristaux d'un bloc appartiennent à la même zone de Bain. Deux blocs se différencient après attaque chimique au réactif Villela par une différence de relief.

Un ensemble de blocs morphologiquement parallèles mais séparés par des joints de forte désorientation constitue un paquet (environ  $50$  à  $60^\circ$ ). Les paquets sont eux-mêmes généralement séparés par des joints de forte désorientation.

Un grain austénitique est délimité par un joint de désorientation moyenne entre  $20$  et  $40^\circ$ . Ces grains renferment un certain nombre de paquets.

Cette hiérarchisation peut être mise en évidence par des observations EBSD, comme il en sera présenté dans la suite de ce mémoire.

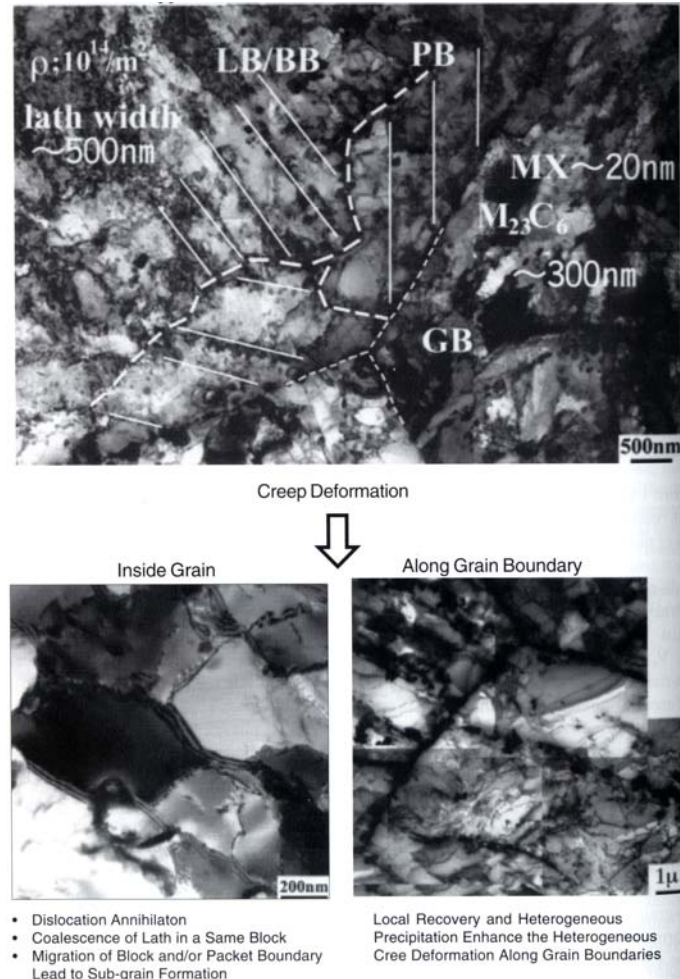
**Cristallographie** Les relations d'orientation de Kurdjumov-Sachs entre ferrite  $\alpha$  et austénite  $\gamma$  (celles-ci n'étant toutefois pas exactement vérifiées dans les martensites en lattes) montrent que les plans denses  $\{110\}_\alpha$  des différents cristaux d'un même paquet sont parallèles au même plan dense  $\{111\}_\gamma$ . Un paquet rassemble six variants. Les schémas de la figure III.15 résument cette organisation microstructurale (ABE et al., 2007; MORITO et al., 2003). Certains auteurs, comme (GUPTA and WAS, 2008), évoquent l'existence de sous-grains à l'intérieur des lattes dont les joints sont constitués par un regroupement de dislocations, comme cela a été évoqué dans le paragraphe précédent.

Une martensite trempée possède une structure quadratique centrée où le Carbone est présent en position interstitielle dans la maille de fer. La dureté d'une telle martensite est très élevée. En revanche, une martensite revenue possède une structure cubique centrée où le Carbone est présent sous forme de précipités. Le revenu élimine une partie des dislocations, si bien que la dureté du matériau est plus faible.

**Atouts pour la résistance au fluage** Le durcissement par les sous-joints est inversement proportionnel à la largeur des lattes et des blocs. Ce mécanisme de renfort est le mécanisme prépondérant dans la résistance au fluage et est amélioré par une fine dispersion de précipités le long des joints, ce qui les stabilise. La suppression de la coalescence des particules pendant le fluage et le maintien d'une distribution homogène de carbures au



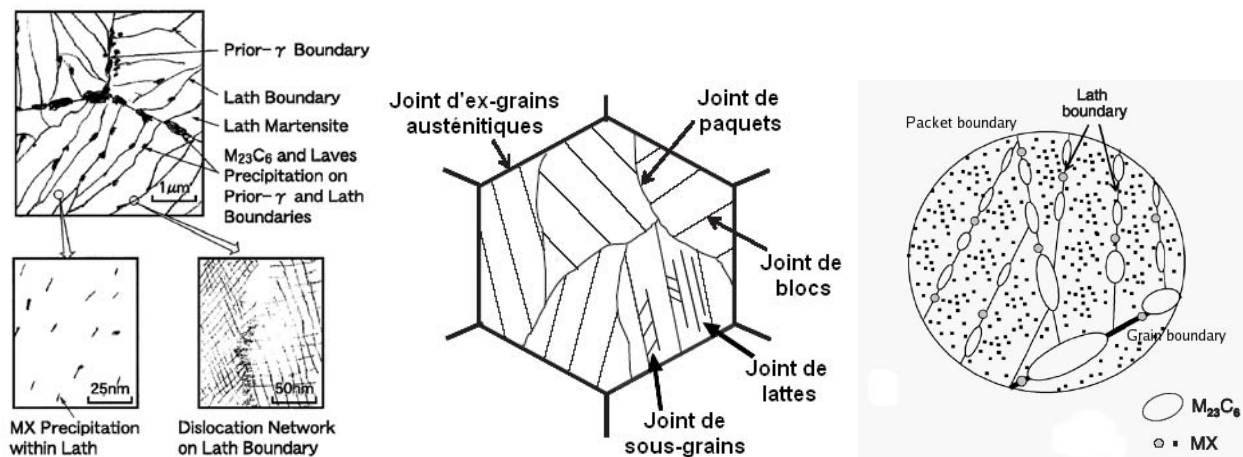
niveau des joints sont un moyen d'éviter la dégradation de la résistance au fluage à long-terme (ABE, 2008). IGARASHI met en évidence l'évolution de la microstructure au cours du fluage à l'intérieur des grains et le long des joints (cf. figure III.14), qui se caractérise principalement par une restauration de la matrice (IGARASHI et al., 2000).



**Fig. III.14** – Changements caractéristiques dans la microstructure d'un acier T9 (Fe-9Cr-1Mo) après fluage : GB = *Prior austenite grain boundary*, PB = *Packet boundary*, BB = *Block boundary*, LB = *Lath boundary* (IGARASHI et al., 2000)

## III.2 Traitements thermiques des matériaux étudiés

Pour obtenir un bon compromis entre résistance au fluage, ténacité et ductilité (cf. figure III.2), le matériau est normalisé-revenu. Le traitement de normalisation produit une microstructure martensitique  $\alpha'$ , ce qui est recherché, et permet de dissoudre certains carbures et nitrures dans la matrice. Le revenu engendre une restauration de la martensite et une précipitation contrôlée de carbures et de nitrures en termes de taille (Di GIANFRANCESCO et al., 2005). TOTEMEIER a étudié l'influence des températures de normalisation et de revenu sur la microstructure et conclut sur une température supérieure à 925°C pour la normalisation et 760°C pour le revenu pour obtenir une matrice totalement martensitique (revenue) avec un compromis optimal entre dureté, ténacité et



**Fig. III.15** – Microstructure typique d'un 9-12%Cr martensitique revenu (MASUYAMA, 2001; ABE et al., 2007; GUPTA and WAS, 2008)

résistance à long-terme au fluage. Si ces températures de traitement sont plus basses, les propriétés mécaniques sont moins bonnes (TOTEMEIER et al., 2006).

### III.2.1 La normalisation

A partir notamment des diagrammes pseudo-binaires sont établies les températures de traitements thermiques. Le Grade 91 est austénitisé en général vers 1050-1070°C pendant 1h par pouce (inch) d'épaisseur afin d'obtenir un grain  $\gamma$  de 20 à 30  $\mu\text{m}$  pour des propriétés mécaniques optimisées (DAS et al., 2008). Si la température de normalisation est élevée (> 1100°C) la microstructure de l'acier contiendra de la ferrite  $\delta$  comme le montre l'étude de KHARE (MURASE et al., 1981). Après un traitement de normalisation à environ 1050°C, un refroidissement à l'air engendre une transformation martensitique (HALD, 2005) même pour des tôles d'épaisseur 140 mm. La vitesse de refroidissement est déterminée à partir des diagrammes de Temps de Refroidissement Continu et doit être suffisante pour éviter de fabriquer de la ferrite. La gamme de températures 1050-1070°C assure bien, d'après les diagrammes III.8 et III.9, une microstructure austénitique.

### III.2.2 Le revenu

Le revenu permet une diminution de la fragilité de la phase  $\alpha'$  et de réduire les contraintes internes dues au refroidissement. Ce traitement entraîne donc une décroissance de la valeur du  $R_{p0.2}$  mais une augmentation de l'allongement à rupture lors d'essais de traction. Le choix de la température de revenu dépend de l'application industrielle faite de la nuance d'acier. La gamme de températures préconisée par la norme ASME est de 680 à 780°C. Les températures basses concernent un usage en tant que composants de rotor de turbine par exemple (haute résistance à la traction) où la densité de dislocations doit être maintenue élevée pour favoriser la résistance en fatigue. Les plus hautes concernent un usage en composants pressurisés (tubes, ...) pour une résilience élevée (HALD, 2005; HALD and KORCAKOVA, 2003). Un tel revenu permet de détensionner les contraintes dues au refroidissement et de faire précipiter le Carbone interstitiel. En complément, l'influence du revenu sur un 9%Cr à 750°C a été étudié en détail par TAMURA (TAMURA et al., 2006).

Le processus de restauration des lattes et des dislocations intervient durant le revenu et pendant le fluage. La microstructure initiale a donc un impact sur la résistance au fluage.

Toutefois, ce processus de restauration n'est pas encore entièrement compris (SAWADA et al., 2003) en raison de la complexité de la structure en lattes martensitiques avec une forte densité de dislocations ainsi que des changements microstructuraux simultanés (coalescence des précipités, restauration des dislocations) qui interviennent pendant le revenu et pendant le fluage. La vitesse de migration des joints de lattes diffère d'un joint à un autre. La force motrice de ces changements microstructuraux semble être la déformation accumulée lors de la transformation martensitique. La restauration des lattes ne peut donc se faire de manière homogène dans toute la matrice au cours du revenu et du fluage en raison de l'hétérogénéité de la distribution de cette déformation dans les lattes.

### III.2.3 Cas des matériaux de l'étude

**Métal de Base Non Détensionné (MBND)** Dans la présente étude, les traitements de normalisation-revenu de la tôle d'étude sont constitués d'une austénitisation à 1070°C pendant 4h, d'une trempe à l'eau, d'un revenu à 760°C pendant 5h et d'un refroidissement sous air calme ; conformément à ce qui a été évoqué dans les deux paragraphes précédents.

**Métal de Base Détensionné (MBD)** Le traitement de détensionnement que subit la tôle de Joint Soudé après soudage (PWHT) est de 750°C pendant 20h. La montée en température à ce palier est d'environ 46°C/h et la vitesse de refroidissement après traitement est d'environ 44°C/h. Ces vitesses sont a priori celles délivrées par le four de traitement thermique et non vues par la pièce en son cœur (PIERRON, 2006).

Grâce à ces paramètres et aux différentes données bibliographiques présentées ci-dessus, la microstructure de l'acier est une martensite revenue, conformément aux attentes. Il restera à le confirmer par des observations ci-après fournies.

## III.3 Diagramme de stabilité des phases à l'équilibre

Connaissant la composition chimique du matériau d'étude, il est possible de simuler l'état de la microstructure. L'intérêt de cette section est d'utiliser un logiciel de calcul thermodynamique simulant l'état de la microstructure à partir de la composition chimique et des traitements thermiques que subit le matériau. La microstructure simulée pourra ensuite être comparée avec la littérature d'une part et surtout avec les observations sur le matériau réel de l'étude d'autre part.

A partir de la détermination de la teneur en éléments, un diagramme de stabilité des phases à l'équilibre en fonction de la température a été tracé à l'aide du logiciel MatCalc. Ce logiciel est développé par l'équipe d'Ernst KOZESCHNIK anciennement à l'Université de Graz, en Autriche (<http://matcalc.tugraz.at>).

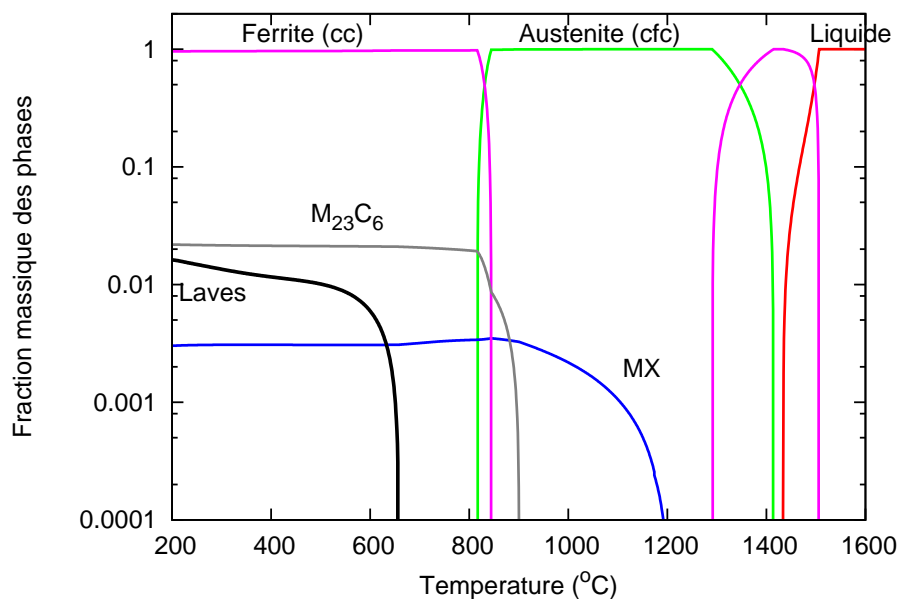
Ce diagramme (cf. figure III.16) a été obtenu à partir de bases de données libres de thermodynamique-chimique retranscrites dans le logiciel, type CALPHAD (IWS-Steel) et autres données issues de la littérature. Les phases présentes à l'équilibre peuvent être calculées en minimisant l'énergie libre de Gibbs du système (CERJAK et al., 1999; KOZESCHNIK et al., 2004; SVOBODA et al., 2004). Cette base de données a été mise à jour en mai 2008 à la suite d'une communication personnelle avec le professeur Ernst KOZESCHNIK. En pratique, à partir de la composition chimique que saisit l'utilisateur et en spécifiant la plage des températures étudiées, MatCalc donne une fraction de phases en

fonction de la température d'équilibre. Il n'est pas possible d'obtenir une courbe de phases métastables, telle la martensite.

Comme le montre le diagramme III.16, MatCalc prédit l'existence de phases de Laves à l'équilibre qui disparaissent vers 666°C. La littérature fournit des informations concernant leur précipitation à haute température. (GAFFARD, 2004) en avait observé surtout pour des essais de fluage à partir de 600°C, quel que soit le temps d'exposition. En revanche, pour des températures de l'ordre de 500°C, un temps d'exposition assez long doit être nécessaire pour qu'elles précipitent. Les calculs de thermodynamique permettent de décrire la microstructure à l'équilibre, état différent de celui dans lequel se trouve le matériau d'étude.

Le diagramme III.16 montre les domaines d'existence à l'équilibre de phases classiques : la ferrite  $\alpha$ , l'austénite  $\gamma$  et la ferrite  $\delta$ . MatCalc prédit l'existence de précipités de type  $M_{23}C_6$  jusqu'à 900°C et de type MX très stables jusqu'à 1200°C, avec une fraction de phase plus importante pour les premiers que pour les derniers. Il est à noter qu'aucun AlN n'est prédit, ce que confirme (FURTADO et al., 2003) qui n'en a pas observé au microscope électronique en transmission.

Enfin, ce diagramme montre un large domaine de coexistence de la ferrite  $\delta$  et de l'austénite justifiant des températures pas trop élevées d'austénitisation lors du traitement de normalisation. Un traitement dit de normalisation se fait toujours à basse température d'austénitisation. Cette température doit être largement inférieure à 1250°C pour éviter la formation de cette ferrite  $\delta$ . Si une redissolution complète des précipités est souhaitée, alors la température d'austénitisation doit être supérieure à 1200°C, ce qui laisse une plage étroite théorique de 50°C pour éviter la formation de phase  $\delta$ . Dans ce cas, la croissance des grains n'est plus retenue par aucun précipité ce qui pose des problèmes de ténacité du matériau. Donc ce diagramme peut être rapproché de la littérature et des informations apportées aux sections précédentes où le paramètre température/durée de la normalisation, d'une part, doit être suffisamment élevé pour effacer l'historique de la précipitation antérieure sans former de la ferrite fragile et garder quelques précipités primaires pour limiter la croissance des grains. D'autre part, le paramètre température/durée de revenu doit également permettre de contrôler la précipitation au sein de la microstructure fille afin de disposer d'un matériau avec une fine dispersion de petits précipités incohérents (diamètre moyen supérieur à 10 nm) sans favoriser fortement la croissance des particules primaires.



**Fig. III.16** – Diagramme de stabilité des phases à l'équilibre pour la composition : Fe-0.1C-0.03N-0.4Mn-0.2Si-0.13Ni-8.3Cr-0.95Mo-0.2V-0.075Nb (MatCalc)

Dans le cadre de cette étude, le traitement de normalisation-revenu atteint respectivement les températures de 1070°C et 760°C, ce qui permet de restaurer suffisamment la matrice en annihilant bon nombres de dislocations, en remettant en solution tous les  $M_{23}C_6$  et supprimer quelques MX primaires (les moins stables étant les VC et les VN). Le revenu permet-il de contrôler finement la précipitation de MX secondaires ? Seules des observations au TEM sur répliques extractives, voire sur lames minces, peuvent éclaircir ce point.

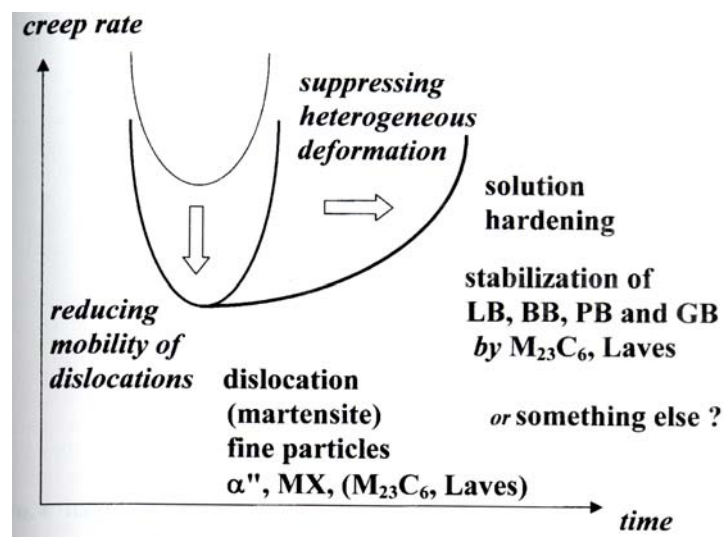
## III.4 Simulation de la précipitation dans un Grade 91 MBND et MBD

### III.4.1 Rôle des principaux précipités

La microstructure d'un acier martensitique 9Cr présente une sous-structure avec des joints et des sous-joints qui sont mis en évidence par des précipités, révélés après attaque chimique au Villela (ou dans une moindre mesure au Nital). Des analyses par EDX permettent d'identifier ces précipités, des exemples de spectres seront fournis dans la suite du mémoire.

Parmi eux, les  $M_{23}C_6$  riches en Chrome précipitent le long des joints (de grains, de paquets, de blocs, de lattes) et sont responsables de leur stabilité. Ces gros précipités apparaissent au moment du revenu. D'autres, beaucoup plus petits, les MX, sont formés principalement avant même la phase d'austénitisation et sont très stables en température. Certains d'entre eux se forment également au moment du revenu. Pour tous ces MX, leur site préférentiel de germination se trouve à l'intérieur des lattes de martensite sur les dislocations (IGARASHI et al., 2000; MARUYAMA et al., 2001). Ces précipités fins servent d'obstacles aux mouvements des dislocations et retardent le réarrangement des dislocations

et la formation de sous-grains. C'est grâce à ces mécanismes que la résistance au fluage est améliorée. IGARASHI a schématisé (cf. figure III.17) l'influence des précipités sur le comportement au fluage en termes de réduction de la mobilité des dislocations, conduisant à une diminution de la vitesse secondaire de fluage et en termes de déformation hétérogène. Ces mécanismes contribuent à l'augmentation de la durée de vie des éprouvettes (IGARASHI et al., 2000). La réduction de la vitesse est assurée par l'ancrage des dislocations grâce à de fins précipités cohérents ou semi-cohérents avec la matrice. La suppression de la déformation hétérogène passe par la stabilisation des sous-joints par tous les types de précipités ( $M_{23}C_6$  ou MX) et par le durcissement par solution solide (Mo).



**Fig. III.17** – Illustration schématique d'une courbe vitesse de fluage en fonction du temps avec les interactions des mécanismes de résistance au fluage (IGARASHI et al., 2000)

Concernant les MX, des analyses EDX mettent en évidence l'existence de deux types, voire plus. Les Nb(C,N), d'une part, contiennent un peu de V. Le traitement d'austénitisation ne permet pas une remise en solution de ces précipités, en raison de leur grande stabilité à haute température. Les VN, d'autre part, contiennent un peu de Nb et précipitent principalement pendant le revenu (HALD and KORCAKOVA, 2003). MARUYAMA indique que les NbX primaires sont assez gros, alors que les VX et les NbX apparaissant après le revenu sont de petites tailles respectivement sous forme de disque et de sphère (MARUYAMA et al., 2001). MAILE a étudié l'influence de la composition chimique des précipités (bénéfiques ou non) sur la résistance au fluage d'aciers 9-12%Cr (MAILE, ). Il est possible d'observer d'autres carbures tels que des NbC et des VC. En tout état de cause, la détermination de la nature des MX présents dans l'acier 9Cr revenu est faite d'après le rapport de la teneur en C sur la teneur en N. YAMADA a classifié ces MX suivant 3 types d'après leur morphologie. Le type III est une précipitation secondaire de VN sur des Nb(C,N) existant, les V-Wings. Le type II concerne la précipitation primaire de VN. Enfin, les Nb(C,N) composent le type I (YAMADA et al., 2001).

L'apparition de ces types de précipités dépend fortement des traitements thermiques que subit le matériau. ANDERSON rapporte que la plupart des précipités observés sont de types  $M_{23}C_6$  et MX (ANDERSON et al., 2003). Néanmoins, d'autres types de précipités peuvent être identifiés. L'auteur a caractérisé dans sa nuance normalisée-revenue respectivement à 1050°C et 550°C la présence de précipités de type  $M_2X$  qui apparaissent essentiellement après un revenu inférieur à 700°C. Ceci explique leur faible proportion dans

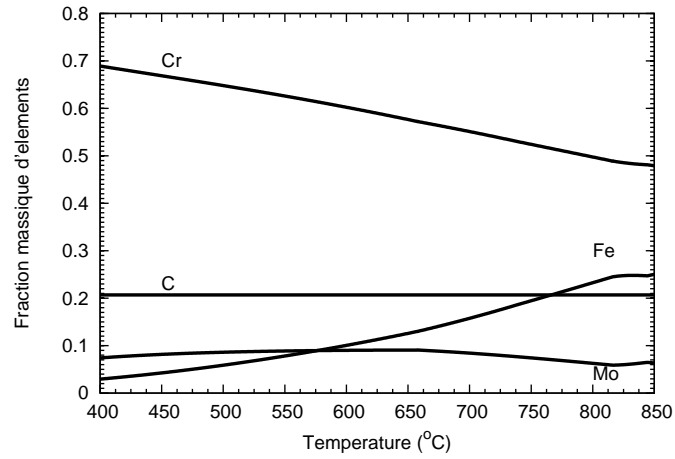
un matériau revenu à 750 ou 760°C. L'auteur trouve aussi une combinaison de type  $V_4C_3$ , précipité riche en V avec du Cr et des traces de Fe et de Nb. Enfin, des  $M_6X$  semblent être présents également ; précipités riches en Fe, Mo avec du Cr. Si en plus du V est détecté alors il est probable qu'il s'agit de carbures de type  $M_7C_3$ . Il est reconnu que les précipités stables à l'équilibre sont bien de types  $M_{23}C_6$  et MX, mais que leur apparition peut faire intervenir d'autres types de précipités métastables.

### III.4.2 Composition des phases principales à l'équilibre

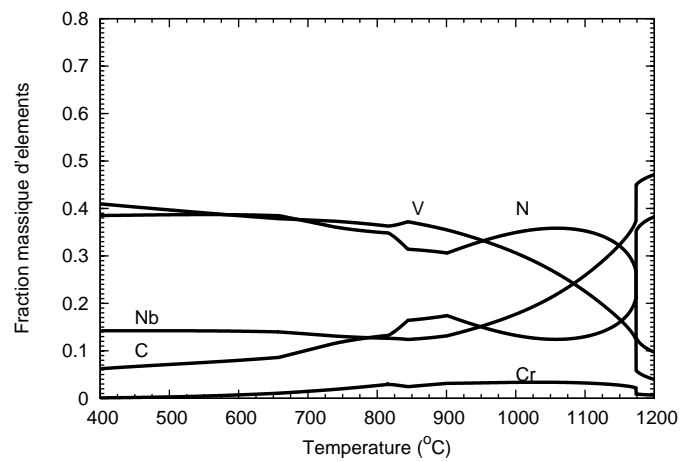
Le logiciel MatCalc permet de déterminer la composition des différentes phases principales à l'équilibre en fonction de la température de la même manière qu'il donne le diagramme d'existence des phases à l'équilibre. Les aciers 9%Cr possèdent deux grandes familles de précipités à l'état normalisé-revenu dans une configuration d'équilibre comme indiquées sur le diagramme III.16 : le type  $M_{23}C_6$  et le type MX. Pour la température d'étude, 500°C, MatCalc indique que les  $M_{23}C_6$  sont à l'équilibre des carbures riches en Cr et Mo et contiennent des traces de Mn, Ni et V (cf. figure III.18). La teneur en C semble demeurer constante ce qui est assez surprenant en raison de l'évolution métallurgique des carbures en fonction de la température. Dans le cas des MX, la littérature indique l'existence principale de deux classes que MatCalc ne dissocie pas (cf. figure III.19) : les carbonitrides riches en Nb : Nb(C,N) et les nitrures riches en V : VN. En revanche, force est de constater que les éléments V et N suivent la même évolution en fonction de la température ainsi que les éléments Nb et C. Les phases de Laves qui apparaissent a priori après des temps longs d'exposition ont une composition chimique riche en Fe, Mo et Si avec probablement du Nb et du Mn en plus faible proportion comme l'indiquent les courbes de la figure III.20 à l'équilibre. Il s'agit essentiellement d'un composé intermétallique  $Fe_2Mo$  contenant du Si. Ces phases précipitent aux joints de grains et aux sous-joints.

En rapprochant ces courbes de composition chimique en fonction de la température de celle du diagramme de stabilité des phases, les  $M_{23}C_6$  n'existent plus en tant que précipités au delà de 850°C, les MX sont remis en solution à partir de 1200°C environ, quant aux phases de Laves, leur existence n'intervient qu'après des temps prolongés à des températures au-plus d'environ 660°C. Hors de leur domaine d'existence, des artefacts de calcul dans la teneur en éléments de chacune de ces phases peuvent être notés, signe d'une remise en solution des éléments concernés dans la matrice.

Les informations ainsi obtenues sont à prendre avec quelques précautions et ne peuvent pas se substituer à une revue bibliographique de la microstructure du Grade 91, ou mieux, des observations de la microstructure réelle. Il faut donc être vigilant quant à l'interprétation des diagrammes thermodynamiques et de leurs dérivés telles que les courbes de composition de seconde phase en fonction de la température. Néanmoins, les résultats principaux en termes de composition de ces précipités coïncident bien avec les données bibliographiques et les caractérisations métallurgiques présentées dans la suite de ce mémoire.

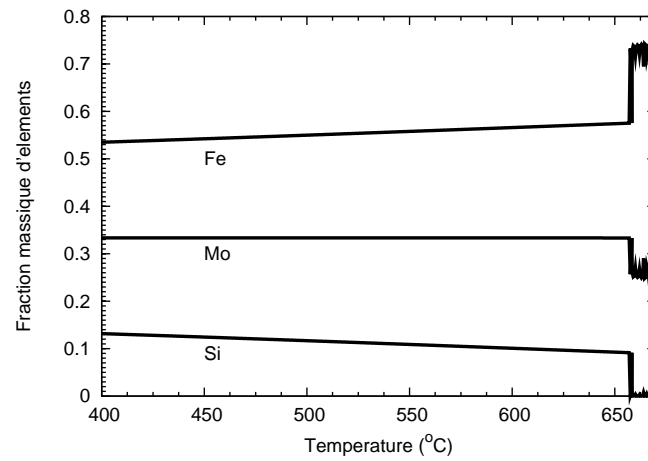


**Fig. III.18** – Composition des  $M_{23}C_6$  à l'équilibre en fonction de la température (MatCalc)



**Fig. III.19** – Composition des  $MX$  à l'équilibre en fonction de la température (MatCalc)





**Fig. III.20** – Composition des phases de Laves à l'équilibre en fonction de la température (MatCalc)

### III.4.3 Prédiction de la précipitation après traitements thermiques

Les traitements thermiques permettent de contrôler la microstructure du matériau. L'austénitisation suivie d'une trempe à l'eau permet d'obtenir une microstructure martensitique très dure même à cœur. Le traitement de revenu engendre une annihilation des dislocations donc une restauration et une baisse de la dureté. HALD pense que le mécanisme contrôlant le fluage dans sa globalité est le fluage dislocation c'est-à-dire que la déformation par fluage est due au mouvement des dislocations lui-même principalement généré par les sous-joints de grains (HALD, 2005). Une résistance accrue au fluage est donc possible si la migration de ces joints est retardée. Ce retard peut être effectif grâce à un renforcement de la solution solide par la formation d'un nuage de solutés autour des dislocations et grâce à des interactions nombreuses entre les dislocations et des précipités fins. HALD précise néanmoins que le renforcement par solution solide (effet du Mo dans le Grade 91) n'est plus valable lors d'expositions de longue durée avec la formation de phases de Laves. En revanche, le renfort par l'ancrage des dislocations et des sous-joints par des précipités est le mécanisme le plus important. Une attention particulière est donc portée au contrôle de cette précipitation. Là encore, l'outil MatCalc peut être utilisé pour prédire la composition chimique des précipités suivant l'histoire thermique que subit le matériau.

La réception du coupon MBND et de la tôle JS au Centre des Matériaux intervient après un traitement thermique dont les paramètres sont rappelés ci-dessous et dont une estimation des vitesses de chauffage et de refroidissement au cœur de la tôle est estimée comme étant peu différente de celle vue par la peau de la tôle :

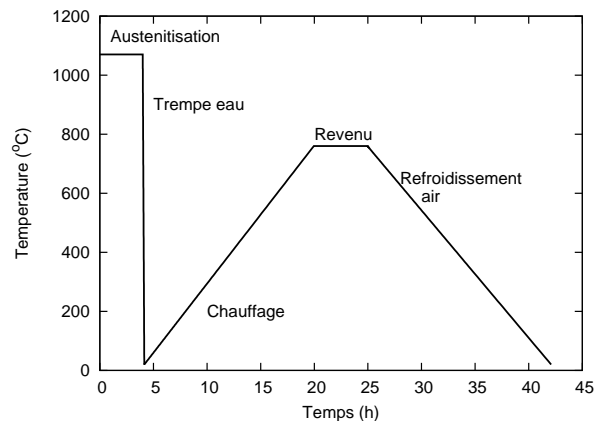
- Normalisation : 1070°C, 4h
- Trempe à l'eau froide où une vitesse de refroidissement à cœur de 2°C/s est considérée
- Une mise en chauffe jusqu'à la température de revenu où une vitesse de 46°C/h a été prise en compte d'après des données de la littérature
- Revenu : 760°C, 5h
- Refroidissement air calme à une vitesse de 44°C/h
- Une remise en chauffe à une vitesse de 46°C/h jusqu'à la température de PWHT
- PWHT : 750°C, 20h
- Refroidissement air calme se réalisant à une vitesse de 44°C/h

D'après la figure III.16, un traitement thermique à 760°C redissout les phases de Laves. Ce traitement engendre par ailleurs une certaine composition chimique des divers précipités à l'équilibre. Si l'histoire thermique (couple temps/température) du Grade 91 est prise en compte depuis la phase d'austénitisation, la composition chimique de ces phases doit être vraisemblablement différente de celle proposée pour un calcul à l'équilibre.

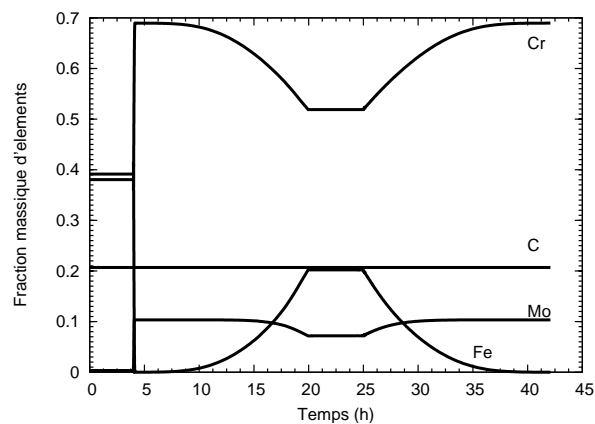
A l'aide du logiciel MatCalc, une étude de la cinétique de précipitation a été effectuée en se servant des bases de données de diffusion standard (IWS-Steel également). Les différentes vitesses de chauffage et de refroidissement sont discutables, mais aucune donnée existe concernant ces vitesses au cœur du matériau étudié de section épaisse. Donc ces valeurs ont été prises arbitrairement par rapport à d'autres valeurs classiques issues de la littérature et de celles imposées au four lors de la réalisation du Joint Soudé (PIERON, 2006). L'évolution de la fraction de phases de Laves ne sera pas décrite dans cette section puisqu'elles sont redissoutes après le revenu à 760°C ou après le traitement PWHT à 750°C.

### a) Cas du Métal de Base Non Détensionné MBND

La figure III.21 fournit l'histoire thermique que subit le matériau MBND. Les figures III.22 et III.23 présentent *in fine* la composition chimique en fraction massique d'éléments d'un  $M_{23}C_6$  et d'un MX sans distinction précise entre un Nb(C,N) ou un VN. En revanche, cette dernière figure montre que l'évolution de la teneur en C suit celle du Nb et celle en N suit celle du V, comme ce qui avait été évoqué précédemment.

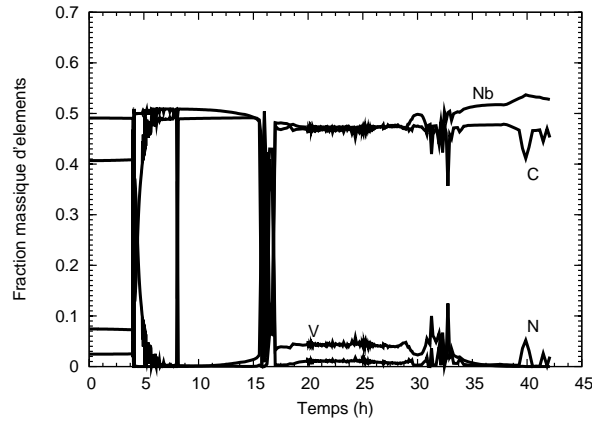


**Fig. III.21** – Traitement thermique de normalisation-revenu de la tôle MBND

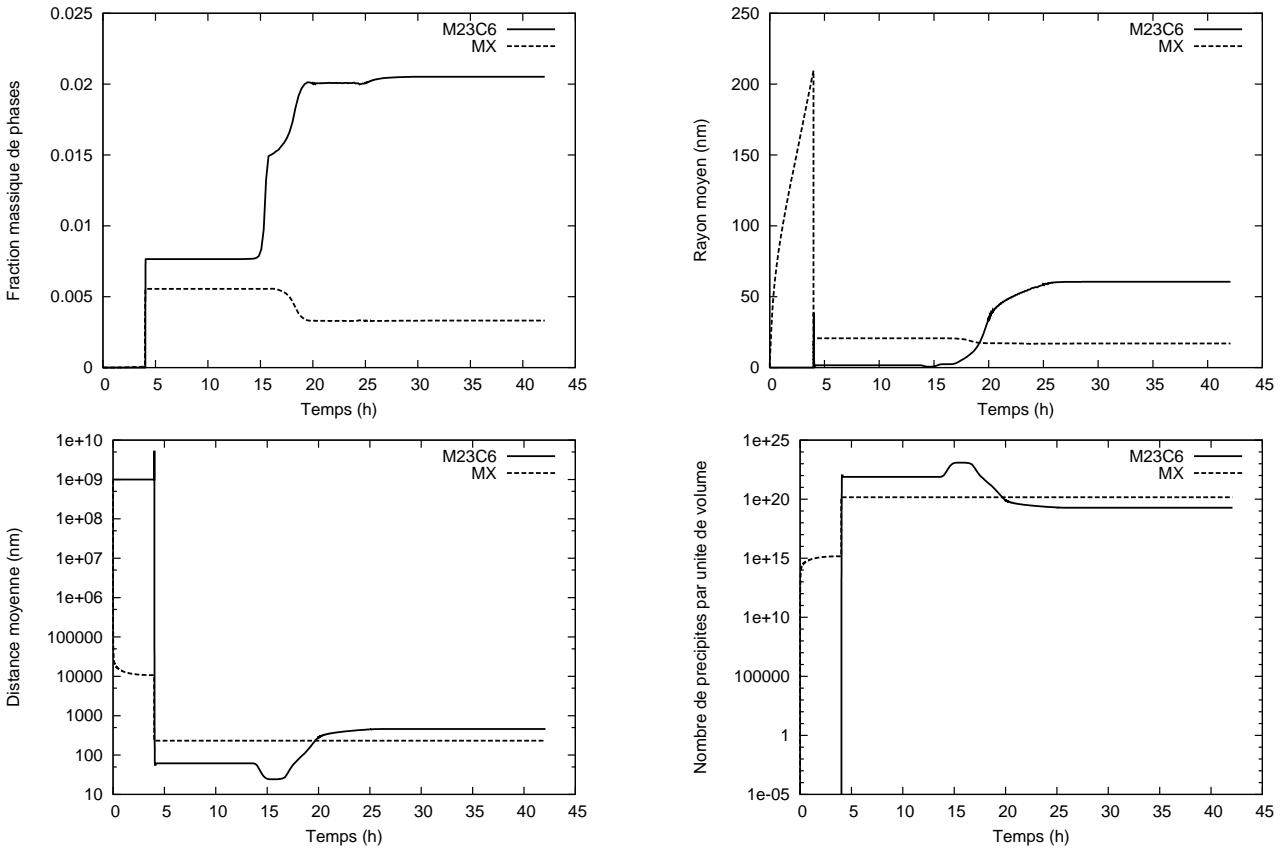


**Fig. III.22** – Evolution de la fraction en éléments dans les  $M_{23}C_6$  au cours des traitements thermiques (MatCalc)

Les carbures riches en Chrome voient leur composition revenir à un niveau identique en fin de trempe post-austénitisation (cf. figure III.22) alors que les Nb(C,N) semblent s'enrichir légèrement en Nb (cf. figure III.23). Les fractions massiques en N et V s'effondrent signe que les Nb(C,N) sont plus stables que les VN. La figure III.24 présente l'état de la distribution de chaque type de précipités au cours du traitement thermique. Les  $M_{23}C_6$  voient leur fraction massique augmenter après le revenu. Leur rayon moyen est d'environ 60 nm, et leur espacement moyen est de 500 nm. Cette distance est calculée a priori sur une surface où on trouve des joints et des sous-grains. Aussi, la répartition de ces carbures est différente si on se place dans un joint ou dans un sous-grain. Cette information calculée est donc arbitraire mais traduit la coalescence de ces précipités où leur nombre diminue

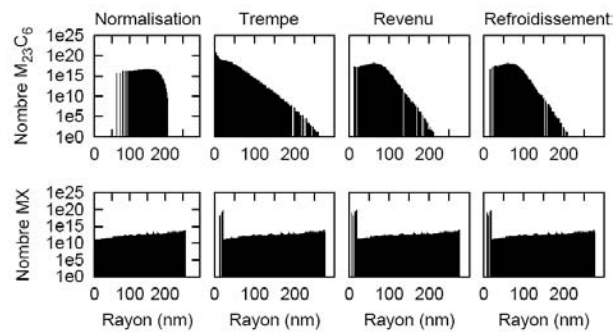


**Fig. III.23** – Evolution de la fraction en éléments dans les MX au cours des traitements thermiques (MatCalc)



**Fig. III.24** – Distribution des précipités en termes de fraction massique, de rayon moyen, de distance moyenne et de nombre au cours du traitement thermique (MatCalc)

avec un rayon qui augmente. Les MX, quant à eux, sont beaucoup plus résistants à la coalescence puisque leur nombre n'évolue plus depuis la trempe, leur rayon moyen avoisine les 15 nm pour une distribution plus fine que les carbures précédents. Ces informations se recoupent avec la figure III.25 qui présente la répartition du nombre de précipités en fonction de leur rayon moyen au cours du traitement thermique. Le renforcement apporté par une distribution de particules incohérentes est inversement proportionnel à la distance

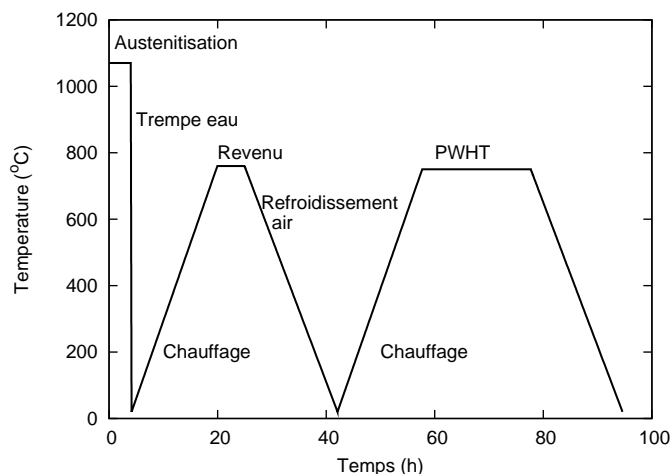


**Fig. III.25** – Histogramme de distribution des précipités après un traitement de normalisation-revenu (MatCalc)

moyenne entre ces particules et est proportionnel à la fraction volumique de ces particules. Une amélioration de la résistance au fluage est donc obtenue par une dispersion fine et homogène de précipités stables en température associée à un durcissement suffisant de la solution solide (ABE et al., 2007).

#### b) Cas du Métal de Base Détensionné MBD

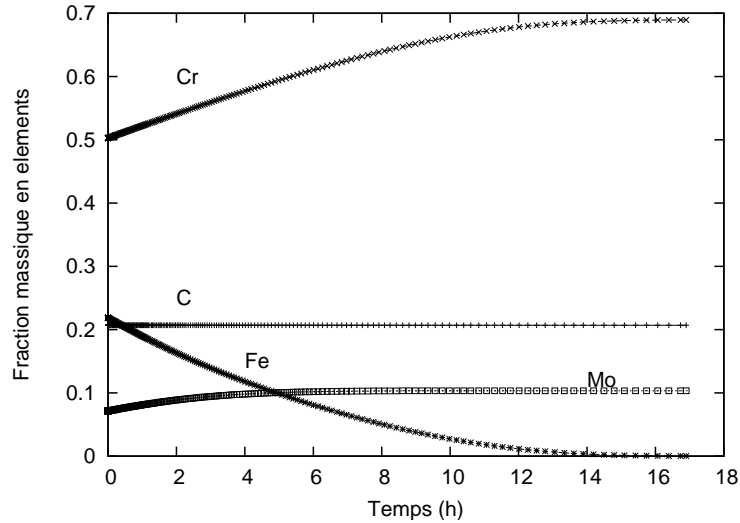
La figure III.26 présente le cycle thermique simulé dans MatCalc. Les vitesses de refroidissement et de chauffage sont déterminées arbitrairement mais identiques aux vitesses utilisées dans la section sur le Métal de Base Non Détensionné. Pour le traitement thermique PWHT, (NATESAN et al., 2006) indique une vitesse de chauffage de l'ordre de 100 à 150°C/h et une vitesse de refroidissement de l'ordre de 150 à 200°C/h. Ces vitesses sont cohérentes avec celles préconisées par la norme ASME B 31.1. Dans le cas du matériau d'étude, la forte épaisseur a conduit à estimer ces vitesses à environ 45°C/h. Une réduction de 50% de ces vitesses n'est pas jugée critique pour les résultats obtenus.



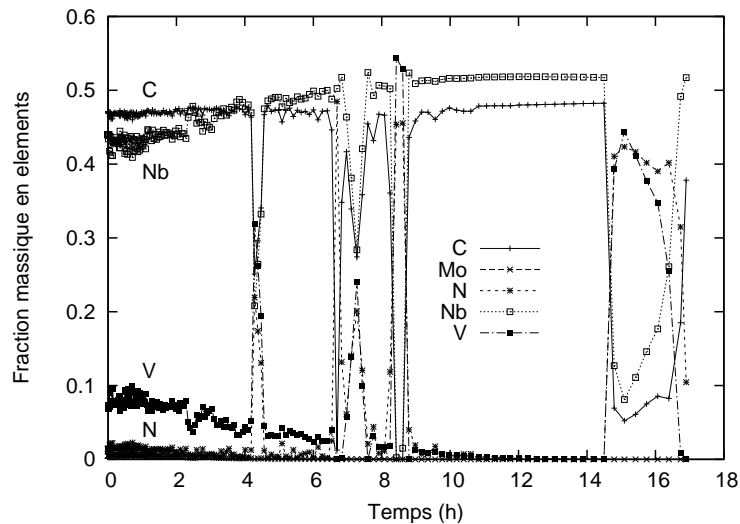
**Fig. III.26** – Histoire thermique de la tôle de Joint Soudé

A partir de calculs thermodynamiques et de cinétiques MatCalc, les évolutions des teneurs en éléments dans les principaux précipités ont été déterminées en fonction de la durée du refroidissement à la suite du traitement PWHT post-soudage et sont présentées sur les

figures III.27 à III.28. Au cours de ce refroidissement, les carbures  $M_{23}C_6$  s'enrichissent en Cr et légèrement en Mo mais s'appauvrissent en Fe pour retrouver une composition similaire à celle après un traitement de normalisation-revenu. Les MX voient leur composition chimique fluctuer, mais les courbes montrent une majorité de Nb(C,N). Ces fluctuations sont probablement dues à la définition de certains paramètres de calculs et n'ont a priori pas de raisons physiques d'exister. La composition chimique des MX (Nb(C,N) ou VN) semble être similaire également à celle après un traitement de normalisation-revenu.



**Fig. III.27** – Evolution de la teneur en éléments dans les  $M_{23}C_6$  au cours du refroidissement après le PWHT (MatCalc)

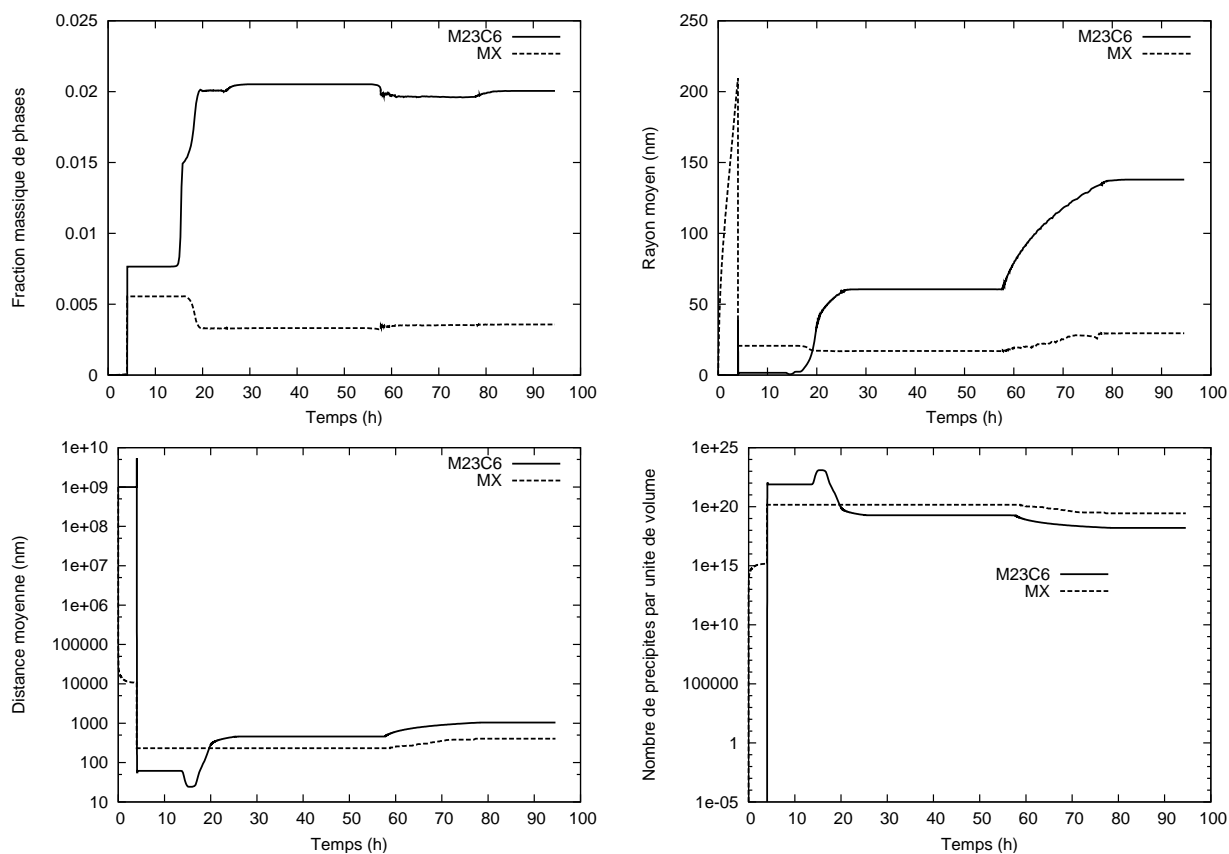


**Fig. III.28** – Evolution de la teneur en éléments dans les MX au cours du refroidissement après le PWHT (MatCalc)

Concernant la cinétique de précipitation, les figures de III.29 à III.30 présentent l'évolution au cours du traitement thermique de normalisation-revenu-PWHT de la fraction de

précipités, leur distribution en nombre, de la distance moyenne et de leur rayon moyen. Les fractions massiques de  $M_{23}C_6$  et de MX sont comparables à celles après un traitement de normalisation-revenu. En revanche, les distances moyennes entre les précipités semblent légèrement supérieures et leur nombre semble légèrement inférieur. Les  $M_{23}C_6$  grossissent pour atteindre un rayon moyen proche de 150 nm et un rayon de 30 nm pour les MX, ce qui est plus grand que dans le cas d'un matériau normalisé-revenu.

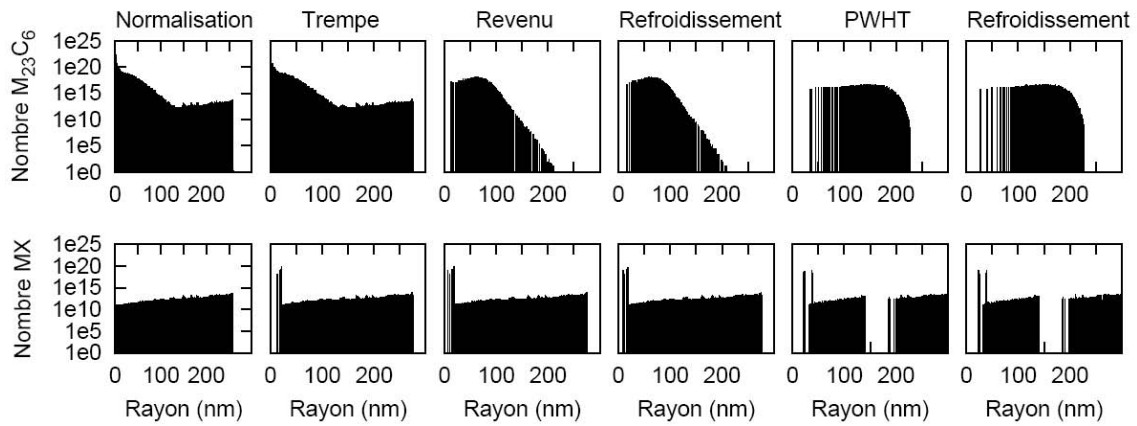
La figure III.30 rappelle la cartographie de la microstructure en traçant le nombre en fonction du rayon moyen de précipités à différentes phases du traitement thermique. Cet histogramme prévoit une répartition bi-modale entre des petits et nombreux précipités et des gros peu nombreux. Il s'agit probablement d'artefacts de calculs. Donc, on notera principalement l'existence de fins MX, répartis de façon homogène dans la matrice. Dans les observations de la microstructure, aucun précipité de type MX de taille supérieure à 100 nm n'a été trouvé, même si l'intérêt des recherches a été porté sur la caractérisation des petits MX (entre 10 et 50 nm).



**Fig. III.29** – Distribution des précipités au cours des traitements thermiques de normalisation-revenu-PWHT (MatCalc)

### c) Evolution au cours du fluage

Les précipités  $M_{23}C_6$  et certains MX secondaires peuvent précipiter durant le revenu (les primaires étant déjà dans le matériau avant austénitisation) préférentiellement au niveau des anciens joints de grains austénitiques, des sous-joints de grains ferritiques et sur les dislocations à l'intérieur des sous-grains. L'instabilité de la microstructure peut venir, au cours du service, de phases de Laves  $Fe_2Mo$  intermétalliques (MITCHELL and SULAIMAN, 2006). La déformation de fluage intervient majoritairement grâce à la mi-



**Fig. III.30** – Evolution de la répartition du nombre de précipités en fonction du rayon moyen au cours du traitement thermique (MatCalc)

gration des dislocations et des sous-joints. Aussi, pour améliorer la résistance au fluage, il est important de retarder cette migration par des renforts en solution solide (rôle du Mo) ou en multipliant les interactions des dislocations avec des précipités. Si les phases de Laves précipitent, la matrice s'appauvrit en Mo donc le renfort en solution solide est moins efficace, la résistance au fluage est moindre. C'est ce qui arrive à 600-650°C. Un autre facteur d'instabilité est soit l'apparition d'AlN, mais en raison d'une optimisation de la composition chimique (et donc du rapport  $[Al]/[N]$ ), leur germination est peu probable, soit l'apparition de phases Z modifiées Cr(V,Nb)N qui précipitent majoritairement dans les aciers à 11-12%Cr. Cette phase empêche la formation de (Nb,V)(C,N), précipités essentiels pour la résistance au fluage. Des détails sur cette phase Z peuvent être trouvés dans les articles (DANIELSEN and HALD, 2007; DANIELSEN and HALD, 2004; HALD, 2008). Le Grade 91 présente ce type de phases après des durées de 30 000 à 40 000h de fluage à 650°C ou après 113 000h à 600°C mais pas de façon significative (VIVIER et al., 2008) y compris jusqu'à 300 000 h (HALD, 2008). Il est à noter également que les MX sont très résistants à la coalescence contrairement aux M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> (HALD, 2005).



### III.5 Techniques expérimentales

Cette section rassemble les techniques expérimentales et moyens utilisés afin de caractériser les échantillons.

- **Préparation des échantillons**

1. Polissage

Les échantillons à observer sont dans un premier temps polis mécaniquement sans enrobage préliminaire au papier SiC d'une granulométrie d'indice 80 jusqu'à l'indice 1200. Puis, afin d'obtenir un poli-miroir les surfaces sont polies au moyen de pâtes diamantées de granulométrie de  $6\ \mu\text{m}$  jusqu'à  $1\ \mu\text{m}$ .

2. Observations en mode électrons rétrodiffusés

Pour les observations aux électrons rétrodiffusés au Microscope Electronique à Balayage (SEM), les surfaces doivent être polies en dernier lieu par de la silice colloïdale en suspension dans une solution d'eau distillée (OPS). La durée de ce polissage de finition est d'environ 10 minutes. Cette technique de polissage permet de déboucher les porosités (fissures, cavités, ...) sans les agrandir et de faire révéler la microstructure par contraste chimique sans attaquer chimiquement la microstructure.

3. Attaque chimique

Pour révéler la microstructure et la sous-structure des matériaux d'étude, une attaque chimique au réactif Villela (1 g d'acide picrique, 10 mL d'HCl, 90 mL d'éthanol) permet de dissoudre la matrice en surface et de révéler tous les joints de structure (lattes, blocs, paquets, ex-grains austénitiques). Ces joints sont mis en évidence grâce aux précipités qui y sont formés. Dans le cas du Joint Soudé, du perchlorure de fer est ajouté au réactif Villela permettant de mettre en évidence les grains colonnaires du Métal Fondu, contrairement au réactif Villela seul qui fait révéler essentiellement les lattes de martensite dans les aciers 9Cr.

4. Répliques extractives au carbone

Cette technique permet d'analyser par EDX les précipités révélés par attaque chimique en s'affranchissant de la matrice magnétique. Elle consiste dans un premier temps à attaquer légèrement, après polissage, la surface à caractériser puis à déposer une couche de quelques Angströms de carbone au moyen d'un évaporateur. Ce dernier fait chauffer un fil carboné par effet joule qui en se consumant dépose une couche de carbone sur la surface de l'échantillon. Après dépôt, le film carboné est pré-découpé avec un cutter pour former un damier des zones à récupérer pour analyses. Puis, le film est décollé chimiquement dans une solution légèrement acide (0.5 mL d'HCl et 100 mL de méthanol) pendant plusieurs heures. Le méthanol ne dissout pas le film carboné contrairement à l'éthanol. Les morceaux du damier ainsi décollés sont récupérés sur des micro-grilles de cuivre de maille  $300\ \mu\text{m}$ . Les micro-grilles peuvent être rincées à l'eau, mais néanmoins, le procédé explique l'existence des pics de Cl dans les spectres d'analyses EDX.

- **Moyens d'observation et de caractérisation**

1. Microscope Optique

Le laboratoire du Centre des Matériaux est équipé notamment d'un microscope optique ZEISS Axiovert 405 M inversé muni d'objectifs de grandissement

de  $\times 2.5$  à  $\times 100$  permettant d'observer la microstructure martensitique. Le microscope a été utilisé en réflexion en fond clair. Il est équipé d'une caméra et est relié à un ordinateur d'acquisition.

## 2. Microsonde de Castaing

Afin de déterminer une composition chimique moyenne d'un échantillon, des analyses par fenêtre de taille  $50 \times 50 \mu\text{m}^2$  ont été réalisées à l'aide d'un microanalyseur équipé de spectromètres à dispersion de longueur d'onde (WDS). La microsonde électronique du Centre des Matériaux est une CAMECA SX50 équipée de 4 spectromètres type WDS et d'un spectromètre à sélection d'énergie. Le dosage d'éléments légers tels que le Carbone ou l'Azote n'a pas pu être fait lors des analyses. Pour la détermination de la composition chimique en éléments majeurs le courant du faisceau d'électrons émis est de 50 nA alors que pour les traces d'éléments ce courant est de 200 nA. La tension accélératrice est de 20 kV dans les deux cas. Pour des informations sur le fonctionnement d'un tel équipement, le lecteur pourra consulter le cours de J. FAEBER (FAERBER, 2004).

## 3. Microscopes Electroniques à Balayage (SEM)

Pour les observations en électrons secondaires ou rétrodiffusés, le laboratoire est équipé de deux microscopes à balayage : LEO 1450 VP et ZEISS DSM982 Gemini. Ce dernier est équipé d'une caméra EBSD et possède un canon à émission de champ (SEM-FEG). Les traitements des fichiers d'acquisition EBSD sont réalisés avec le logiciel OIM TSL version 2.7 et l'indexation est réalisée à partir du logiciel NORDIF version 1.3.0. La gamme de tension accélératrice couramment utilisée est de 5 à 30 kV. Pour l'EBSD, la tension est de 20 kV pour une distance de travail de 19 mm, une inclinaison de  $70^\circ$  du porte-échantillon (pour des conditions de rendement des électrons). Pour des informations sur le fonctionnement d'un tel équipement, le lecteur pourra également consulter le cours de J. FAEBER (FAERBER, 2004).

## 4. Microscope Electronique en Transmission (TEM)

Grâce à la méthode des répliques extractives, les précipités peuvent être caractérisés notamment par des analyses spectrométriques de dispersion d'énergie des rayons X (EDX) couplées avec des observations au TEM pour déterminer la composition chimique des précipités les plus petits. Le TEM utilisé est un Tecnaï F 20 ST de la société FEI opérant à 200 kV et muni d'un canon à émission de champ et d'une caméra vidéo CCD. Les observations peuvent se faire suivant plusieurs modes dont notamment la combinaison de la transmission avec le balayage du faisceau (STEM), la haute résolution ou en fonction du numéro atomique (HAADF). Les analyses par spectrométrie de perte d'énergie des électrons, d'énergie filtrée peuvent être réalisées en plus de l'EDX. En mode STEM, la taille du faisceau du TEM est d'environ 2 nm.

## 5. Macroduromètre et Microduromètre

Afin de déterminer la dureté des matériaux, le laboratoire est équipé d'un macroduromètre Wolpert Testwell Dia Testor 2RcS et d'un microduromètre Buehler Micromet 5124. Le premier permet d'appliquer une masse jusqu'à 100 kg, quant au second, une masse de 0,05 kg jusqu'à 2kg. Le temps de maintien de la charge est de 30 s pour le macroduromètre et est de 10 s pour le microduromètre. Ce dernier est semi automatique au sens où il est possible de programmer des lignes d'indentations puis de mesurer manuellement la dimension de l'empreinte permettant de déterminer la dureté de type Vickers, type utilisé dans

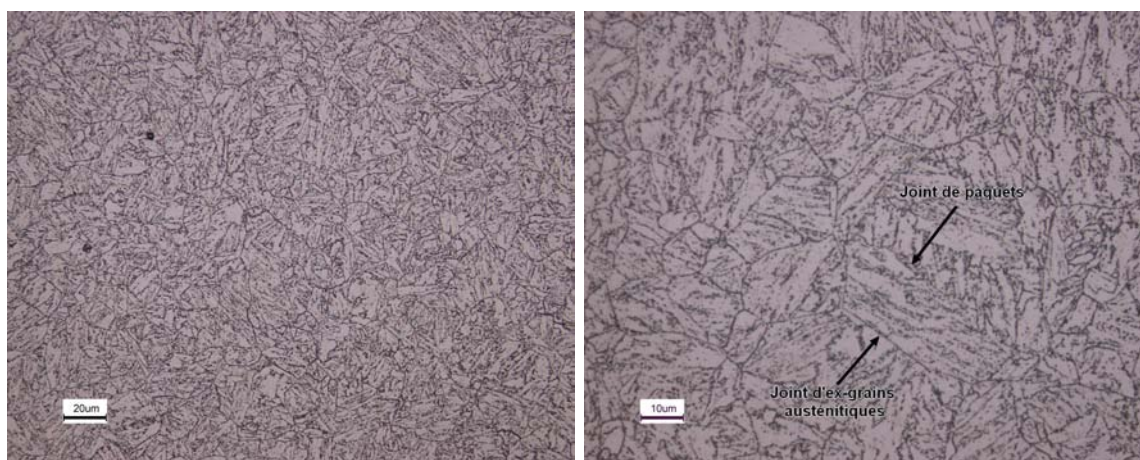
tout le mémoire.

### III.6 Caractérisation métallurgique du MBND

Le coupon réceptionné (celui de gauche d'après le plan de découpe de la figure III.5) se présente comme un parallélépipède de 50 kg de taille : 250 mm (L) × 200 mm (T) × 140 mm (S). Il s'agit d'un morceau de Métal de Base extrait de la tôle d'étude ayant subi un traitement thermique de normalisation-revenu composé d'une **austénitisation (1070°C ; 4h)**, d'une trempe à l'eau et d'un **revenu (760°C ; 5h)**. Cet état est qualifié de « non détensionné » (MBND) par opposition à la jonction soudée qui a subi un traitement thermique post-soudage de détensionnement PWHT pour réduire les contraintes résiduelles de soudage.

#### III.6.1 Structure martensitique en lattes (Microscope Optique)

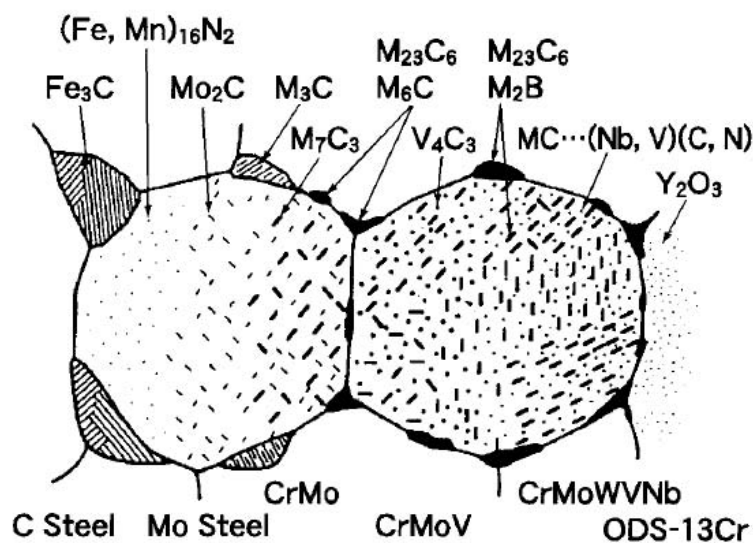
**Un acier martensitique** Après une attaque chimique au Villela pour révéler la microstructure au travers des précipités ségrégés majoritairement aux joints et sous-joints, des observations au microscope optique mettent en évidence la structure en lattes de martensite du matériau étudié. La figure III.31 présente la microstructure du matériau d'étude après les différents traitements thermiques évoqués plus haut. La microstructure est classique des 9Cr, avec une mise en évidence des joints d'anciens-grains austénitiques, des joints de paquets et de blocs, comme on peut le trouver par ailleurs (FURTADO et al., 2007). On devine également des joints de lattes, mais le moyen d'observation n'est pas adapté pour l'observation de cette échelle.



**Fig. III.31** – Microscope Optique, Metal de base Non Detensionné, attaque Villela

MASUYAMA présente une illustration (cf. figure III.32) comparée de l'évolution de la microstructure en fonction de l'ajout d'éléments d'addition (MASUYAMA, 2001). Cette illustration est conforme aux observations pour les éléments d'addition incorporés au Grade 91 étudié avec la précipitation de  $M_{23}C_6$  aux joints et aux sous-joints et la précipitation de MC ou  $(Nb,V)(C,N)$  en intralatte.

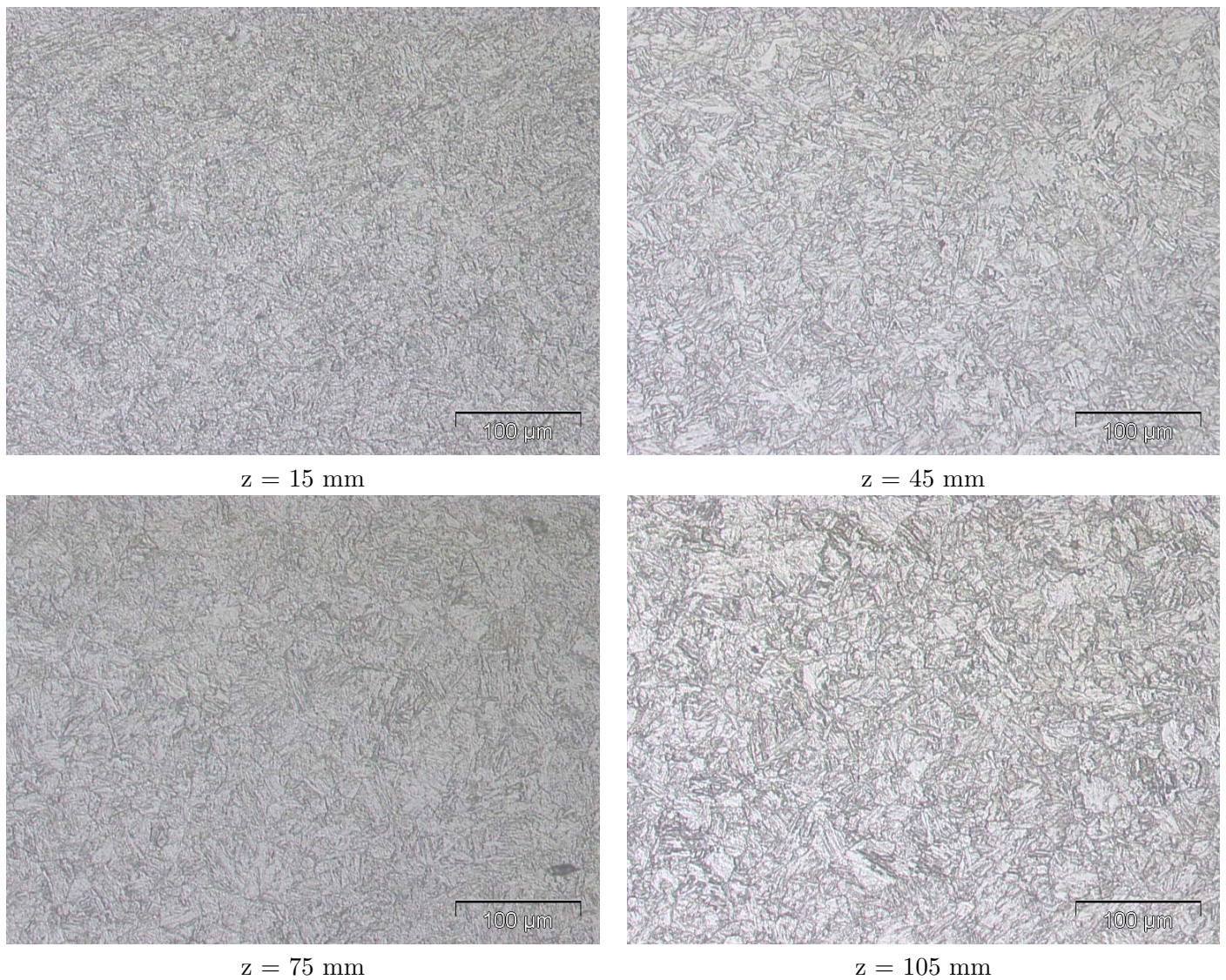
**Dans l'épaisseur...** Des observations de la microstructure ont été menées sur l'ensemble de l'épaisseur de la tôle (140 mm) pour étudier des potentiels changements de structure liés à la forte épaisseur. Quatre barreaux de longueur 33 mm environ ont été découpés dans le sens de l'épaisseur (S). Les figures III.33 et III.34 présentent l'évolution de cette microstructure. Dans le sens de l'épaisseur,  $z = 0$  mm correspond à la peau supérieure de la tôle,  $z = 140$  mm à la peau inférieure.



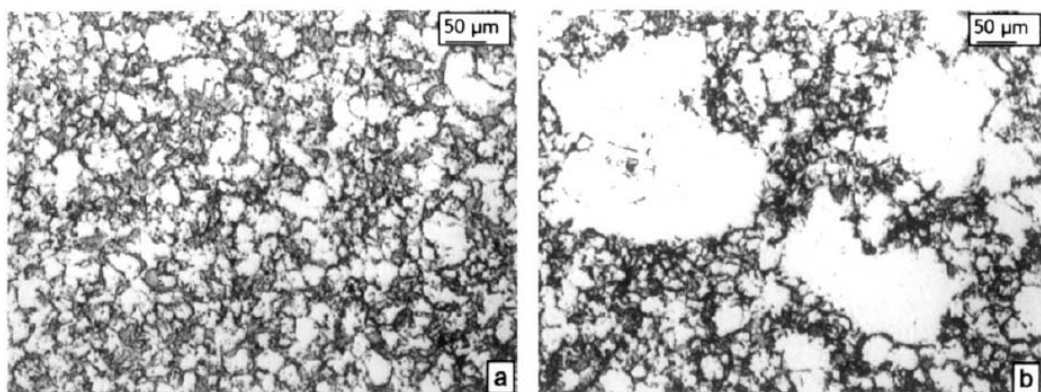
**Fig. III.32** – Illustration schématique de la microstructure d'aciers ferritiques (MASUYAMA, 2001)

Les clichés des figures III.33 et III.34 mettent en évidence la structure de martensite revenue caractéristique des aciers 9%Cr qui est conforme au schéma III.15, avec des sous-grains ferritiques (HÄTTESTRAND et al., 1998). L'attaque chimique Villela, en révélant la microstructure, permet de déterminer une taille moyenne des ex-grains austénitiques dont les anciens joints sont décorés de précipités. Cette taille est d'environ 20-40  $\mu m$  ce qui est conforme à ce que rapporte la littérature sur le Grade 91 (DAS et al., 2008). Cette taille moyenne a été déterminée par la méthode des intercepts par les lignes horizontales. Cette méthode est expliquée en annexe A.2. Une faible hétérogénéité de la taille des grains austénitiques est mise en évidence, essentiellement à partir d'observations au MEB (cf. III.39). Cette hétérogénéité est bien plus marquée en peau de la tôle (cotes  $z = 0$  et  $z = 140$  mm) qu'au cœur. Ceci incite par la suite à ne considérer qu'une certaine tranche de l'épaisseur de la tôle où cette hétérogénéité est moindre. L'extraction des éprouvettes se fera donc dans la zone des deuxième et troisième quarts d'épaisseur à partir du bord supérieur ( $z = 0$  mm). Cette zone d'extraction d'éprouvettes avait été déjà évoquée précédemment pour cause de composition chimique a priori moins homogène en peau supérieure de la tôle.

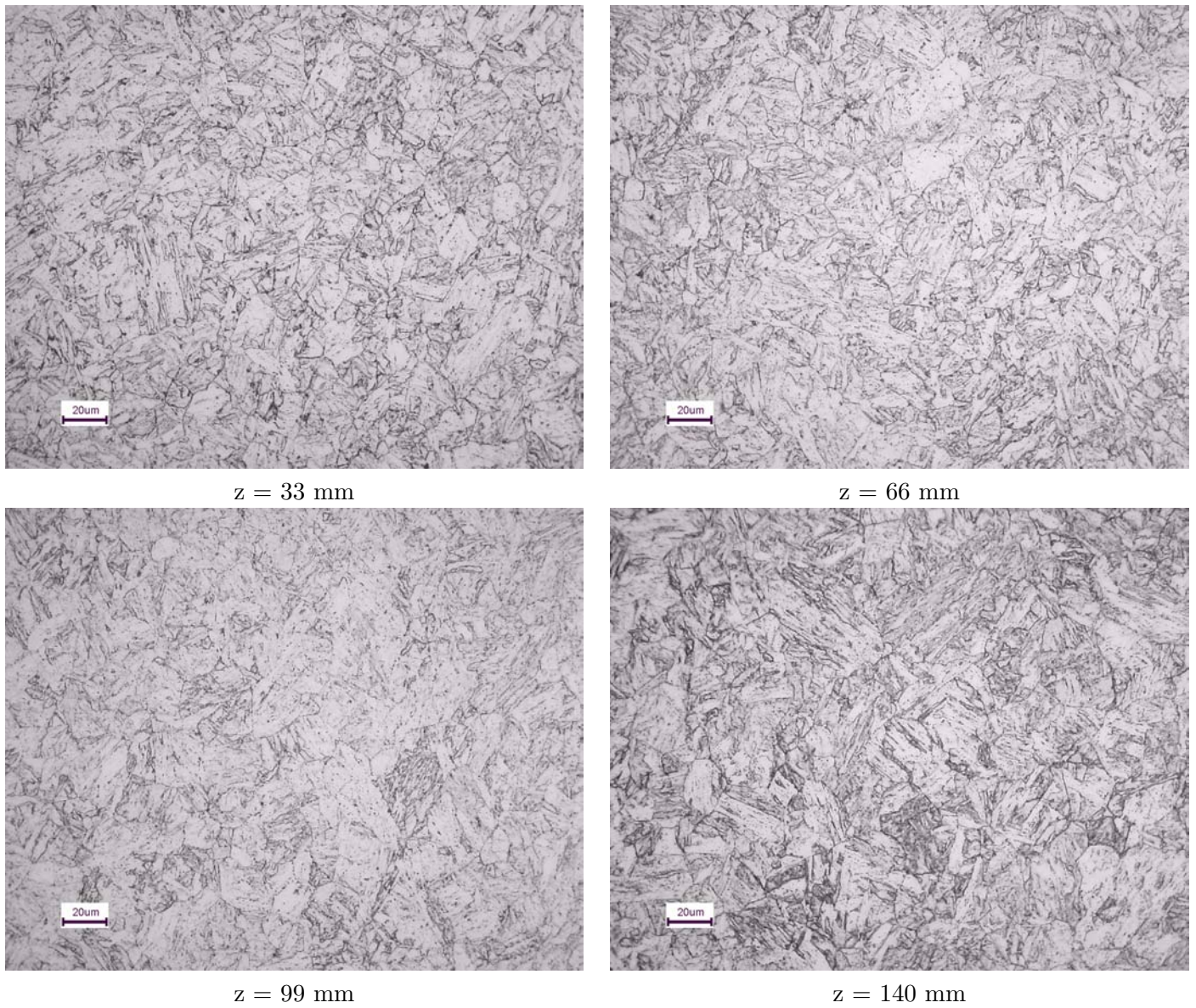
Néanmoins cette hétérogénéité de la taille des anciens grains austénitiques peut être discutable d'après les observations faites par le CEA sur un coupon issu de la même tôle où cette hétérogénéité est moins prononcée. (DANON et al., 2003) évoque cette hétérogénéité dans le cas d'un Grade 91 comme une croissance anormale des grains austénitiques liée à une vitesse d'austénitisation rapide. Si les microstructures de DANON sont comparées à celles de l'étude, l'hétérogénéité en taille de grains austénitiques est écartée pour le matériau étudié. DANON précise enfin que les particules riches en Nb peuvent jouer un effet d'ancrage des joints et donc favoriser l'hétérogénéité de croissance des grains dans un Grade 91. Dans le cas du matériau étudié, une vitesse d'austénitisation rapide est difficile à mettre en œuvre en raison de la forte épaisseur de la tôle, donc il est considéré comme étant homogène.



**Fig. III.33** – Macrographie du barreau en fonction de l'épaisseur, microscope optique (échelle 100  $\mu\text{m}$ )

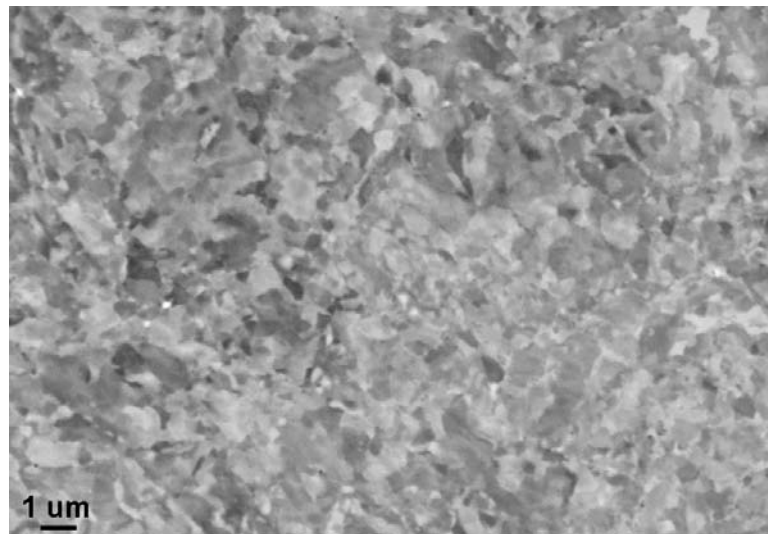


**Fig. III.35** – Tôle fine de T91 austénitisée à 1050°C, revenue à 675°C. Vitesse de chauffage à l'austénitisation : (a) 10  $\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$ , (b) 50  $\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$ , (DANON et al., 2003)



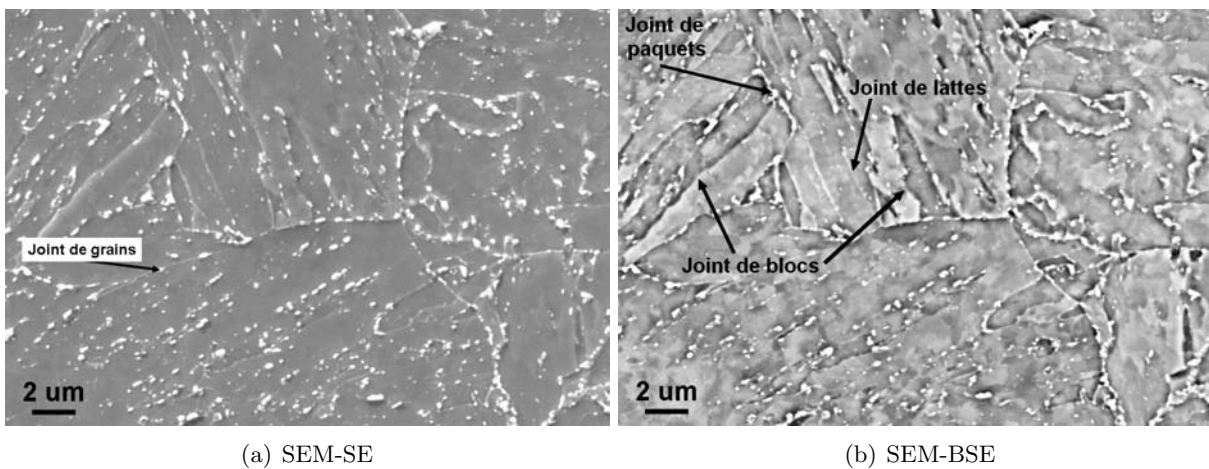
**Fig. III.34** – Macrographie du bord inférieur de chaque barreau, microscope optique (échelle 20  $\mu\text{m}$ )

### III.6.2 Sous-structure et Précipités (Microscope Electronique à Balayage)



**Fig. III.36** – Observation de la microstructure du Métal de Base MBND, (SEM-BSE, polissage OPS)

La figure III.36 montre la structure de sous-grains présente dans les lattes de martensite après un polissage final à la silice colloïdale (OPS). Les observations en mode électrons rétrodiffusés (BSE) permettent de révéler les contrastes chimiques et l'orientation cristalline de la matrice, sans attaque chimique préalable. La figure III.37 montre des clichés SEM en électrons secondaires et en électrons rétrodiffusés de la même zone après une attaque légère au réactif de Villela. Ces observations mettent en évidence la présence de précipités aux différents types de joints, les images en rétrodiffusés ajoutent du relief à la microstructure en plus du contraste chimique, révélant les joints de blocs. Les sous-grains apparaissent par contraste chimique également sous forme de structure équiaxe dans les lattes. Les sous-grains ont une largeur de 0.5 à 1  $\mu\text{m}$ , compatible avec la largeur de lattes.



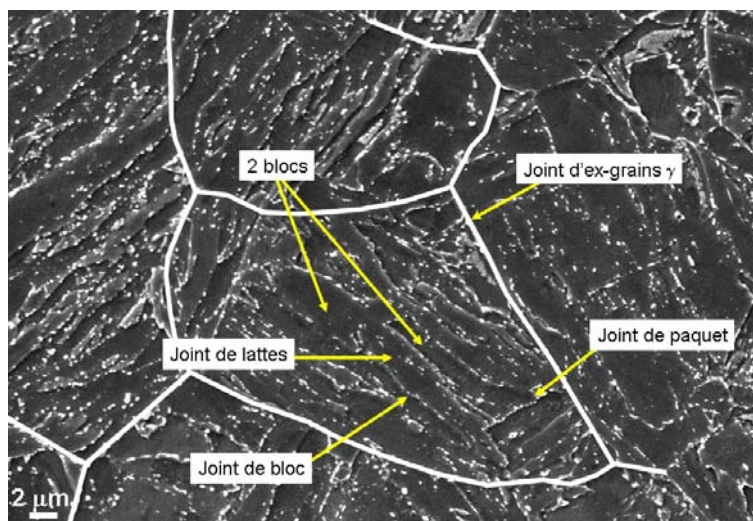
(a) SEM-SE

(b) SEM-BSE

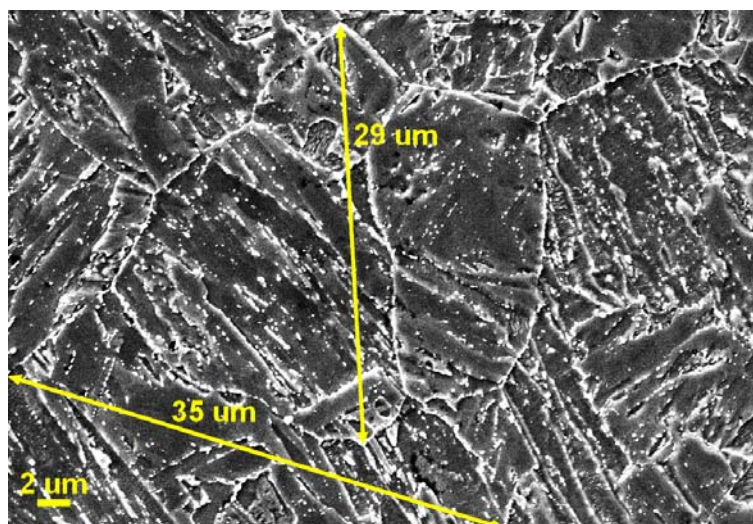
**Fig. III.37** – Metal de base Non Détensionné attaqué légèrement au réactif de Villela)

Autant le microscope optique peut mettre en évidence la structure globale du matériau,





**Fig. III.38** – Sous-structure du Grade 91, attaque au Villela



**Fig. III.39** – Taille moyenne d'anciens grains austénitiques, attaque au Villela, SEM-SE sur échantillons massifs

autant le SEM est un outil permettant de déterminer la taille des anciens grains austénitiques. En pratique, les joints de ces ex-grains sont fortement décorés par les précipités, donc facilement repérables au SEM. Les joints de paquets sont visibles grâce à une nette différence d'orientation morphologique des lattes d'un paquet à un autre. Enfin, le joint de bloc se repère par une différence de relief entre deux blocs où l'orientation morphologique des lattes est similaire. Cette différence de relief est en effet liée à une différence d'orientation cristalline, au moins de l'orientation de la normale au plan de l'échantillon. Ces remarques permettent d'identifier les différents types de joints observés comme le montre la figure III.38. Cette dernière illustre la hiérarchie de la microstructure dans ces aciers composée de lattes, puis de blocs, puis de paquets inclus dans les anciens grains  $\gamma$ .

Ces clichés montrent que les joints et sous-joints sont décorés de précipités. Quel type de précipités apparaît en fonction du site de germination ?

Pour répondre à cette question, des répliques extractives au carbone ont été réalisées,

puis observées au microscope électronique équipé d'un canon à émission de champ. Cette technique de réplique est expliquée dans l'article (MITCHELL and SULAIMAN, 2006). L'avantage de cette technique de caractérisation de microstructure est de s'affranchir de la matrice magnétique et de récupérer en partie sur un film carboné les différents précipités comme le montre la figure III.40 ainsi que la microstructure avec ses différents joints et sous-joints. Des analyses par EDX ont pu être réalisées sur les plus gros précipités (cf. figure III.41), mettant en avant l'existence de  $M_{23}C_6$ , ségrégeant aux différents types de joints (de lattes, de blocs, de paquets et d'ex-grains  $\gamma$ ). Leur taille avoisine les 300 nm pour les plus gros et ils ont une forme allongée ou sont sous forme de disque. Ces carbures se forment très rapidement pendant le revenu (HÄTTESTRAND et al., 1998) et demeurent même après des temps d'exposition longs et à température élevée (KLUEH, 2004).

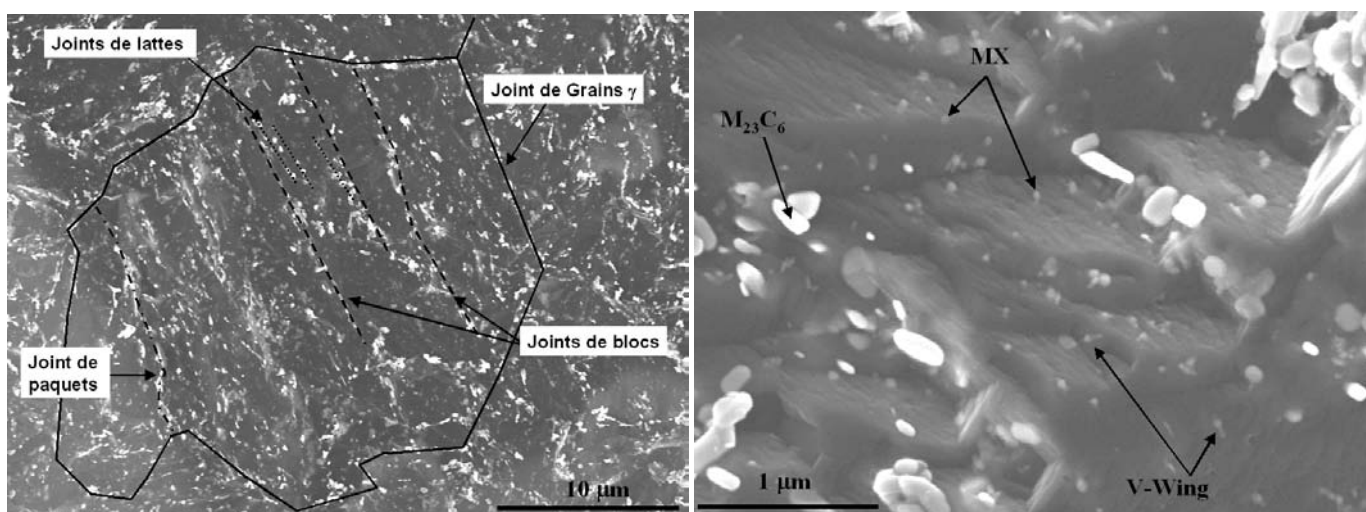


Fig. III.40 – Répliques extractives au carbone observées au SEM-FEG

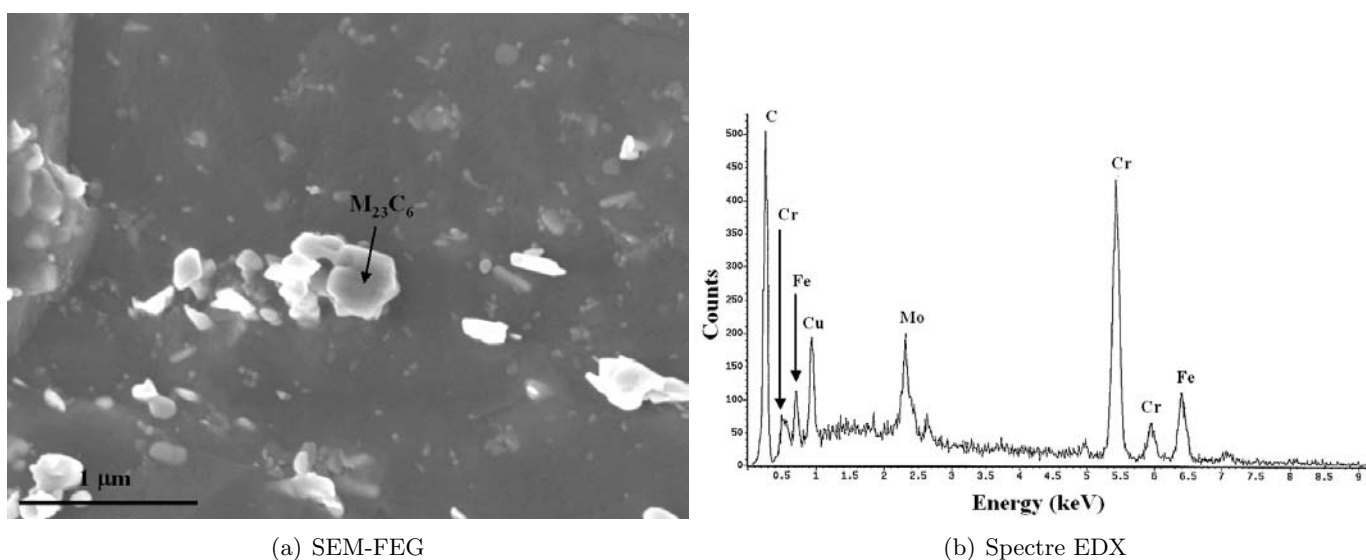
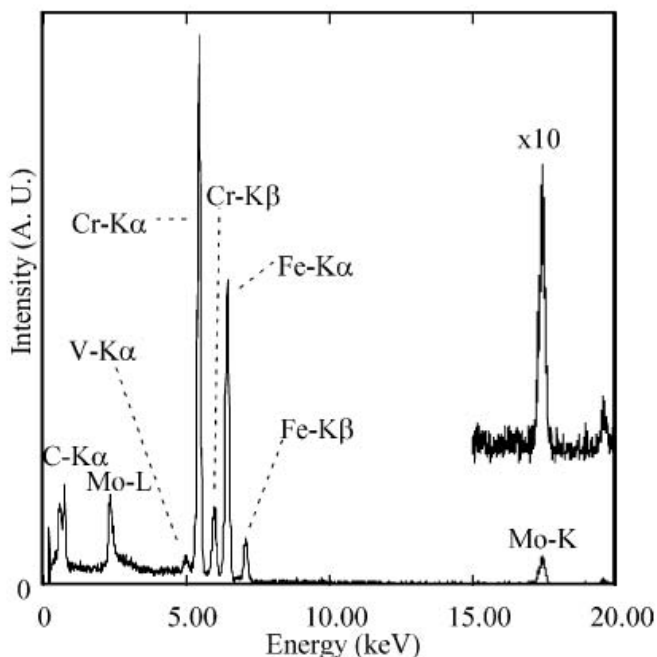


Fig. III.41 – Analyse EDX d'un précipité  $M_{23}C_6$  sur une réplique extractive au carbone

KANEKO (KANEKO et al., 2004) a étudié les types de précipités à différents joints dans un T9 (Fe-9Cr-1Mo). En guise de comparaison, la figure III.42 présente un spectre d'un  $M_{23}C_6$  apparu dans un ex-joint de grains austénitiques, comparable à celui proposé

sur la figure III.41. Le pic de Cu vient du fait que le support des répliques est une microgrille de cuivre ; les pics de Cr et de Mo sont bien présents et le pic de C est prépondérant en raison de la couche de carbone sur lequel sont disposés les précipités. Il n'est donc pas possible de quantifier la teneur en Carbone dans ces phases. KANEKO précise qu'il y a une distribution bimodale en taille des précipités de type  $M_{23}C_6$  : les plus gros (200 nm) localisés aux anciens joints de grains austénitiques ou de paquets, les plus petits (50 nm) dans les joints de grains de faible désorientation (lattes). Cette différence de taille peut être expliquée en partie par la diffusion des atomes qui est bien plus rapide dans les anciens joints de grains austénitiques que dans les joints de lattes.



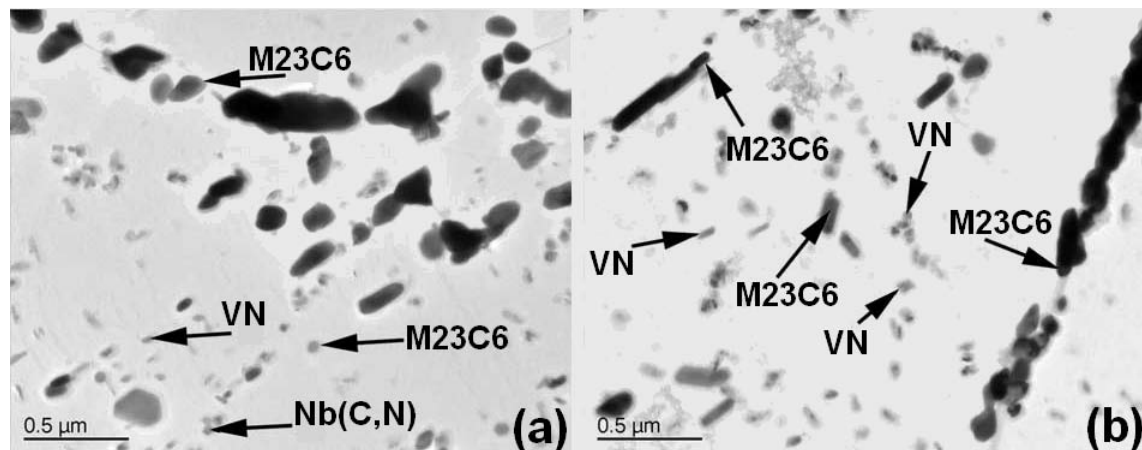
**Fig. III.42** – Spectre EDX d'un précipité  $M_{23}C_6$  (KANEKO et al., 2004)

La figure III.40 présente également des précipités de type MX dans la matrice, dans les lattes de martensite, ainsi que des V-Wings. Ces V-Wings sont une combinaison de Nb(C,N) et de Vn. Une description de ce type de précipités est donnée par la suite.

### III.6.3 Types de MX (Microscope Electronique en Transmission)

Au Centre des Matériaux, seules des observations au microscope électronique en transmission en mode STEM couplées à une analyse EDX permettent de déterminer précisément la composition chimique des MX, comme le montre la figure III.43. La figure III.45 donne un exemple issu de la littérature.

La microstructure du matériau étudié apparaît très clairement au TEM lors d'observations sur réplique comme le présente la figure III.44 où les joints de grains, paquets et blocs sont repérés par une forte densité de précipités. Les joints de lattes, assez fins, sont visibles également et ne sont décorés pour la plupart que d'une succession d'une seule rangée de précipités, contrairement aux autres types de joints qui présentent un amas de précipités les uns sur les autres. La figure III.48 présente les différents spectres de précipités des deux types : les  $M_{23}C_6$  sont majoritairement présents aux joints de structures et sous-structures, alors que les VN et Nb(C,N) précipitent dans les lattes de martensite. Les VN, contrairement aux Nb(C,N) semblent apparaître plus tard, pendant le revenu ou

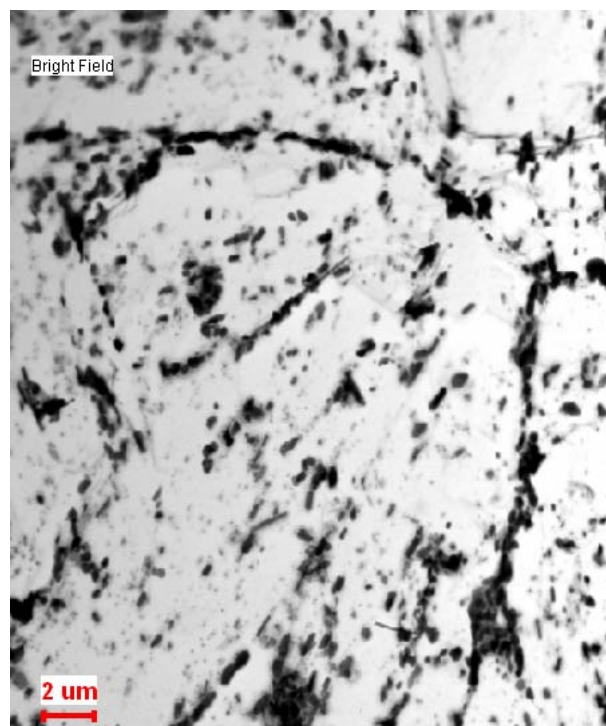


**Fig. III.43** – Réplique extractive au carbone observée au TEM, d'après (MITCHELL and SULAIMAN, 2006)

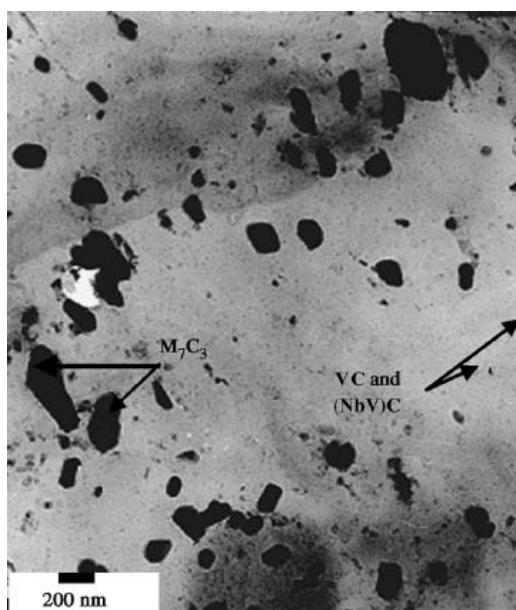
en service (HÄTTESTRAND et al., 1998; ANDERSON et al., 2003; MASUYAMA, 2001). Les fins carbonitrures de Niobium et les nitrures de Vanadium interagissent avec les dislocations pour participer au renforcement du matériau, alors que les carbures riches en Chrome précipités aux joints de lattes, grains et sous-grains stabilisent la microstructure (MITCHELL and SULAIMAN, 2006). De par leur distribution, ils assurent une résistance au fluage en bloquant le mouvement des dislocations. En-dessous de 10 nm, ces MX sont cohérents avec la matrice donc risquent d'être cisailés par ces dislocations. Au-dessus de 10 nm, ils sont contournés par celles-ci par le mécanisme d'Orowan tout comme les  $M_{23}C_6$  (ABE et al., 2007). La particularité des MX dans le Métal de Base Grade 91 est de se trouver parfois sous la forme de V-Wing avec un cœur de Nb(C,N) et des ailes de VN comme le montrent les figures III.40 et III.47. Une explication de cette forme de précipité est que deux VN ont germé sur un Nb(C,N).

L'article de HAMADA présente l'influence de la forme des précipités MX sur la résistance au fluage (HAMADA et al., 1995). Il évoque notamment le rôle des V-Wings qui freinent le mécanisme de montée des dislocations au cours du fluage. Les dislocations mobiles sont fortement ancrées par ces précipités en raison de la concavité de ces précipités. D'autre part, ces V-Wings ne sont pas favorable à la résistance au fluage à long terme puisqu'ils réduisent la distribution uniforme et homogène dans la matrice des VN seuls, acteurs majeurs de la résistance au fluage (YAMADA et al., 2001).

**Distribution des MX** Les principaux facteurs influençant la vitesse de coalescence des précipités sont : le *coefficient de diffusion*, la *solubilité des éléments en solution solide* et l'*énergie d'interface* entre précipités et matrice. (WEY et al., 1981) montre que la vitesse de coalescence des carbures de Chrome dans le fer est beaucoup plus grande que celle des carbures de Vanadium et de Niobium à température élevée. Donc il est important pour les aciers 9Cr de réduire la teneur en Carbone pour favoriser la formation des MX (plutôt que des  $M_{23}C_6$ ) en tant que particules fines, stables en température et dispersées de façon homogène dans la matrice. La majeure partie des MX est constituée des nitrures de Vanadium (ABE et al., 2007). En effet, la distance interréticulaire entre les plans (111) des MX mesurée à partir de clichés de diffraction correspond à celle des VN (2.390 Å). La relation d'orientation entre les MX et la matrice est une relation de type Baker-Nutting où  $(100)_{MX} // (100)_{ferrite}$ ,  $[010]_{MX} // [011]_{ferrite}$ ,  $[001]_{MX} // [0\bar{1}1]_{ferrite}$  (ABE et al., 2007).

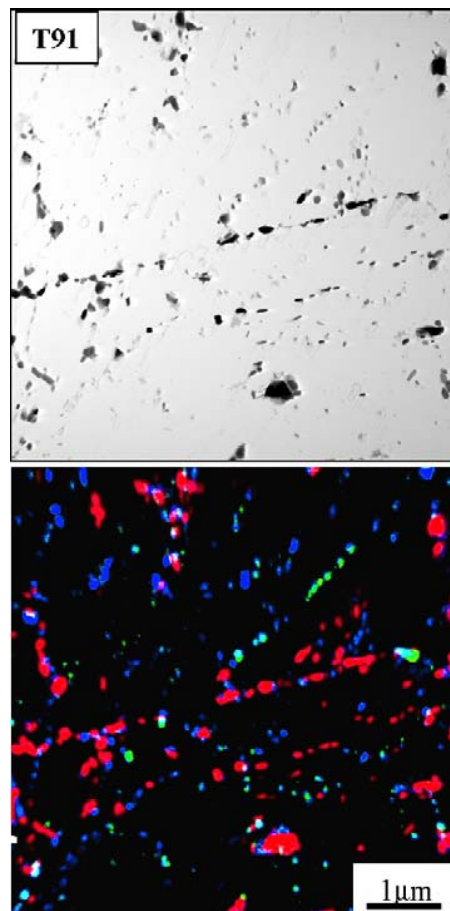


**Fig. III.44** – Réplique extractive au carbone observée au TEM du matériau d'étude

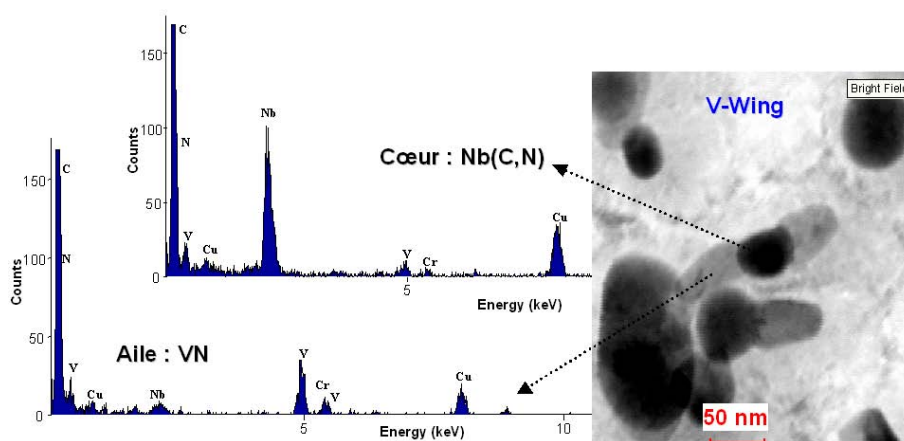


**Fig. III.45** – Observation TEM sur réplique extractive au carbone d'un Grade 91 à l'état de réception (pas d'indications sur les traitements thermiques) (FURTADO et al., 2007)

Pour les aciers 9Cr martensitiques revenus, le déplacement des joints de lattes et de blocs provoquant la coalescence des lattes et des blocs, est corrélé avec le début du stade tertiaire de fluage. D'autre part, un mécanisme majeur de l'accélération de fluage est l'absorption des dislocations en excès lors du déplacement des différents joints (ABE et al., 2007). L'objectif d'amélioration de la résistance au fluage est encore une fois de limiter l'annihilation des dislocations, notamment par une dispersion fine et homogène de MX. Un



**Fig. III.46** – Distribution des précipités d'un T91 après 1050°C (austénitisation) et 765°C (revenu) - Rouge ( $M_{23}C_6$ ), Bleu (VX), Vert (NbX) (SAWADA et al., 2008)



**Fig. III.47** – Spectres EDX d'un V-Wing observé au TEM sur réplique extractive au carbone

outil pour observer cette dispersion est le TEM en mode EFTEM avec une coloration artificielle selon la composition majeure du précipité, soit sur répliques extractives, soit sur lames minces. (SAWADA et al., 2008) présente une étude sur un T91 ayant subi des traitements thermiques similaires au matériau d'étude en termes de température. La figure III.46 présente une de ces observations. La majorité des précipités rencontrés sont bien des

$M_{23}C_6$  et des VX (VN ou VC). Les VX semblent bien dispersés dans la matrice, alors que les NbX semblent privilégier les joints de faible désorientation comme site de germination, bien qu'ils apparaissent aussi en intralatte.

### III.6.4 Quantification en éléments chimiques des différents précipités

Lors des observations TEM sur répliques extractives, 68 précipités ont été identifiés. A partir des spectres obtenus en mode STEM+EDX une quantification de la composition chimique de chaque type de précipités est proposée.

La teneur en Carbone n'a pas été quantifiée, contrairement à celle de l'Azote bien que les facteurs environnementaux peuvent influencer sa valeur. On souhaite donner une valeur seulement qualitative de cet élément. Neuf éléments ont été quantifiés pour chacun des précipités afin de juger l'influence majeure de ces éléments sur leur composition. Conformément à la littérature sur les aciers 9Cr, les précipités majoritaires sont des  $M_{23}C_6$ , des VN et des Nb(C,N). Les  $M_{23}C_6$  sont riches en Cr et contiennent essentiellement du Fe, du Mo et un peu de Mn. Les Nb(C,N) contiennent également un peu de V et de Mo ; ils ont été identifiés grâce à leur forte teneur en Nb. Les VN contiennent un peu de Nb et Mo ; ils ont été identifiés grâce à leur teneur en V et N. Enfin, il est possible de rencontrer des VC qui contiennent un peu de Mo et des traces de Si ; ils ont été identifiés grâce à leur forte teneur en V. Ces résultats sont cohérents avec les simulations de précipitation réalisées sous MatCalc au paragraphe III.4.3. Le tableau III.3 fournit la composition chimique moyenne de chaque type de précipités. La figure III.49 en donne une autre représentation graphique. La détermination de la teneur en N peut être discutable, toutefois il semble intéressant d'en prendre compte puisqu'il est regardé aussi sa variation d'un type de précipité à un autre. Cette variation de teneur permet de faire la distinction entre un VC et un VN, même si on trouve aussi du N dans un VC et même dans un  $M_{23}C_6$ .

	VC (%m.)	VC (%at.)	VN (%m.)	VN (%at.)	Nb(C,N) (%m.)	Nb(C,N) (%at.)	$M_{23}C_6$ (%m.)	$M_{23}C_6$ (%at.)
<b>N</b>	0.0	0.0	26.1	57.9	10.3	36.0	1.7	6.4
<b>Si</b>	4.4	7.7	0.3	0.3	0.4	0.9	0.2	0.4
<b>V</b>	59.6	61.0	40.3	25.1	9.8	8.8	0.7	0.7
<b>Cr</b>	17.5	17.8	14.7	9.1	2.9	2.8	54.3	55.6
<b>Mn</b>	0.7	0.7	1.2	0.7	0.04	0.04	3.9	3.7
<b>Fe</b>	7.67	7.0	2.9	1.8	6.2	6.8	28.4	27.1
<b>Ni</b>	0.08	0.07	0.4	0.2	0.08	0.07	0.1	0.1
<b>Nb</b>	8.6	4.9	9.7	3.3	62.5	39.6	0.5	0.3
<b>Mo</b>	1.3	0.7	4.1	1.4	7.6	4.8	10.2	5.6

**Tab. III.3** – Composition chimique moyenne des divers types de précipités

Lors de ces observations, une attention particulière a été faite sur le lieu de germination. Les  $M_{23}C_6$  ont été identifiés majoritairement aux joints de structures et de sous-structures. Les MX ont été identifiés dans les lattes ; parfois quelques uns d'entre eux ont été déterminés proches de sous-joints. Ces observations sont cohérentes avec tout ce qui a été évoqué dans les paragraphes précédents. Les teneurs massiques en éléments pour les MX et les carbures  $M_{23}C_6$  sont proches de ce que rapporte (SAWADA et al., 2008) pour un T91 austénitisé (1050°C - 10 min) - revenu (765°C - 30 min).

### III.6.5 Analyses EBSD

**Méthode** Un descriptif de la méthode d'analyse EBSD ainsi que la préparation d'échantillon pour ce type d'analyse sont rapportés dans l'article de SANCHEZ-HANTON (SANCHEZ-HANTON and THOMSON, ). Cette technique est basée sur la diffraction des électrons rétrodiffusés (cf. annexe A.4). Pour chaque famille de plan d'un système cristallin, il y a des électrons qui vont satisfaire la loi de Bragg et seront donc réfléchis avec une forte énergie. Ces faisceaux d'électrons rétrodiffusés relatifs à un plan de diffraction appartiennent à deux cônes dont les axes sont perpendiculaires au plan et séparés par un angle correspondant à deux fois l'angle de Bragg. L'angle solide de chaque cône étant très grand, ces cônes peuvent être assimilés à des plans dont les intersections avec un écran donnent deux lignes définissant une bande, une bande de Kikuchi. Les intersections entre ces bandes sur l'écran sont appelées axes de zones et correspondent aux directions cristallographiques particulières du système cristallin analysé.

Le pas utilisé ici est de  $0.5 \mu\text{m}$  pour une surface de  $179 \times 179.5 \mu\text{m}^2$ .

Après acquisition des clichés de diffraction des électrons rétrodiffusés, une phase d'indexation de chaque cliché est nécessaire pour identifier les orientations cristallographiques locales, grâce aux lignes de Kikuchi.

Dans le dépouillement des clichés indexés, plusieurs cartographies peuvent être créées.

La cartographie IQ traduit la qualité des clichés de diffraction. Cette qualité est sensible à l'orientation cristalline (effet de canalisation des électrons), à l'écroûissage local et à la structure de dislocations (cellules de polygonisation, dispersion des dislocations,...), à la présence d'atomes de solutés dans la matrice ou dans les particules de secondes phases. Enfin, cette qualité est sensible à la présence de joints, même de très faible désorientation. Une cartographie IQ est le reflet de la microstructure. En pratique, ce type d'image est sensible à l'astigmatisme et à la mise au point de la zone à indexer.

La cartographie IPF représente l'orientation cristalline par un code couleur qui repère l'orientation d'une direction de l'échantillon (par exemple, la normale à la surface de l'échantillon analysée) dans le triangle standard de la structure cristalline.

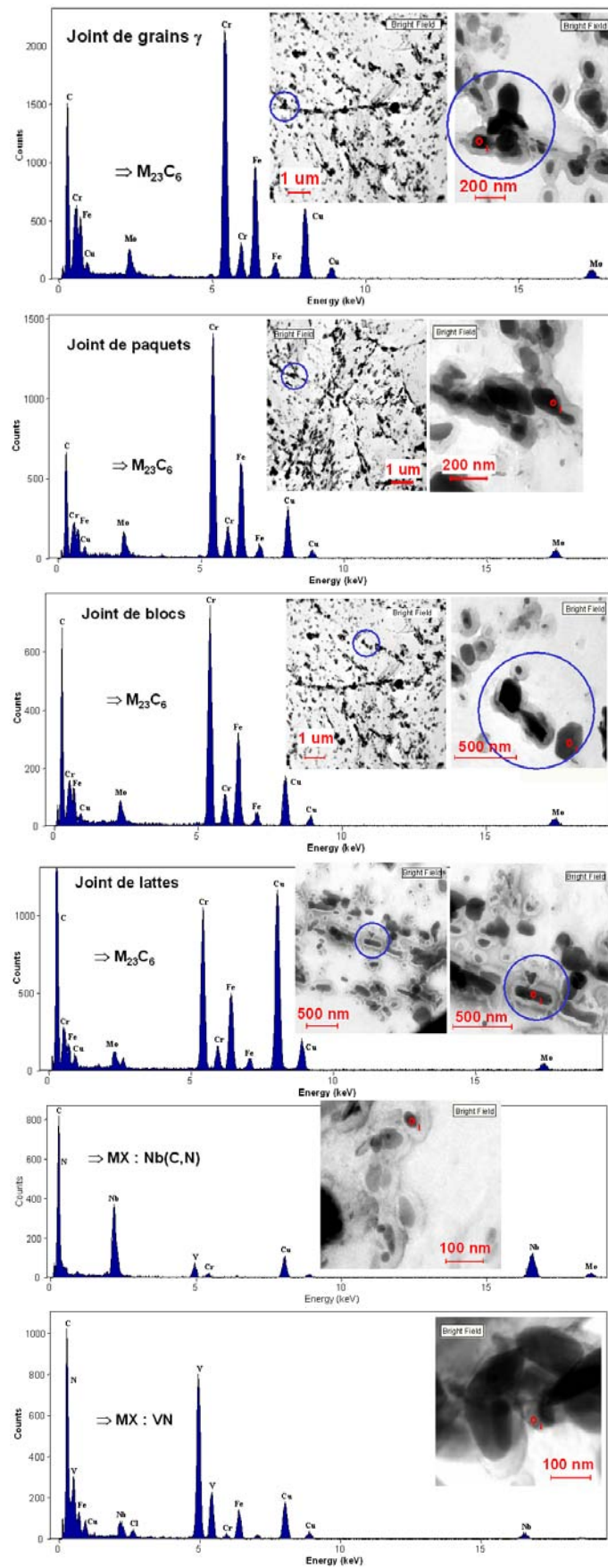
Ces cartographies sont basées sur la définition de joint. Il s'agit d'un critère en désorientation entre points d'analyse voisins. Les joints de lattes et de sous-grains sont de faible désorientation, alors que les joints de blocs et de paquets sont de forte désorientation (cf. figure III.53). Les joints d'ex-grains austénitiques sont de désorientation moyenne (entre  $20$  et  $40^\circ$ ). Les joints  $\gamma$  sont d'ailleurs repérés par leur faible courbure, délimitant des grains convexes. Dans un Grade 91 normalisé à  $1045^\circ\text{C}$  pendant 10 min, puis revenu à  $780^\circ\text{C}$  pendant 1 h, NAKASHIMA a montré par des observations EBSD que la structure en forme de blocs et paquets est équiaxe, qu'elle est très stable pendant le fluage et que juste avant la rupture elle se présente sous forme d'une structure allongée. D'autre part, les joints de grains peuvent être classifiés en 3 types suivant leur désorientation : les joints de forte désorientation (environ  $70^\circ$ ), les joints de désorientation moyenne (environ  $50^\circ$ ) et les joints de faible désorientation (environ  $10^\circ$ ). Il n'y a pas de distinction faite entre latte et bloc dans l'étude de (NAKASHIMA et al., 2001). Mais cette donnée bibliographique permet de postuler la nature des joints d'après leur désorientation de la façon suivante :

- Désorientation de  $10^\circ$  : joints de lattes et de sous-grains
- Désorientation de  $20^\circ$  à  $40^\circ$  : joints d'ex-grains austénitiques
- Désorientation de  $50^\circ$  à  $60^\circ$  : joints de paquets
- Désorientation de  $60^\circ$  à  $70^\circ$  : joints de blocs

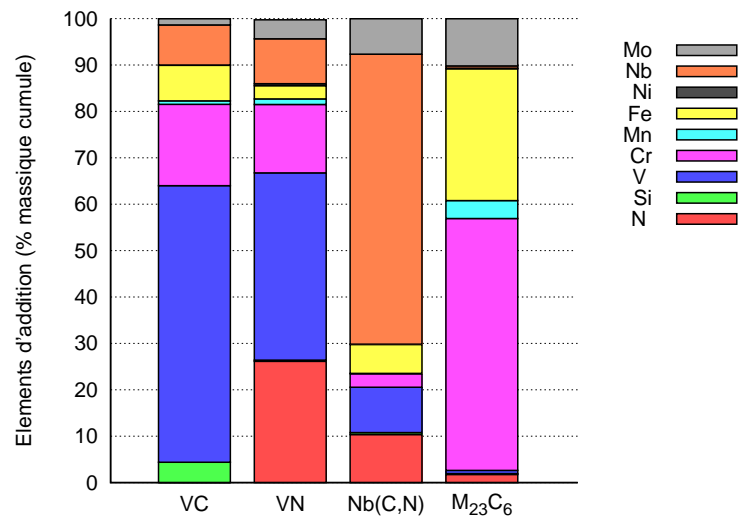
Les cartographies EBSD présentées aux figures III.50 et III.51 mettent en évidence une structure martensitique de deux Grade 91 où les joints d'ex-grains  $\gamma$  et de paquets ont une moyenne et forte désorientation, respectivement. Les observations sur le matériau étudié



est en cohérence avec ce que peut donner la littérature. Les lignes noires représentent les joints de désorientation supérieure à  $15^\circ$ . La superposition de l'image IQ avec la figure des orientations des grains (cf. figure III.51) permet d'entrevoir la structure en lattes, mais des observations plus fines doivent être réalisées. La figure III.52 des désorientations internes montrent que, d'un paquet à un autre, la désorientation est de 2 à  $3^\circ$ .

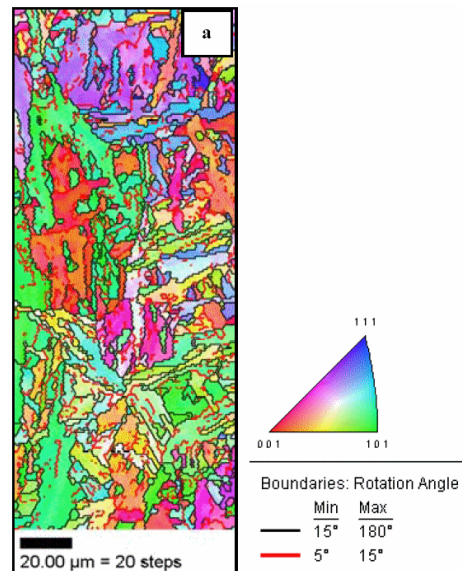


**Fig. III.48** – Spectres EDX des différents types de précipités d'un Grade 91 vers le deuxième quart d'épaisseur de la tôle, TEM sur répliques extractives

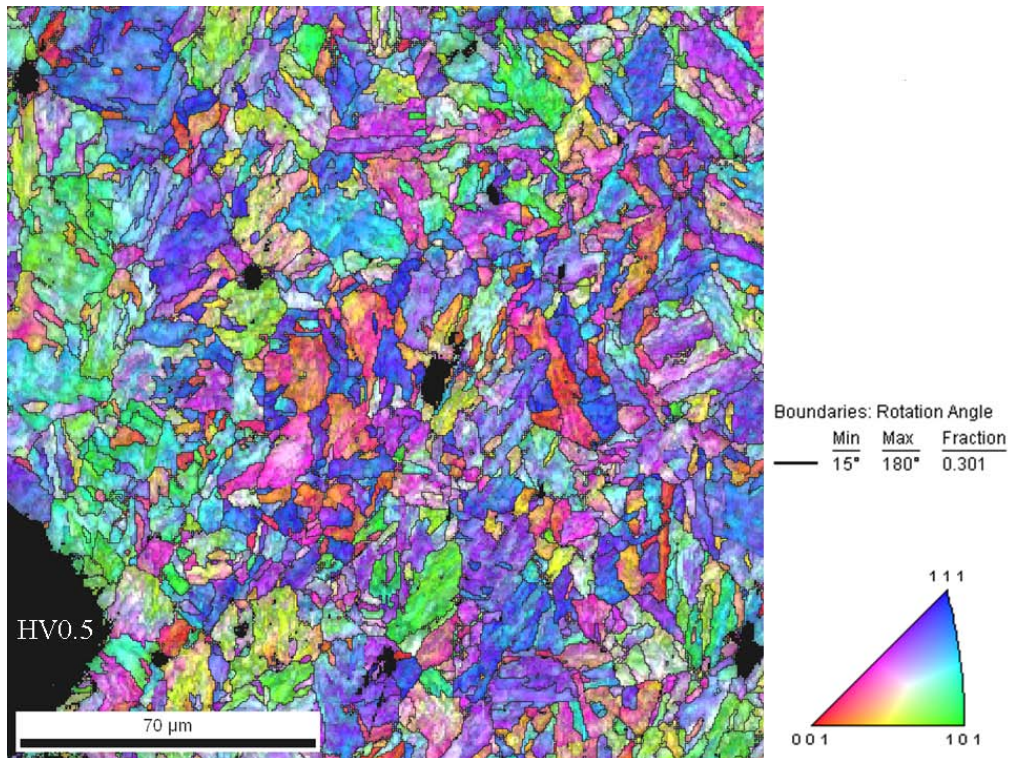


**Fig. III.49** – Quantification en éléments chimiques des divers précipités du Métal de Base MBND, excepté le Carbone

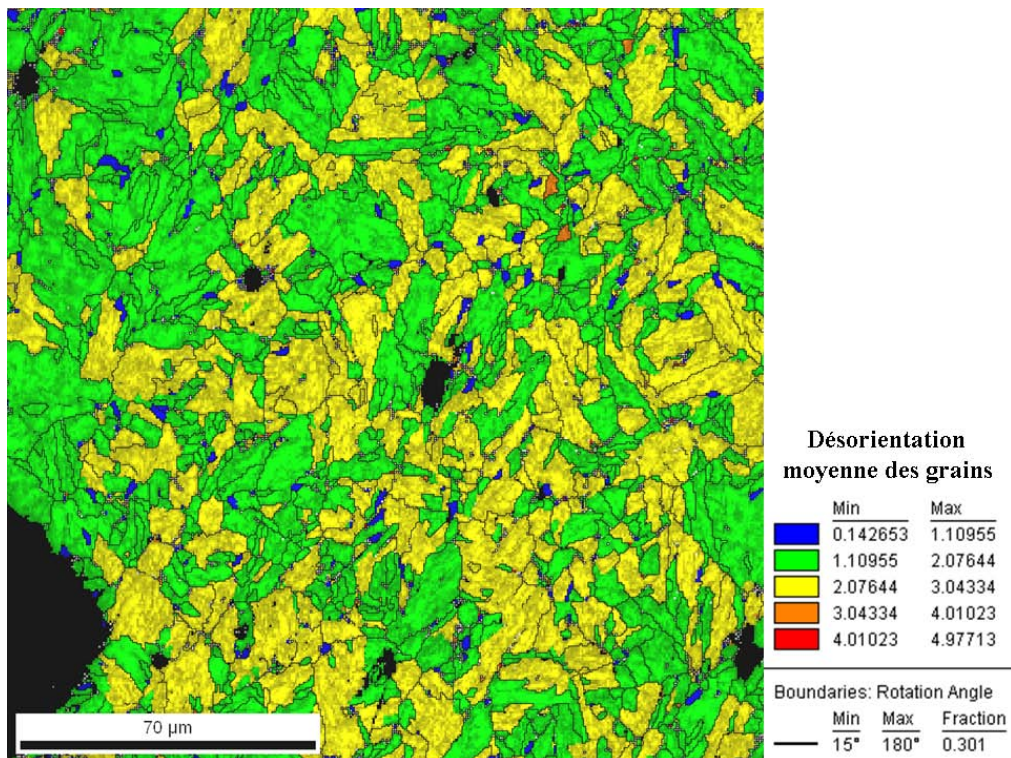
La distribution (cf. figure III.53) de la désorientation est classique avec une prédominance des joints à faible désorientation de 3 à 4° puis une prédominance des joints à forte désorientation de 55 à 56°. La désorientation peut être définie comme étant l'angle de rotation nécessaire à apporter à un grain pour qu'il soit en cohérence avec son plus proche voisin. La figure III.53 montre qu'il n'y a pas de grains austénitiques apparents dans la microstructure observée malgré une surface d'observation suffisante. Ceci est lié à la définition du joint dans le logiciel d'indexation.



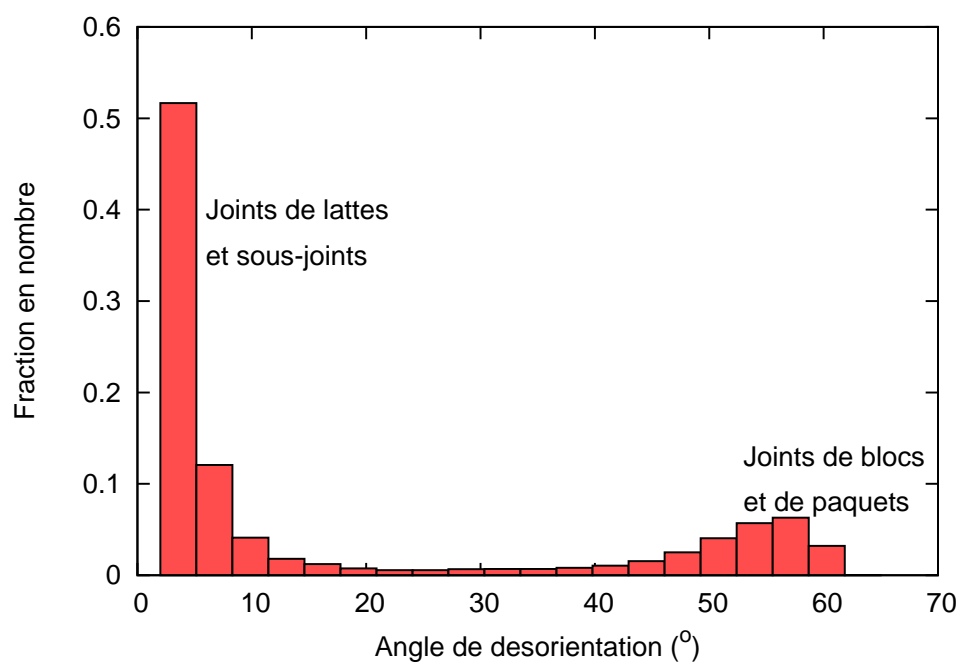
**Fig. III.50** – Cartographie EBSD d'un Grade 91 (GAFFARD, 2004)



**Fig. III.51** – Orientation des grains avec superposition de la microstructure sous-jacente (figure de pôle inverse suivant la normale à l'échantillon)



**Fig. III.52** – Désorientation interne (en degrés) des grains avec superposition de la microstructure sous-jacente



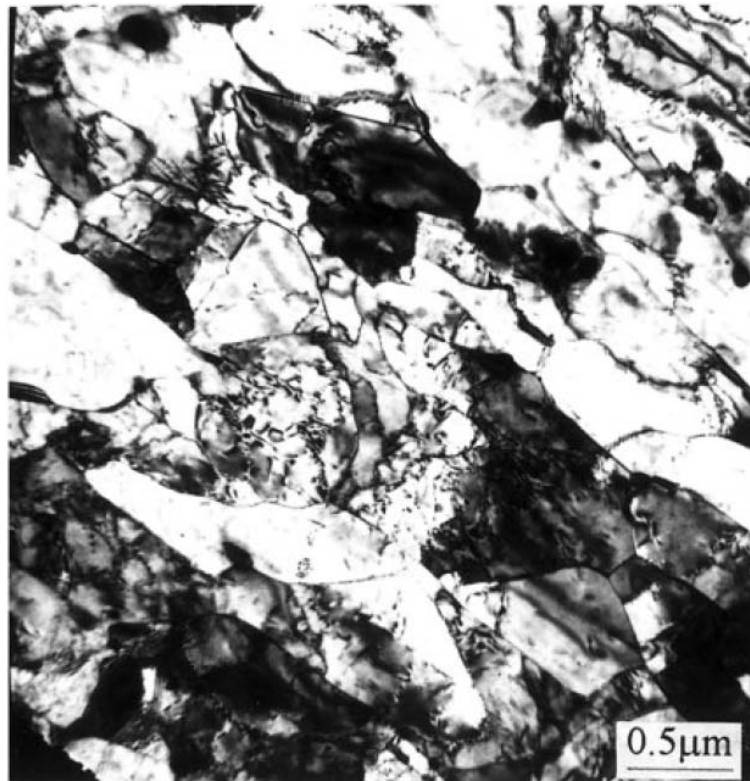
**Fig. III.53** – Distribution de la désorientation interne des grains dans le MBND

### III.6.6 A l'échelle des dislocations

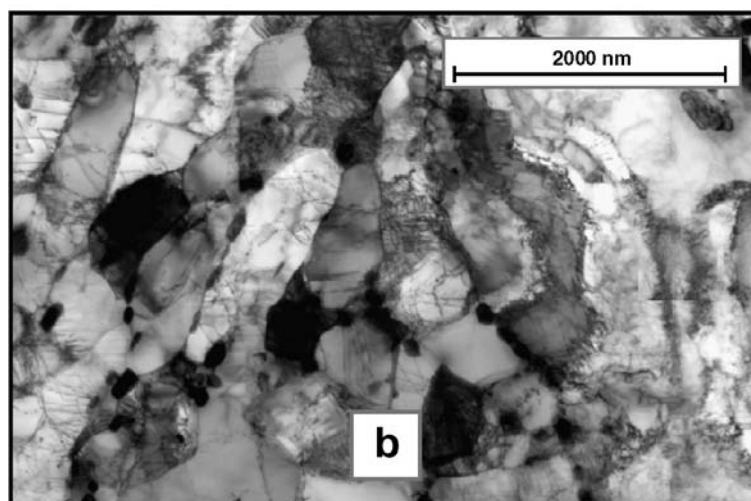
Aucune observation à l'échelle des dislocations n'a été faite sur le matériau étudié. En revanche, afin de caractériser finement la microstructure du Grade 91, il est apparu utile de rapporter dans cette section certains éléments bibliographiques. Un acier martensitique 9Cr possède une forte densité de dislocations même après un revenu. Le moyen de déterminer cette densité de dislocations est de réaliser des lames minces et de les observer au TEM. Plusieurs auteurs rapportent une valeur de cette densité, conforme également à l'ordre de grandeur fourni par (IGARASHI et al., 2001) :

- $7.5 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$  (ENNIS and QUADAKKERS, 2000) (pas d'information sur les traitements thermiques)
- $2.37 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$  (GUPTA and WAS, 2008) pour un T91 normalisé à 1040°C (46 min) et revenu à 760°C (42 min)

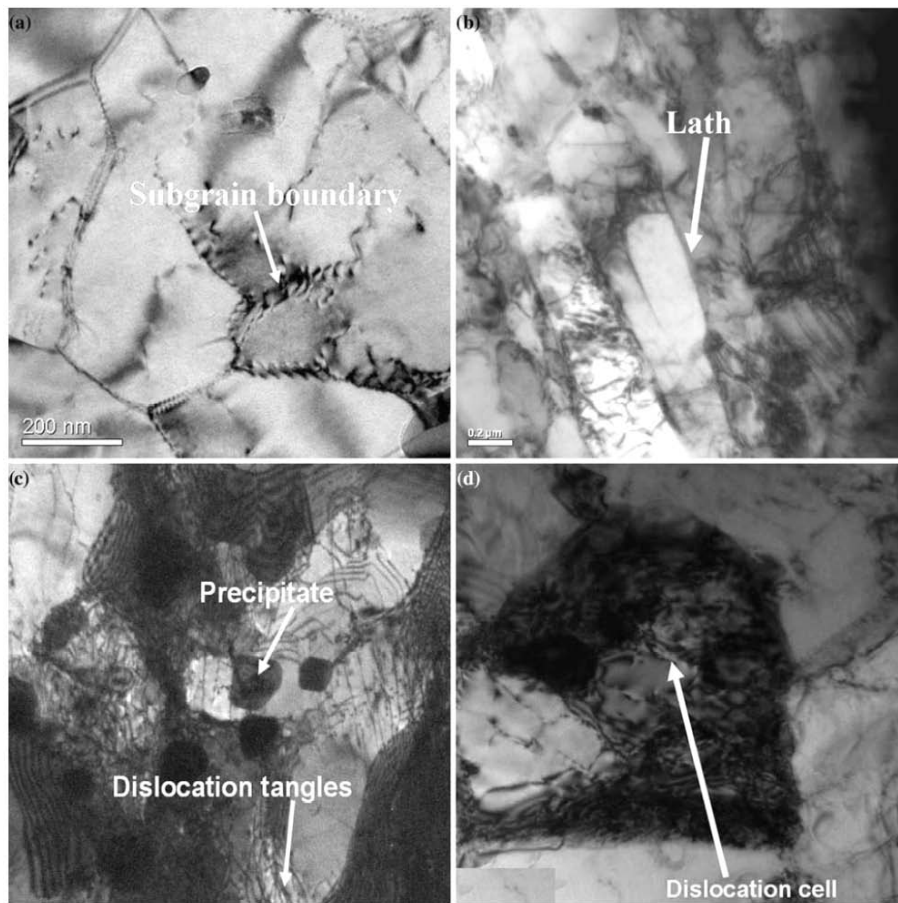
Les figures III.54 et III.55 montrent la structure martensitique en latte d'un Grade 91 (TEM sur lames minces). On devine les parois de dislocations formant les sous-grains ainsi que certaines dislocations ancrées par des précipités. La largeur des lattes est de 0.5 à 1  $\mu\text{m}$ . La figure III.56 présente en détail différents sous-grains dont la dimension avoisine le micron. Certains précipités apparaissent sur ce cliché aux joints de lattes et quelques sous-grains présentent une forte densité de dislocations. A priori, les précipités mis en évidence sur la figure III.55 semblent être des  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ , d'après les indications de la figure III.56. Cette dernière met en évidence le lieu de germination des précipités majeurs d'un Grade 91 : les carbures riches en Chrome précipitent préférentiellement aux joints, alors que les MX précipitent dans les sous-grains. La figure III.56 montre la formation de sous-grains avec le rassemblement de plusieurs dislocations qui vont constituer une paroi à l'intérieur d'une latte. Ce rassemblement est possible grâce à la présence de MX qui bloquent le mouvement des dislocations libres si bien qu'elles vont venir s'agglutiner les unes sur les autres pour former un joint.



**Fig. III.54** – Cliché TEM d'un grade 91 normalisé-revenu (1050°C 15 min, 750°C 1h) (CERRI et al., 1998)



**Fig. III.55** – Sous-grains d'un P91 alignés dans la direction des lattes, formation de cellule de dislocations - P91 1062°C/1.1h - air - 762°C/2.2h - air (ZEMAN et al., 2007)



**Fig. III.56** – Observations TEM de la sous-structure d'un Grade 91 (GUPTA and WAS, 2008)



### III.6.7 Dureté du matériau de base à l'état de réception

Après avoir vérifié l'homogénéité de composition chimique de la tôle et de la microstructure en termes de taille d'ex-grain  $\gamma$ , la valeur macroscopique de dureté directement reliée à la microstructure a été étudiée, suivant la direction de l'épaisseur. D'après la littérature, avant revenu, un Grade 91 ayant une microstructure martensite brute de trempe possède une dureté s'élevant entre 385 et 466 HV en fonction de la vitesse du refroidissement (Di GIANFRANCESCO et al., 2005). Comme précédemment, les observations et mesures ont été effectuées sur quatre échantillons extraits dans le sens de l'épaisseur (cf. figure III.57).

#### a) Macroducté Vickers HV10

Dans un premier temps, la macroducté des 4 barreaux de MBND a été mesurée. Le schéma de la figure III.57 précise le lieu des indentations de macroducté. Sur chaque échantillon,  $5 \times 2$  indentations sont réalisées. L'essai de dureté est effectué avec une masse de 10 kg avec un temps de maintien de 30 s. Les tableaux III.4 à III.7 présentent les résultats ainsi que les moyennes par échantillon.

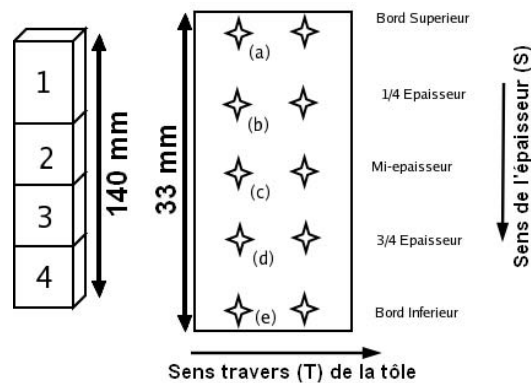


Fig. III.57 – Schéma des empreintes de macroducté pour chacun des 4 échantillons

Position	Empreinte	HV10 (Gauche)	HV10 (Droite)
Bord Sup	(a)	213	213
1/4 Ep.	(b)	220	224
Mi-Ep.	(c)	224	213
3/4 Ep.	(d)	220	220
Bord Inf	(e)	217	220
Moyenne		<b>219</b>	<b>218</b>

Tab. III.4 – Barreau 1, de la cote  $z = 0$  à 33 mm

Position	Empreinte	HV10 (Gauche)	HV10 (Droite)
Bord Sup	(a)	206	206
1/4 Ep.	(b)	209	206
Mi-Ep.	(c)	206	209
3/4 Ep.	(d)	209	213
Bord Inf	(e)	206	209
Moyenne		<b>207</b>	<b>209</b>

**Tab. III.5** – Bareau 2, de la cote  $z = 33$  à  $66$  mm

Position	Empreinte	HV10 (Gauche)	HV10 (Droite)
Bord Sup	(a)	209	213
1/4 Ep.	(b)	213	213
Mi-Ep.	(c)	213	213
3/4 Ep.	(d)	213	209
Bord Inf	(e)	209	206
Moyenne		<b>212</b>	<b>211</b>

**Tab. III.6** – Barreau 3, de la cote  $z = 66$  à  $99$  mm

Position	Empreinte	HV10 (Gauche)	HV10 (Droite)
Bord Sup	(a)	213	213
1/4 Ep.	(b)	209	213
Mi-Ep.	(c)	213	213
3/4 Ep.	(d)	213	209
Bord Inf	(e)	206	206
Moyenne		<b>211</b>	<b>211</b>

**Tab. III.7** – Barreau 4, de la cote  $z = 99$  à  $140$  mm

### b) Microdureté Vickers HV0.5

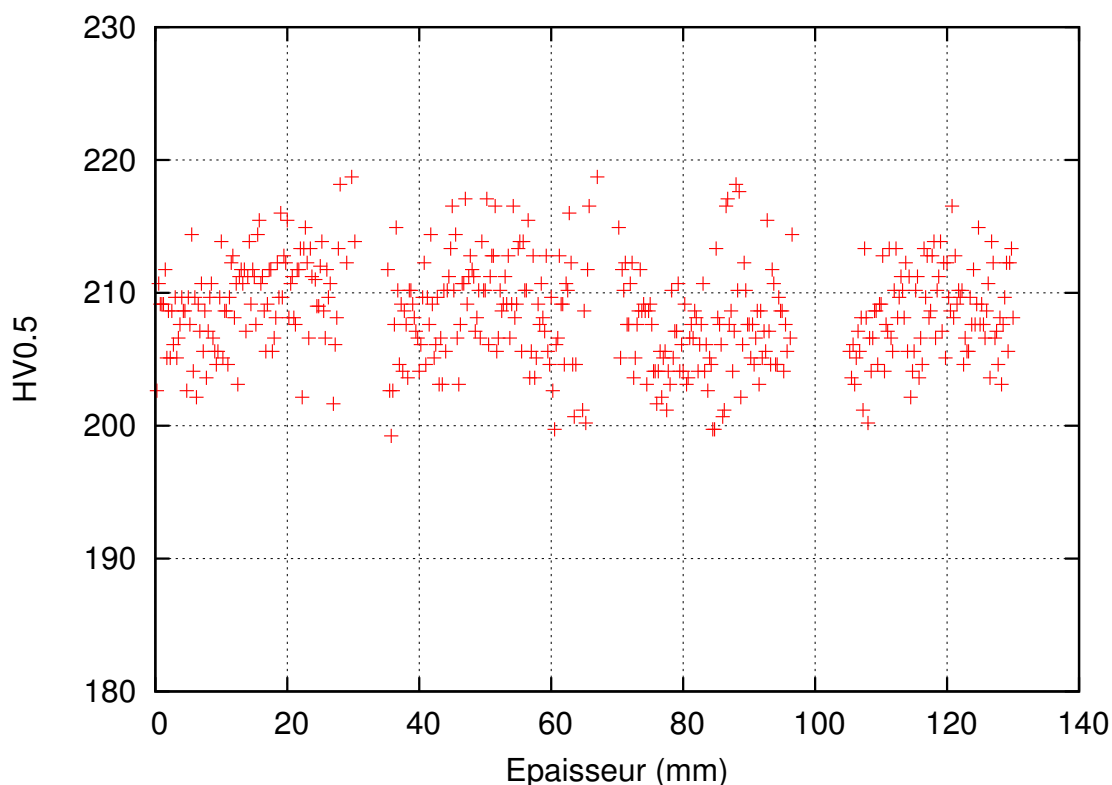
Sur chacun des quatre barreaux, des lignes de micro-indentations ont été également réalisées au Centre des Matériaux. La charge est de  $500$  g avec un maintien de  $10$  s. Deux empreintes sont espacées de  $250 \mu\text{m}$ . La figure III.58 présente l'évolution de la microdureté dans le sens de l'épaisseur. Une certaine homogénéité dans la valeur de la microdureté peut être notée, en éliminant certains effets de bords sur les 4 barreaux. Les valeurs de microdureté sont assez dispersées à  $\pm 10\text{HV}0.5$ .

Le tableau III.8 présente les moyennes des microduretés obtenues sur chaque barreau, la moyenne HV0.5 sur ces 4 barreaux ainsi que la moyenne HV10 obtenue sur les empreintes de macrodureté.

Barreau n°	HV 0.5				moyenne (microdureté)	moyenne (macrodureté)
	1	2	3	4		
Moyenne	210	209	207	209	<b><math>208 \pm 5</math></b>	<b><math>212 \pm 5</math></b>

**Tab. III.8** – Résumé des valeurs de dureté HV0.5 et HV10 du MBND

Ces mesures de dureté, à la fois macroscopique et microscopique, montrent une bonne



**Fig. III.58** – Evolution de la microdureté en fonction de l'épaisseur de la tôle

homogénéité de structure. La littérature rapporte d'autres valeurs comparables pour un Grade 91, P/T91. L'influence de la température et du temps de maintien est très grande.

- (STRANG et al., 1998) : 230HV10 (pas de précision sur les traitements thermiques du matériau)
- (MEGUSAR et al., 1984) : 217HV0.1, P91 normalisé-revenu à 1040°C/1h, 760°C/1h
- (ARAV and VAN WORTEL, 1995) : 200-250 HV10 (gamme de dureté générale pour un Grade 91)
- (ANDERSON et al., 2003) : 240HV (masse non précisée), Grade 91 normalisé-revenu à 1050°C (temps de maintien non précisé), 750°C/1h
- (GUPTA and WAS, 2008) : 225 HV0.025, Grade 91 normalisé-revenu à 1040°C/46 min, 760°C/42 min
- (KOSTKA et al., 2008) : 210HV, P91 normalisé-revenu à 1100°C/1h, 750°C/4h
- (SAWADA et al., 2008) : 235HV, T91 normalisé-revenu à 1050°C/10 min, 765°C/30 min
- (ORLOVA et al., 1998) : 241HV10, Grade 91 normalisé-revenu à 1060°C/1h, 750°C/2h.

On conclut sur une cohérence entre les valeurs de dureté du matériau étudié relativement à celles qu'on peut trouver par ailleurs dans la littérature, pour des traitements thermiques proches.

### III.6.8 Conclusions sur la microstructure du Métal de Base Non Détensionné

CETTE SECTION a permis de mettre en lumière la microstructure du matériau d'étude Grade 91 à l'état de réception, normalisé-revenu. Ce matériau est dénommé dans tout le mémoire : Métal de Base Non Détensionné (MBND). La tôle possède une bonne homogénéité de composition chimique et une relative homogénéité en termes de taille d'ex-grains austénitiques (20-40  $\mu\text{m}$ ). Cela étant, les observations ont défini la zone des second et troisième quarts d'épaisseur de la tôle comme zone d'extraction des différentes éprouvettes pour les essais mécaniques afin d'éviter les hétérogénéités (chimiques et microstructurales) dues aux effets de peau.

La microstructure se compose de sous-grains imbriqués dans des lattes martensitiques revenues incluses dans un ensemble de blocs, puis de paquets au sein des ex-grains austénitiques. La décoration des joints et sous-joints par des précipités est bien mise en évidence par les observations au microscope optique et au SEM. Les analyses EBSD montrent que les joints d'ex-grains  $\gamma$  sont de désorientation moyenne (20 à 40°), que les joints de paquets et de blocs sont des joints de forte désorientation (supérieure à 50°) alors que les joints de lattes et de sous-grains sont de faible désorientation (environ 5°). Le diagramme de stabilité des phases à l'équilibre (déterminé à l'aide d'un logiciel de calculs de thermodynamique chimique, MatCalc) ainsi que la composition chimique des secondes phases (analyses EDX au SEM et TEM) indiquent l'existence de deux types de précipités : les carbures riches en Chrome ( $\text{M}_{23}\text{C}_6$ ) et les carbonitrides/nitrides riches en Nb ou V appelés MX. Ces précipités caractérisent l'état de réception du matériau de base, avec des tailles maximales de 300 nm pour les  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  et de 50 nm pour les MX. Les premiers précipitent lors du revenu, quant aux derniers ils sont partiellement présents même avant l'austénitisation. Toutefois, les VN apparaissent plus tard, lors du revenu. Les mesures de dureté mettent en évidence également cette bonne homogénéité de la microstructure, avec une moyenne de 208HV0.5.

### III.6.9 Ce qu'il faut retenir sur le MBND ...

#### 1. MICROSTRUCTURE

- Après un traitement standard de normalisation-revenu, la microstructure du Grade 91 se compose de lattes de martensite revenue.
- Ces lattes se rassemblent en un ensemble de blocs ; eux-mêmes se trouvent inclus dans des ensembles de paquets. Les anciens grains austénitiques se découpent en paquets. Cette sous-structure est bien mise en évidence par des analyses EBSD et par des observations SEM après attaque chimique mettant en évidence les précipités décorant tous les types de joints. Des observations TEM trouvées dans la littérature indiquent également le découpage des lattes en sous-grains dont les parois sont un rassemblement de dislocations ancrées par des MX.
- La taille d'un ex-grain austénitique est dans la plage de 20 à 40  $\mu\text{m}$  ; la dureté du MBND est de 208HV0.5.

#### 2. PRÉCIPITÉS

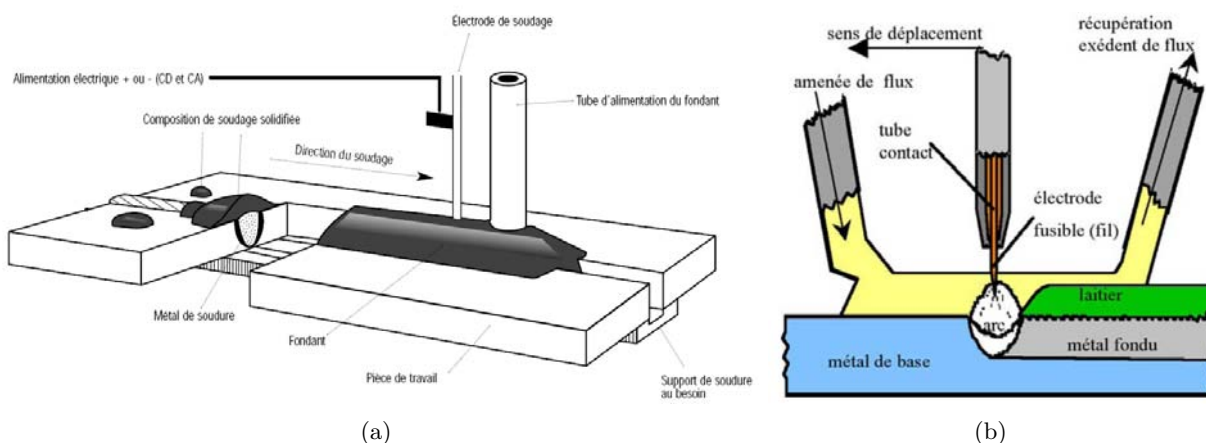
- Les joints de la microstructure (lattes, blocs, paquets, anciens grains) sont principalement le lieu de formation de précipités riches en Chrome  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ , de taille maximale de 300 nm. Ces phases permettent de stabiliser la sous-structure en bloquant le mouvement des sous-joints. Les calculs MatCalc montrent que ces  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  apparaissent au cours du revenu.
- Les précipités de type **MX** ont un rôle primordial dans la résistance au fluage du matériau en tant qu'obstacles au mouvement des dislocations. Le revenu permet de les faire croître et donc d'atteindre des diamètres moyens de l'ordre de 30 à 50 nm, trop grands pour être cohérents avec la matrice. Les analyses EDX mettent en évidence deux compositions chimiques distinctes de MX :
  - ★ Les carbonitrides Nb(C,N) sont des précipités d'une grande stabilité en température. Certains - primaires - sont présents dans le matériau avant même le traitement d'austénitisation au cœur de la matrice entre les lattes de martensite.
  - ★ Les nitrures VN ont tendance à précipiter au cours du revenu, voire pendant la trempe. Ils ségrègent aux mêmes lieux que les MX primaires.
- La littérature indique d'autres types de précipités qui dépendent essentiellement de la composition chimique de la nuance du Grade 91 et des traitements thermiques. Toutefois, la communauté scientifique s'accorde à dire que les précipités rencontrés dans un 9Cr, classés du moins stable au plus résistants à la température, fournissent l'ordre suivant :  $\text{M}_{23}\text{C}_6 < \text{VC} < \text{VN} < \text{Nb}(\text{C},\text{N}) < \text{NbC} < \text{NbN}$
- La particularité d'un Grade 91, Métal de Base Non Détensionné, est de présenter entre les lattes une combinaison de deux MX formant un V-Wing. Les V-Wings sont constitués d'un cœur en NbC sur lequel viennent ségréger au moment du revenu des ailes de VN.

### III.7 Caractérisation métallurgique du MBD

Le Joint Soudé réalisé par AREVA est de grandes dimensions : 1100 mm (L) × 600 mm (T) × 140 mm (S). Après fraisage, la soudure a été réalisée dans le sens longitudinal (L) sur une épaisseur (S) de 90 mm. Après soudage, la tôle est ramenée par fraisage à une épaisseur de 70 mm puis subit un traitement thermique post-soudage de détensionnement (PWHT) de **20h à 750°C**. Ce traitement thermique permet de relaxer les contraintes internes dues au soudage.

#### III.7.1 Tôle de Joint Soudé

Le soudage a été réalisé par le procédé fil/flux à arc submergé (SAW) pour rabouter longitudinalement les deux demi-tôles. La figure III.59 présente le processus et le montage d'un soudage type SAW. Cette méthode utilise un flux de gaz inerte dans l'environnement de l'électrode si bien que le Métal Fondu est propice à présenter des défauts de soudage de type soufflure (cavité sphérique, vestige de bulle de gaz emprisonnée dans le Métal Fondu). Ce procédé sert notamment au soudage horizontal de produits plats épais et est généralement automatisé afin de réaliser de longs cordons. Comme le présente la figure III.59, le soudage SAW fonctionne à l'aide d'un courant électrique qui passe par un fil d'apport produisant un arc électrique entre le bout du fil-électrode et la pièce. Le flux (ou fondant) est la substance granuleuse composée en partie de silico-oxyde de titane qui se dépose sur la surface à souder avant l'arrivée du fil d'apport ; l'arc est ainsi submergé par le flux. En passant par le fil-électrode, le courant électrique fait augmenter la température du flux, ce qui en fait fondre une certaine partie. La chaleur produit une soudure par fusion. En utilisant un système d'aspiration, il est possible de récupérer la majeure partie du flux. Le flux en fusion crée une atmosphère protectrice qui purifie le métal de la soudure en absorbant les impuretés contenues dans le métal de base fondu.



**Fig. III.59** – (a) : Procédé schématisé du soudage SAW (GODIN, 2000) ; (b) : Détail de l'électrode (SYMOP, )

Trente-neuf passes de soudage avec un procédé bi-torche ont été réalisées. La composition du fil est proche du matériau de base, excepté pour les teneurs en Ni et en Mn qui sont sensiblement plus élevées que dans le Métal de Base, comme le montre le tableau III.9 (PIERRON, 2006).

- Les paramètres de soudage sont résumés ci-dessous :
- 2 passes par couche

	C	Mn	P	S	Si	Ni	Cr	Mo	Nb	V	Cu
Fil	0.08	1.73	0.008	0.003	0.15	0.65	8.86	0.89	0.05	0.25	0.02
Coulée	0.1	0.4	0.007	0.002	0.2	0.13	8.3	0.95	0.075	0.20	0.05

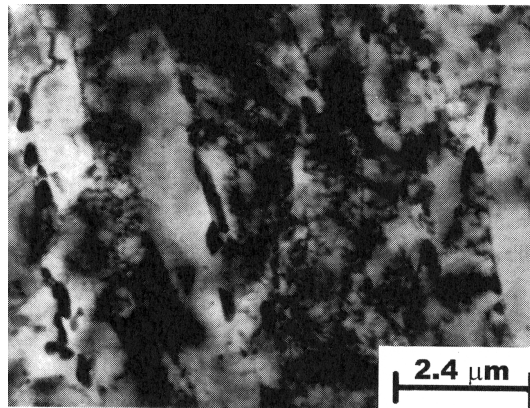
**Tab. III.9** – Compositions chimiques du fil et de la coulée (% massique) (PIERRON, 2006)

- Intensité : 420-425 A
- Tension : 31-33 V
- Vitesse de soudage : 28 cm/min
- Energie de soudage : 28.9 kJ/cm (hors coefficient de rendement)

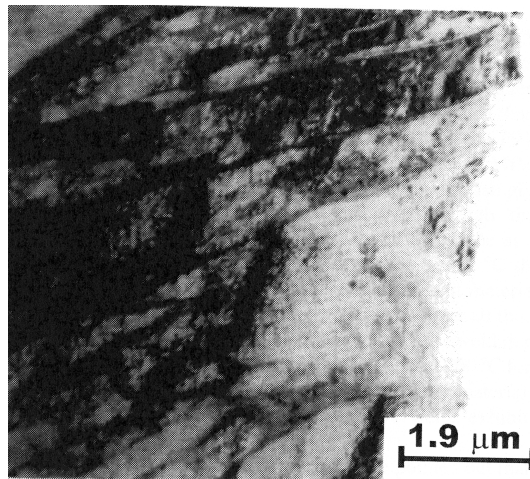
Il est à noter que l'énergie de soudage est plus forte que celle utilisée dans la thèse de Vincent GAFFARD (GAFFARD, 2004) où elle atteignait en moyenne 12,9 kJ/cm ou 18,5 kJ/cm (suivant le matériau soudé étudié), mais l'épaisseur de son matériau était inférieure à celle du matériau de la présente étude (55 mm dans le cas de son étude sur un pipe soudé, dénommé WJP91 dans son mémoire). Le procédé de soudage utilisé dans l'étude de GAFFARD était un procédé TIG (ou GTAW, soudage à l'arc où le métal d'apport, l'arc et le bain de fusion sont entourés d'un gaz inerte et où l'électrode est en tungstène) voire TIG combiné à un procédé MIG (*idem* que TIG sauf que l'électrode est consommable). Pour des tôles épaisses et de grandes dimensions, si l'énergie de soudage est faible, le rendement de fabrication du joint ne sera pas bon. Donc, notamment pour des questions de rentabilité du procédé, l'énergie est plus élevée pour les produits à souder épais. Avant les opérations de contrôle, la face supérieure du joint a été surfacée (sur une épaisseur de 1 mm) et environ 19 mm de la face inférieure ont été éliminés par fraisage. Ainsi, l'épaisseur totale du Joint Soudé, tel qu'il a été réceptionné pour cette thèse, est de 70 mm.

**Traitement Thermique Post Soudage (PWHT)** Il a été montré que le Grade 91 peut être soudé par différents procédés, notamment le SAW comme dans la présente étude. Le joint étudié a en dernier lieu subi un traitement thermique de détensionnement post-soudage pour améliorer la ténacité des 9Cr-1Mo modifiés soudés. De plus lors du cycle thermique de soudage, de l'austénite est reformée localement en raison des températures atteintes. Dans un 9Cr-1Mo modifié, seuls les éléments C, N et Mn sont  $\gamma$ -gènes contrairement aux autres éléments tels que Cr, Mo, V, Nb et Si qui sont  $\alpha$ -gènes. La teneur en éléments C et Mn n'est pas suffisante pour stabiliser l'austénite résiduelle. Cette dernière n'est pas compatible avec une bonne résistance en ténacité et au fluage pour le Grade 91. Les contraintes résiduelles proviennent à la fois des contraintes thermiques mais aussi des contraintes de transformation de l'austénite en martensite (SHIUE et al., 2000). Le PWHT est nécessaire également pour transformer la martensite fraîche à l'issue du soudage en martensite revenue. Ce traitement doit être optimisé à la fois au niveau de la température et de la durée de traitement. De son côté, la composition chimique du métal d'apport doit également être optimisée pour éviter d'être un point faible de la structure (SIREESHA et al., 2001). Dans son article, SIREESHA étudie l'évolution de la microstructure fine des lattes de martensite après les différents traitements thermiques de normalisation-revenu (cf. figure III.60), de soudage (cf. figure III.61) et de détensionnement (cf. figure III.62) (SIREESHA et al., 2001). Le matériau d'étude est une plaque de Grade 91 d'épaisseur 12 mm normalisée à 1080°C et revenue à 750°C/1h. Ces figures mettent en évidence l'importance du revenu et du PWHT sur le contrôle de la précipitation. La figure III.60 rappelle la microstructure classique d'un Métal de Base de Grade 91 avec des gros car-

bués précipités aux joints. Les figures III.61 et III.62 font apparaître les lattes des grains colonnaires ou équiaxes du Métal Fondu. La dimension des grains colonnaires dépasse largement la dimension de ces figures. Malheureusement, l'auteur ne précise pas le lieu précis d'observation dans le Métal Fondu. A l'état brut de soudage, la densité de dislocations est beaucoup plus importante qu'après un traitement de détensionnement où les lattes sont restaurées. On reviendra plus en détails sur la microstructure du Joint Soudé dans le chapitre V avec la distinction de Métal Fondu à gros grains, à petits grains et la zone affectée thermiquement. Ce paragraphe n'a pour vocation que de présenter l'importance du traitement PWHT.



**Fig. III.60** – Métal de Base d'un Grade 91 normalisé (1080°C) - revenu (750°C/1h) (SIREESHA et al., 2001)

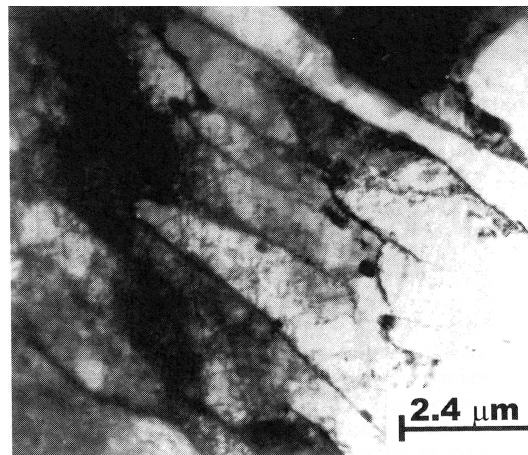


**Fig. III.61** – Métal Fondu d'un Grade 91 Joint Soudé à l'état brut de soudage (SIREESHA et al., 2001)

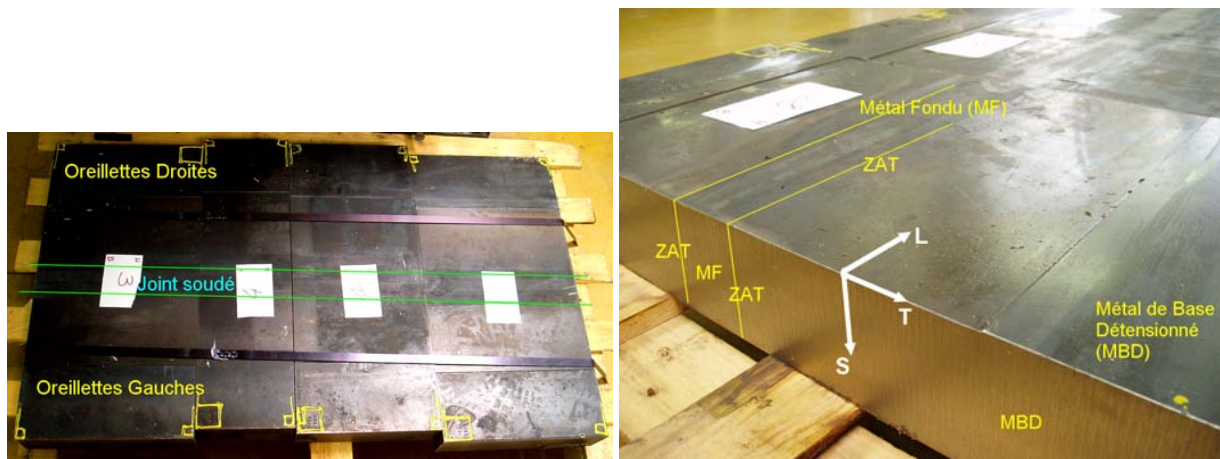
Pour faciliter la manutention au Centre des Matériaux, ce Joint Soudé a été découpé en 4 blocs dont les numéros précisés sur la figure suivent l'ordre d'identification des 4 parties de la tôle (cf. figure III.63). Ces 4 morceaux n'ont pas été repositionnés sur la palette en suivant cet ordre logique si bien que les numéros apparaissent dans le désordre.

**Fissuration à chaud** La réalisation de cette tôle de Joint Soudé épais démontre la faisabilité du procédé de soudage de ce matériau en tôle épaisse, où le risque de fissuration





**Fig. III.62** – Weld Metal d'un Grade 91 normalisé (1080°C) - revenu (750°C/1h) après un traitement PWHT (760°C/6h) (SIREESHA et al., 2001)



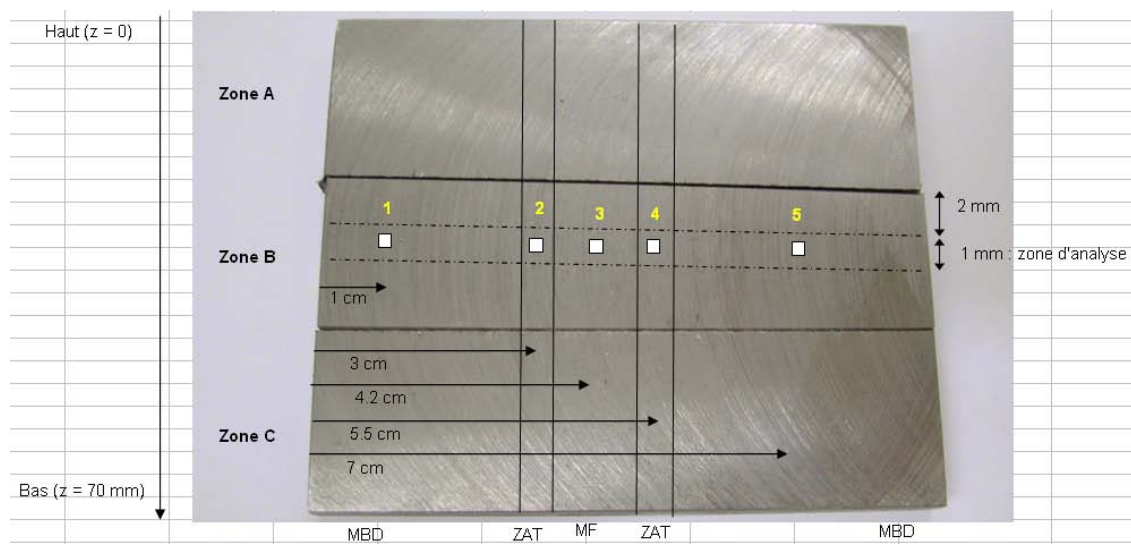
**Fig. III.63** – Réception des 4 blocs de la tôle de Joint Soudé

à chaud est écarté. BARNES a étudié ce type de fissuration lors du soudage d'un Grade 91 (BARNES, 2000) et montre que le Nb n'apporte pas qu'un atout face à la résistance au fluage, mais aussi, a des effets négatifs telle que la prédisposition à la fissuration à chaud, contrairement au Mn. Aussi les deux éléments ont été optimisés dans le Grade 91 afin d'éliminer ce risque de rupture, le Nb ségrègeant en partie dans la zone inter-granulaire des grains colonnaires.

### III.7.2 Evolution de la composition chimique dans le sens travers du joint

Ce paragraphe souhaite présenter l'évolution de la composition chimique du Joint Soudé entier dans le sens de la largeur (T) du joint. Même si le chapitre en cours concerne le MBD, il est intéressant ici de traiter le joint en entier afin de comparer la composition chimique dans les différentes zones. A l'aide d'analyses par microsonde de Castaing, la composition chimique moyenne en différentes zones du Joint Soudé a été déterminée, comme l'indique la figure III.64. Les valeurs moyennes de teneur en éléments majeurs sont calculées à partir de 50 fenêtres d'analyses de côté 50  $\mu\text{m}$  chacune. Les résultats sont donnés dans le tableau III.10. D'après le profil de microdureté présenté par la suite, on

considère que la microstructure du Métal de Base n'est plus influencée par le traitement thermique des passes de soudage au delà de 20 mm de la Zone Affectée Thermiquement (ZAT). Cette notion de ZAT sera revue dans le chapitre V. Ainsi, dans la réalisation des analyses par microsonde, un barreau (labellisé « zone B ») de 80 mm de large centré sur le Métal Fondu a été usiné, comme le montre la figure III.64.



**Fig. III.64** – Répérage des 5 zones d'analyses par microsonde de Castaing

Zone	Al	V	Cr	Mn	Fe	Ni	Mo	
1	0.02	0.21	8.55	0.38	89.84	0.04	0.95	MBD
2	0.02	0.21	8.48	0.39	89.91	0.04	0.95	ZAT
3	0.01	0.23	8.51	1.44	88.48	0.43	0.88	MF
4	0.02	0.21	8.48	0.40	89.89	0.04	0.95	ZAT
5	0.03	0.21	8.55	0.40	89.82	0.04	0.95	MBD
Fil	-	0.25	8.86	1.73	-	0.65	0.89	
Coulée	0.01	0.20	8.3	0.4	bal.	0.13	0.95	MBND

**Tab. III.10** – Compositions chimiques déterminées par microsonde de Castaing dans le sens T du Joint Soudé, Centre des Matériaux

Dans le tableau III.10, les lignes 1 et 5 correspondent à la composition déterminée dans le Métal de Base Détensionné MBD. Les lignes 2 et 4 correspondent à la ZAT dont la composition est sensiblement identique à celle du MBD. Une légère diminution de la teneur en Chrome est toutefois notée dans la ZAT par rapport au MBD, mais qui n'est pas jugée significative. La ligne 3 du tableau III.10 présente la teneur en éléments du Joint Soudé au niveau du Métal Fondu. Cette composition est proche de la composition du fil donnée par AREVA *modulo* la dilution du fil dans le Métal de Base. Ainsi, le Métal Fondu a une composition proche de celle du Métal de Base et de la ZAT avec une plus forte teneur en Ni et Mn et une légère diminution de la teneur en Mo. L'ajout de Mn et de Ni améliore la trempabilité du matériau en diminuant la température de transition austénite / ferrite, bien qu'elle soit déjà bonne avec une teneur de 9%Cr. De plus, le Ni limite la formation de ferrite  $\delta$  qui pourrait apparaître au cours des nombreuses passes de soudage. L'ajout donc de ces éléments permet a priori de répondre bénéfiquement au traitement haute température que subit localement la microstructure lors du soudage. Toutefois, en

raison des températures élevées lors du passage de la torche, la croissance des grains de solidification n'est pas freinée ce qui provoque une croissance colonnaire dans la zone de Métal Fondu.

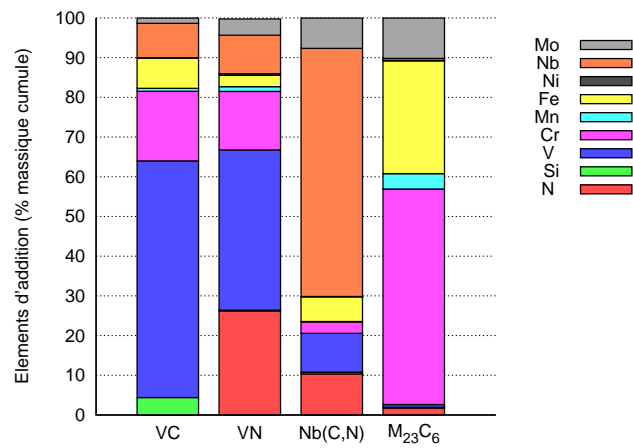
Des calculs MatCalc, non présentés ici, donnant le diagramme de stabilité des phases à l'équilibre en fonction de la température, mettent en lumière les changements évoqués ci-dessus : domaine austénitique plus étendu, réduction du domaine ferritique  $\delta$ . En revanche, aucun changement en terme de fraction de phase ou de domaine de températures d'existence des précipités n'est noté. En conclusion, le Joint Soudé dans son ensemble doit présenter une nature de précipités identique à celle du Métal de Base Non Détensionné. Pour répondre à cette question, une quantification de la composition chimique de divers précipités du MBD a été réalisée.

### III.7.3 Quantification de la composition chimique des précipités

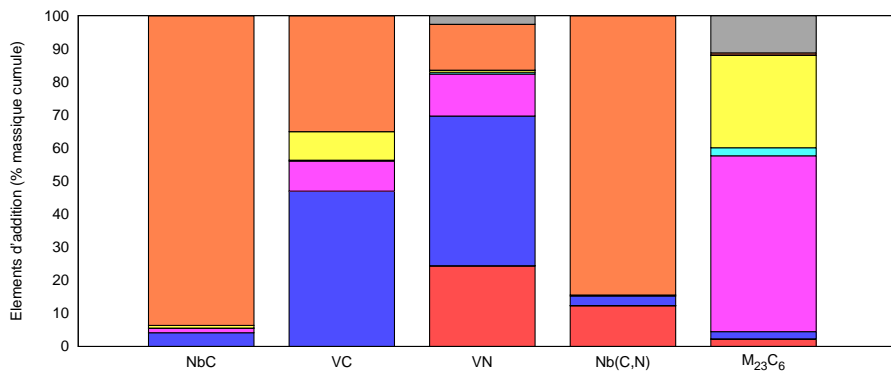
Suivant le même procédé que pour le Métal de Base Non Détensionné (MBND), des répliques extractives ont été réalisées sur le Métal de Base Détensionné (MBD). Ces répliques ont ensuite été observées au TEM en mode STEM et quelques précipités ont été analysés par EDX.

La figure III.65 rassemble l'histogramme de la composition chimique des précipités du MBND ainsi que celui des précipités du MBD. La composition chimique des précipités dans le MBD est peu différente de celle dans le MBND, sauf pour la teneur en Mo qui est moindre.

La taille de chaque type de précipités n'a pas été mesurée suivant la zone du joint dans laquelle ils précipitent.



(a) Métal de Base MBND



(b) Métal de Base MBD

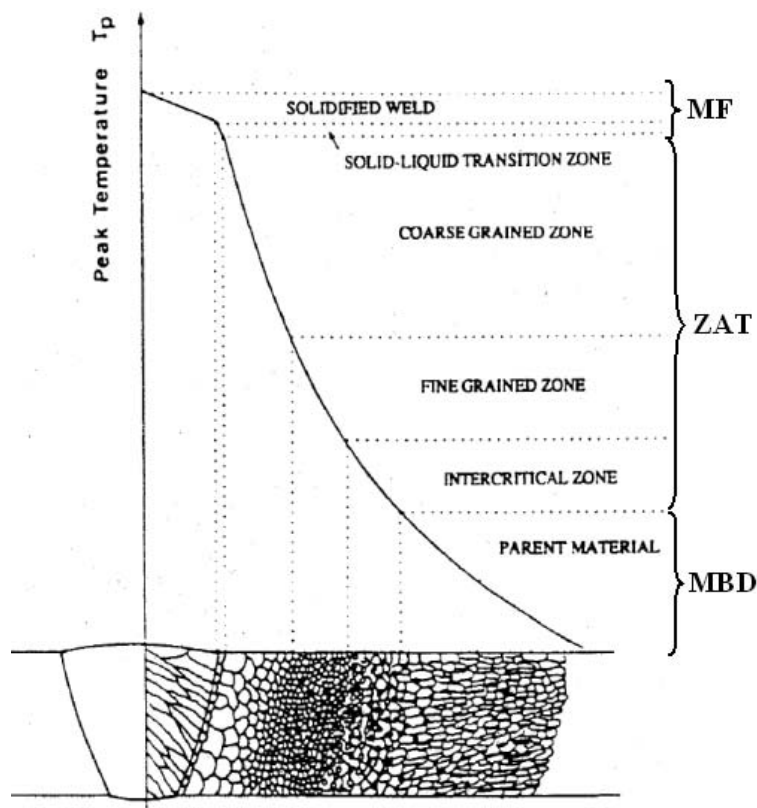
**Fig. III.65** – Quantification en éléments chimiques des divers précipités du métal MBND et du métal MBD

### III.7.4 Observation de la microstructure

Cette section présente très succinctement les différentes zones dans un Joint Soudé afin de repérer la zone de Métal de Base Détensionné de part et d'autre de la ligne de fusion. Plus de détails seront donnés dans le chapitre V.

#### a) Les zones du Joint Soudé

La figure III.66 illustre les différentes microstructures qui peuvent apparaître dans un Joint Soudé. Ce qu'il faut retenir à ce stade, c'est la possibilité de trouver du Métal de Base MBD ou *parent material* sur la figure III.66 loin de la zone de Métal Fondu (MF). L'objet de cette section est de caractériser métallurgiquement cette zone de Métal de Base Détensionné.



**Fig. III.66** – Schéma illustrant la microstructure d'un Joint Soudé, d'après (SELIGER and GAMPE, 2002)

#### b) Métal de Base Détensionné (MBD)

Loin du Métal Fondu, dans l'oreillette gauche (cf. figure III.63) du bloc 4, un barreau a été usiné sur toute l'épaisseur de la tôle de Joint Soudé. On est assuré de ne trouver ici que du Métal de Base Détensionné puisque le barreau a été extrait à environ 300 mm du Métal Fondu.

**Austénite résiduelle ou pas ?** Dans le cas d'un Grade 91 Métal de Base qui a subi un traitement thermique simulant un PWHT, SHIUE précise que la stabilité de l'austénite est directement liée à la température et à la durée de maintien à cette température

(SHIUE et al., 2000). Les faibles teneurs en Azote ( $< 0.15\%$ ) et en Chrome dans l'austénite favorisent la transformation martensitique. Il est reconnu qu'une sévère déformation liée à la transformation martensitique peut induire la stabilisation mécanique de l'austénite, et donc peut entraîner la présence d'austénite retenue. La stabilité mécanique de l'austénite retenue est importante pour l'obtention d'une bonne ténacité mais n'est toutefois pas favorable pour une bonne résistance au fluage. Il doit donc y avoir un compromis entre température et durée du maintien pour assurer de bonnes propriétés mécaniques en fluage et en résistance aux chocs. Cependant, SHIUE a montré l'absence d'une telle austénite résiduelle pour des traitements PWHT supérieurs à  $680^{\circ}\text{C}$  en raison de la transformation de l'austénite en martensite. La figure III.67 montre que les lattes de martensite sont largement revenues à la suite d'un traitement à  $750^{\circ}\text{C}/1\text{h}$  avec une précipitation de  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ , dans une zone de Métal de Base normalisé-revenu-PWHT. La microstructure présentée par SHIUE ne présente pas d'austénite retenue, le matériau de notre étude n'en présentera donc pas non plus.

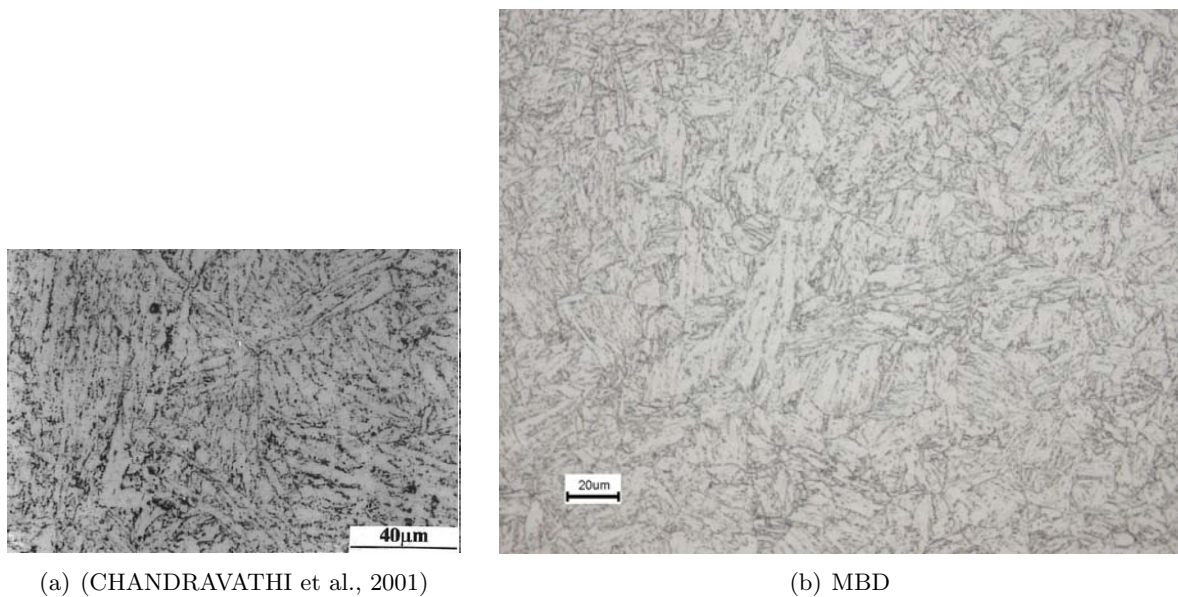


**Fig. III.67** – Micrographie TEM d'un Joint Soudé de Fe-9Cr-1Mo modifié ayant subi un PWHT à  $750^{\circ}\text{C}/1\text{h}$  (SHIUE et al., 2000)

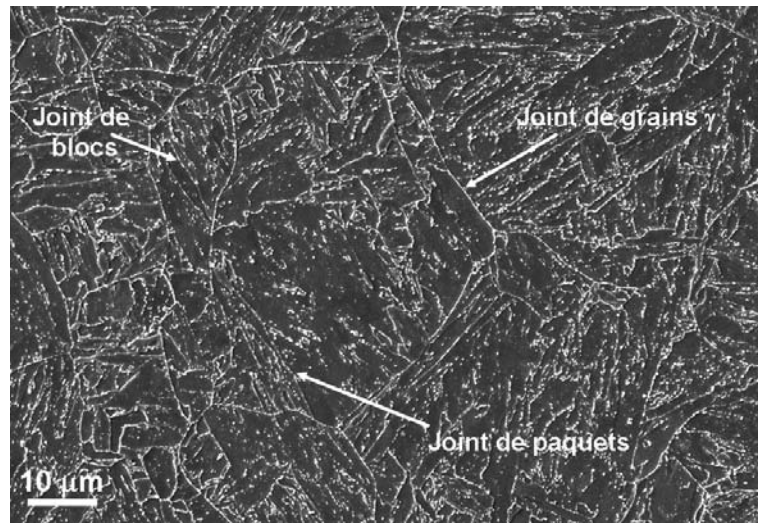
**Microstructure, du microscope optique au TEM** La figure III.68 présente la microstructure du Métal de Base Détensionné observée au microscope optique après polissage et après attaque chimique au réactif de Villela. La zone d'observation est focalisée sur le deuxième tiers de l'épaisseur du Joint Soudé réceptionné. La microstructure se présente sous forme de martensite en lattes revenue où subsistent les vestiges de joints de grains austénitiques, de blocs et de paquets. Globalement, la taille moyenne d'ex-grain austénitique est peu différente de  $39\ \mu\text{m}$  comparativement à la taille moyenne de  $24\ \mu\text{m}$  dans le cas du MBND. La méthode de détermination de cette taille de grain peut être trouvée en annexe A.2; dans le cas du MBD, 87 longueurs d'intercepts ont été prises en compte. Il y a donc une légère variation de la taille de grain  $\gamma$  le long de la direction transverse de la tôle mère. Les deux coupons d'étude (MBND et JS) sont éloignés l'un de l'autre (cf figure III.5). Toutefois, ces valeurs sont dans une plage de tailles de grain acceptable :  $20\text{-}40\ \mu\text{m}$  qui est à retenir. Le matériau MBD reste homogène en termes de taille d'ex-grains austénitiques. Les observations au microscope optique du matériau MBD peuvent être comparées à celles de (CHANDRAVATHI et al., 2001), la figure III.68 en donne une illustration. Le grandissement des clichés de la figure III.68 est approximativement le même; les microstructures sont comparables.

Les observations au microscope optique ont été complétées par des observations au microscope électronique à balayage. Un exemple de microstructure de MBD observée au

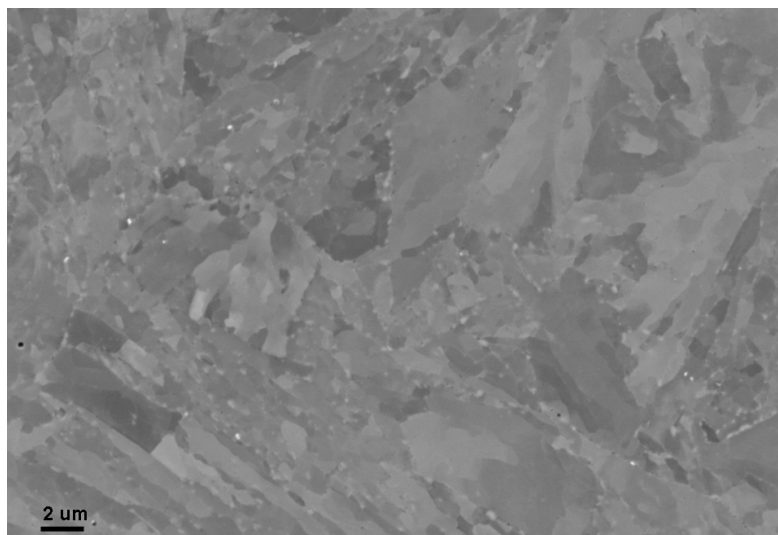
SEM est présentée sur les figures III.69 et III.70. La figure III.70 montre une sous-structure plus grossière que dans le cas du MBND ; le traitement PWHT facilite le mouvement des dislocations et sous-joints. Aussi, la taille des cellules de dislocation et des sous-grains est plus grande, la largeur des lattes semble avoir doublé d'après les observations au SEM-BSE. Le traitement PWHT engendre une croissance de la sous-structure (cf. annexe B.2). L'image en mode électrons secondaires (cf. figure III.69) sur une surface attaquée chimiquement au réactif de Villela met en évidence les différents types de joints et sous-joints. Les joints de lattes sont toujours apparents, bien que celles-ci aient subi un long second revenu. Il est difficile d'observer au SEM-FEG un changement dans la densité de précipités, mais les calculs MatCalc ont suggéré une diminution du nombre avec une croissance de leur diamètre moyen. Donc les précipités devraient avoir coalescé, d'après les informations que donne MatCalc. Les observations sur répliques extractives sont un des moyens pour le mettre en évidence.



**Fig. III.68** – Métal de Base observé au microscope optique, (a) : zone extraite d'un Joint Soudé de Grade 91 (1060°C/6h + 770°C/4h + 760°C/1h); (b) : zone extraite au centre de l'échantillon dans la zone des 30 mm du bord supérieur (bloc 4 barreau n°2)



**Fig. III.69** – Microstructure du MBD observée au SEM-SE (au centre de l'échantillon dans la zone des 30 mm du bord supérieur - bloc 4 barreau n°2)



**Fig. III.70** – Microstructure en lattes du MBD, SEM-BSE

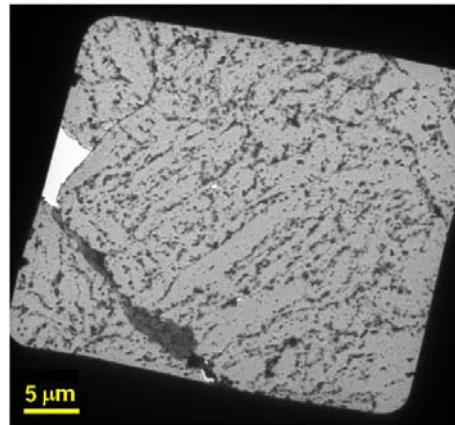
**Répliques et TEM** De la même façon que pour la caractérisation de la microstructure du Métal de Base Non Détensionné, des répliques extractives (cf. figure III.71) ont été réalisées pour extraire de la microstructure les précipités formés dans le Métal de Base Détensionné. Les calculs MatCalc suggèrent qu'aucune nouvelle phase n'apparaît ce qui est confirmé par les observations TEM et les analyses EDX. La méthode d'observation TEM par énergie filtrée (EFTEM) permet de réaliser des cartes d'éléments mettant en avant sans analyse EDX la composition des précipités. Evidemment, l'intérêt des analyses EDX est de pouvoir quantifier les espèces chimiques présentes dans les éléments analysés, information que ne transmettent pas les analyses EFTEM. Les deux méthodes sont donc complémentaires.

La figure III.72 montre un ensemble de carbures de Chrome  $M_{23}C_6$  dont la taille moyenne est d'environ 300 nm, ce qui est compatible avec les résultats de calculs thermodynamiques fournis par MatCalc (cf. figure III.65). La flèche indique que le carbure est

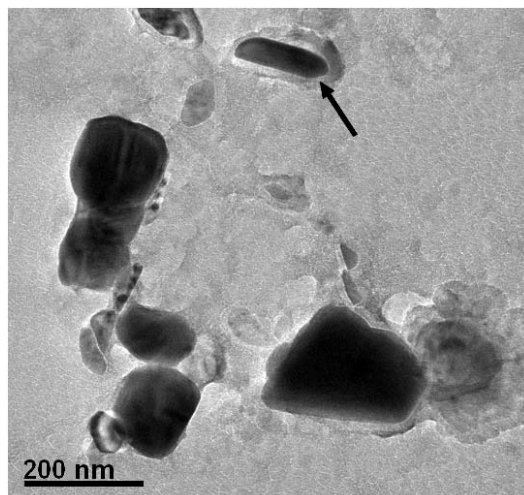


probablement vu par la tranche, contrairement aux autres qui sont vus sur l'une des deux faces.

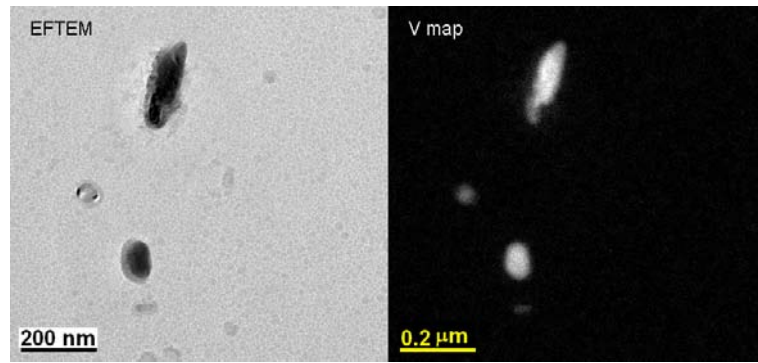
Un exemple de carte de Vanadium est donné sur la figure III.73 lors d'une observation de précipités par la méthode EFTEM au TEM. L'inconvénient de cette méthode est de ne pas pouvoir obtenir les cartes de tous les éléments constituant les précipités. Il est reconnu qu'un MX est soit un Nb(C,N), soit un VN en grande majorité. Toutefois, un NbX contient un peu de V et un VX contient un peu de Nb. De plus, une cartographie en Nb ne peut être réalisée au Centre des Matériaux, car l'énergie de la raie K du Niobium est beaucoup trop élevée pour le détecteur du TEM, quant à la raie L, elle est trop basse pour être détectée séparément du Carbone. La figure III.73 présente donc deux précipités de type VX, sans pour autant être sûr qu'il s'agisse d'un VN ou d'un VC. En revanche, on est assuré de l'existence d'un MX. Les analyses EDX, obtenues par un changement de mode d'observation (mode STEM), sont donc nécessaires. Une taille maximale de ces MX est de 95-100 nm, toutefois, des tailles de 50 à 60 nm sont facilement observables. Il est très difficile de déterminer une taille minimale car la méthode des répliques ne garantit pas l'extraction de tous les petits précipités.



**Fig. III.71** – Réplique extractive au carbone (TEM, mode imagerie standard en champ clair)

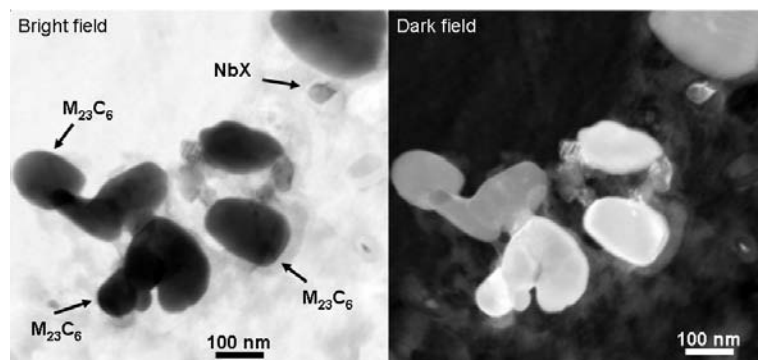


**Fig. III.72** – Précipités  $M_{23}C_6$  sur réplique extractive au carbone (TEM, mode imagerie standard en champ clair)

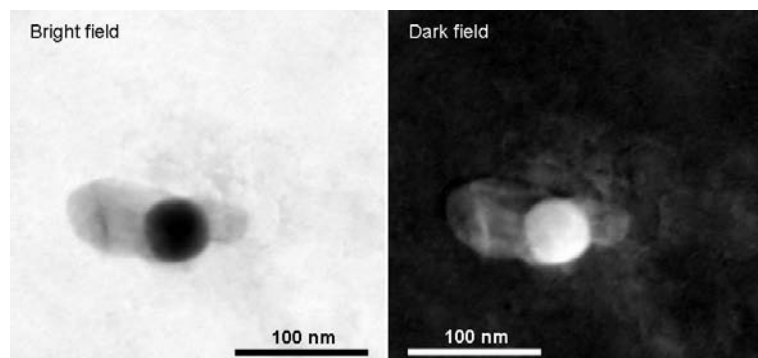


**Fig. III.73** – Observations de VX sur réplique extractive au carbone (EFTEM)

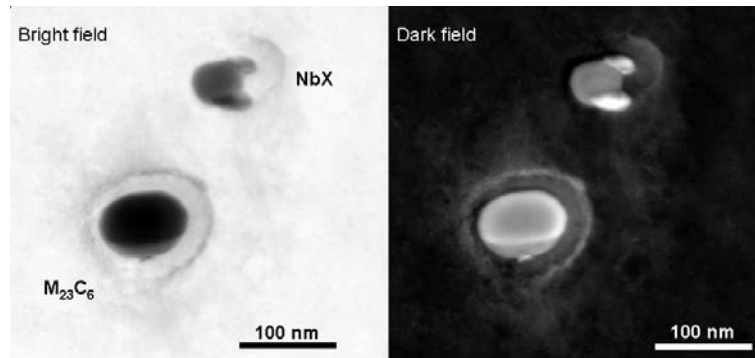
Les figures de III.74 à III.76 présentent quelques précipités du Métal de Base Détensionné observés en champ clair et en champ sombre au TEM. L'intérêt du champ sombre permet de mettre bien mieux en évidence la superposition de précipités s'il y a lieu, en utilisant seulement les électrons diffusés et non le faisceau transmis. Le STEM dark field utilise les électrons diffusés entre 10 et 40 mrad. Cette gamme d'angles contient également les angles de Bragg qui donnent la diffraction, ainsi les images obtenues ont un contraste de diffraction. Le MBD présente encore quelques V-Wings également, mais le traitement PWHT favorise la disparition de ce type de précipité. Le mécanisme de disparition de ces V-Wings n'est pas encore compris ; il s'agit soit d'un détachement des précipités mis en jeu, soit de la disparition métallurgique de l'un au profit des autres.



**Fig. III.74** – Ensemble de précipités sur réplique extractive au carbone (STEM)

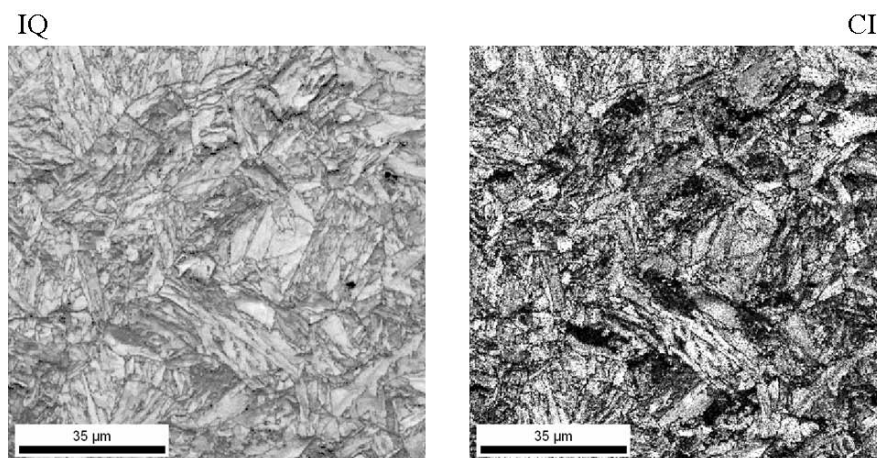


**Fig. III.75** – V-Wing sur réplique extractive au carbone (STEM)

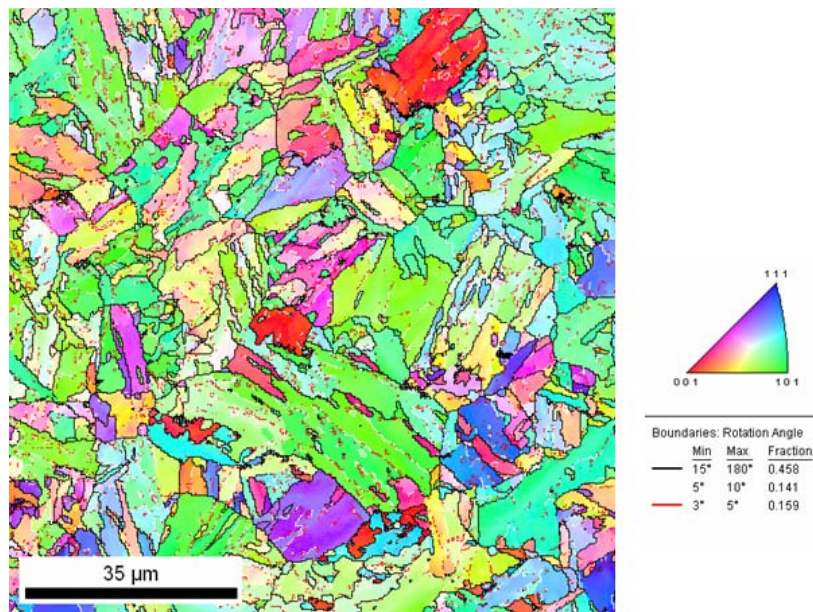


**Fig. III.76** – NbX et  $M_{23}C_6$  sur réplique extractive au carbone (STEM)

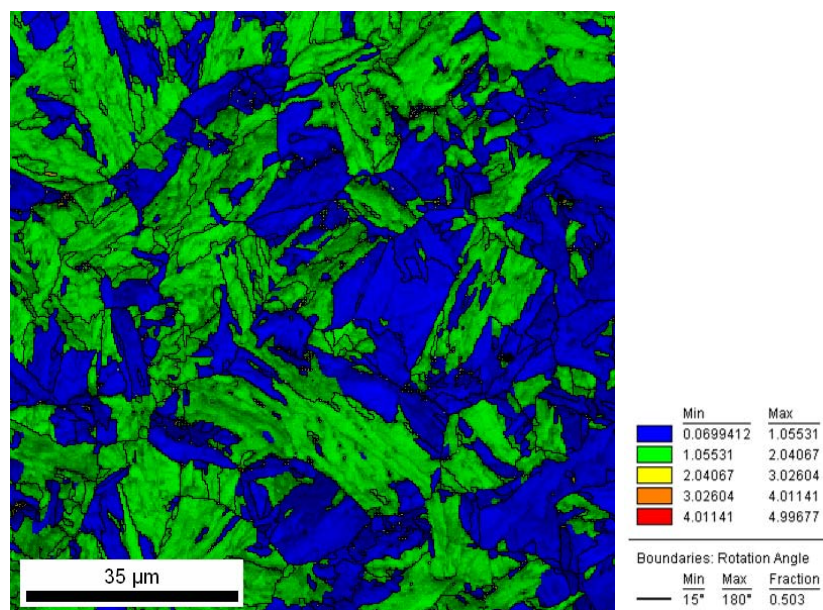
**Analyses EBSD** Une zone de  $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$  avec un pas de  $0.25\ \mu\text{m}$  a été analysée par EBSD. Les figures de III.77 à III.79 présentent les résultats d'analyse. L'image en indice de qualité IQ étant claire, on est assuré quasiment d'une indexation précise. Les joints de faible désorientation (inférieure à  $15^\circ$ ) colorés en rouge et blanc coïncident avec des joints de lattes et de sous-grains. En revanche, les joints de fortes désorientations (supérieure à  $15^\circ$ ), colorés en noir, sont généralement les joints de blocs et de paquets, voire d'ex-grains austénitiques (cf. figure III.78). La détermination d'une taille de grains austénitiques n'est de ce fait pas aisée. Les analyses EBSD conduisent à une taille moyenne de grains (délimités par les joints de fortes désorientations, donc pas nécessairement des joints  $\gamma$ ) de l'ordre de  $10\ \mu\text{m}$ , alors qu'il s'agirait plutôt de la taille moyenne de paquets. La méthode EBSD avec la définition OIM d'un joint ne permet pas de déterminer une taille de grain  $\gamma$ . Une approche de cette dimension est toutefois possible en superposant le cliché IQ avec le cliché IPF. De ce fait, la taille moyenne de grains  $\gamma$  est de l'ordre de  $35\ \mu\text{m}$ , ce qui est cohérent avec les observations précédentes. La cartographie III.79 des désorientations internes montre qu'il y a des faibles désorientations à l'intérieur d'un même grain. Ceci montre l'existence d'une sous-structure et démontre l'existence de sous-grains probablement plus marquée après un PWHT qu'avant.



**Fig. III.77** – Indice de la qualité (IQ) et Indice de confiance (CI) des clichés de diffraction EBSD sur le matériau MBD



**Fig. III.78** – Cartographie IPF des orientations du matériau MBD

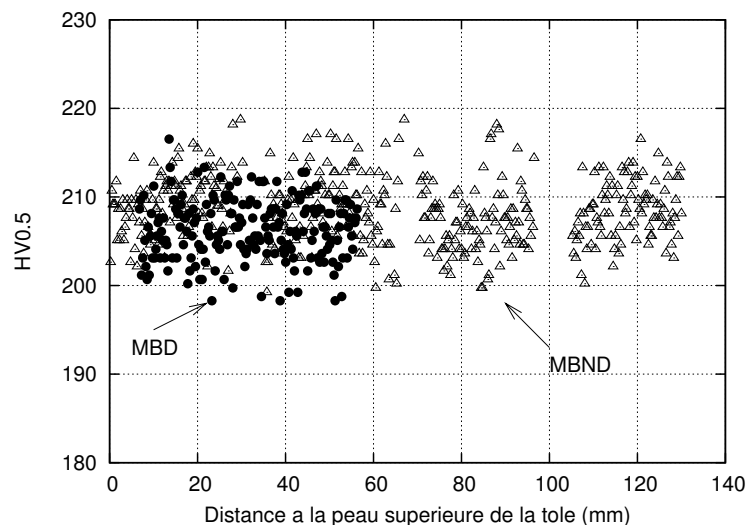


**Fig. III.79** – Cartographie des désorientations internes du MBD avec la superposition du cliché des indices de qualité

### III.7.5 Evolution de la dureté dans le sens de l'épaisseur

Loin de la ligne de fusion, dans une oreillette de la tôle de Joint Soudé, une série d'indentations a été réalisée dans le sens de l'épaisseur. La figure III.80 illustre une relative homogénéité de dureté. Il est à noter la même dispersion des valeurs de microdureté entre les métaux MBND et MBD. La valeur moyenne de la dureté du MBD est de 206HV0.5, soit légèrement inférieure à la valeur moyenne du MBND (208HV0.5) qui peut s'expliquer par le traitement thermique de détensionnement. L'écart-type est tout de même de 3HV0.5 pour les deux matériaux, si bien que la diminution de la dureté du MBD par rapport à

celle du MBND n'est pas significative.



**Fig. III.80** – Superposition du profil de dureté dans le sens de l'épaisseur du métal MBND et du métal MBD

### III.7.6 Essais de flexion par choc sur Métal de Base MBD

Ce chapitre de caractérisation des matériaux étudiés se conclue par une section concernant la taille caractéristique de la structure et la recherche des plus grosses secondes phases. Les aciers 9Cr type Grade 91 possèdent des joints de grains  $\gamma$  très résistants en partie grâce au Carbone qui y ségrège, si bien que la rupture, notamment par choc, est toujours transgranulaire quelque soit la température d'essais. En contrepartie, le phosphore ségrège préférentiellement dans ce type de joint (SONG et al., 2008), favorisant la décohésion des grains, ce qui fragilise l'acier et donc le rendant plus sujet à la rupture intergranulaire. La teneur en Phosphore dans le Grade 91 a donc été optimisée pour éviter ce type de rupture fragile. L'objectif est de corroborer les observations faites au SEM et les analyses EBSD pour valider la taille des ex-grains austénitiques du Métal de Base MBD. La fissure se propage en général dans le cas de ces aciers dans les plans (100), donc les joints représentent une barrière difficile à accommoder puisque la fissure doit retrouver un plan (100) dans le grain voisin. Des essais de chocs ont donc été mis en place après un temps d'immersion dans l'azote liquide pour abaisser la température de test et favoriser une rupture fragile transgranulaire afin d'observer par clivage la dimension de ces structures. Un second objectif est de montrer l'existence d'inclusions responsables de la germination de fissures.

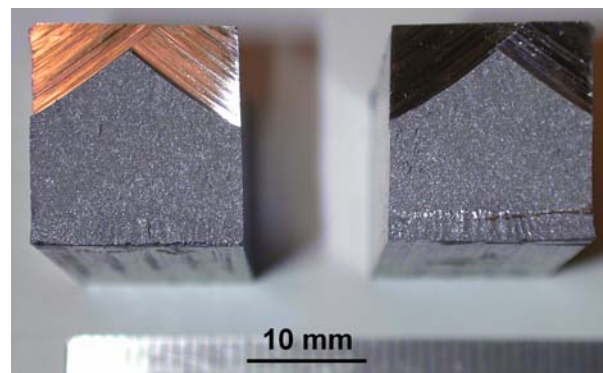
Expérimentalement, un barreau de section 15 mm  $\times$  15 mm de Métal de Base Détensionné a été tronçonné de manière à créer une entaille en V, puis a été plongé dans l'azote liquide pendant 10 min, puis a été positionné sur un mouton pendule à température ambiante pour réaliser un essai de choc. Aucune information n'a été mesurée en ce qui concerne l'énergie à rupture, les seules données relatives au matériau d'étude concerne le Métal de Base Non Détensionné sur lequel des essais Charpy ont été réalisés par le fabricant de la tôle (cf. tableau III.11). Les éprouvettes Charpy pour ces essais ont été prélevées au quart de l'épaisseur de la tôle MBND.

La figure III.81 montre les deux faciès de rupture du barreau de Métal de Base Déten-

Position	KV (J)	
	T(°C)	$KV_{moy}$ (J)
1/4 ép.	-20	132
	0	174
	+20	189

**Tab. III.11** – Energie à rupture lors d’essais Charpy, Métal de Base Non Détensionné (COUDREUSE, 2006)

sionné tandis que la figure III.82 présente des observations au microscope électronique à balayage de la face de droite. Ces observations montrent l’aspect fragile de la rupture par clivage. L’apparence en « feuille de chou » du faciès de rupture est représentatif d’une rupture fragile transgranulaire, ce qui permet de déterminer une taille de grains austénitiques, ces feuilles étant bornées par les joints de moyennes et fortes désorientations.

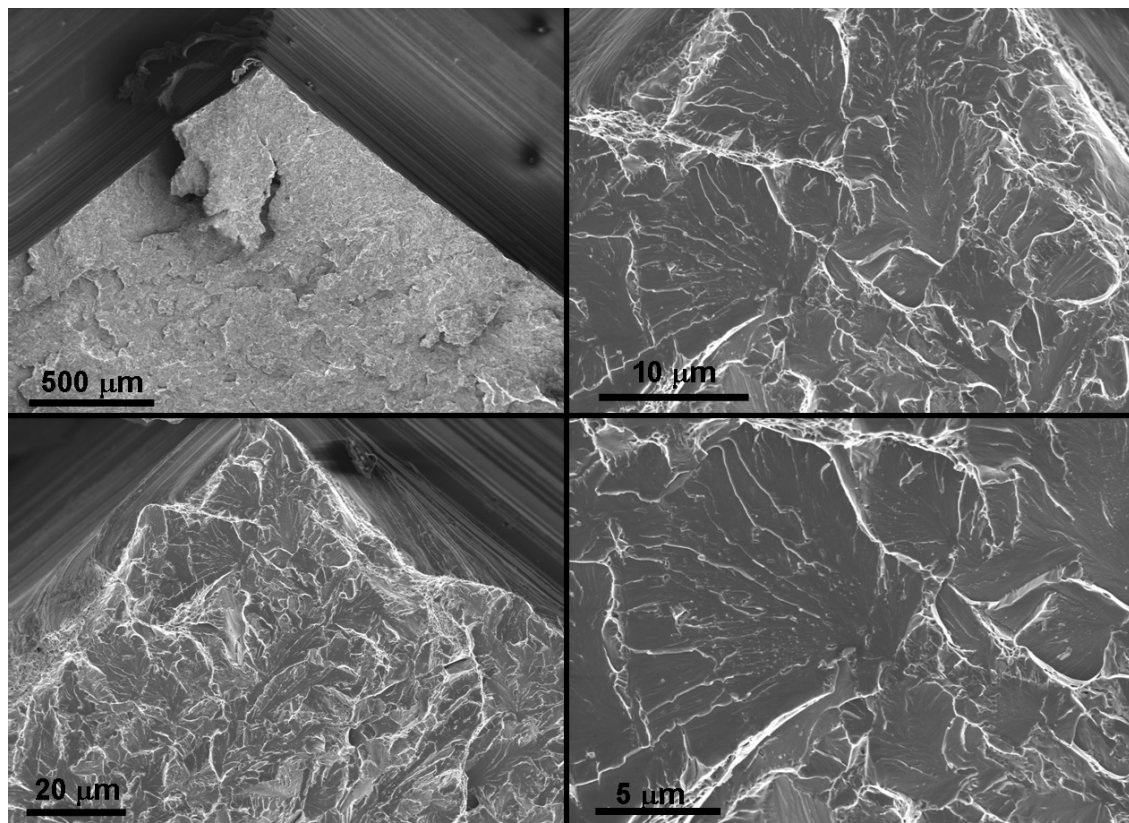


**Fig. III.81** – Macrographie des faciès de rupture après essai Charpy (MBD, température ambiante)

Il a été observé une multifissuration par clivage. Les facettes observées ont des tailles analogues aux anciens grains austénitiques. La rupture est transgranulaire, fragile par clivage dans une certaine partie de l’éprouvette, et ductile à cupules ailleurs. Le faciès présente également une zone de transition entre la partie fragile et la partie ductile à cupules. Dans la zone fragile, il est difficile de repérer des inclusions qui auraient données naissance aux fissures. Toutefois, certaines inclusions ont pu être identifiées par EDX lors des observations au SEM.

Les figures III.83 et III.84 présentent les spectres d’inclusions au cœur des facettes de clivage ou à proximité. Deux types d’inclusions se distinguent par leur taille : des  $Al_2O_3$  mesurant en moyenne  $5\ \mu m$  et des MnS mesurant en moyenne  $1\ \mu m$  de diamètre. Ces précipités semblent donc être responsables de la rupture par clivage. Aucune donnée dans la littérature évoque l’influence des MnS et  $Al_2O_3$  sur la rupture dans les aciers martensitiques à 9%Cr. Toutefois, la littérature indique le rôle important des MnS dans l’amorçage de la rupture fragile, que ce soit celle par clivage (transgranulaire) ou celle intergranulaire (RAOUL, 1999). Les inclusions grossières de type  $Al_2O_3$ , mais aussi de type MnS, sont des concentrateurs locaux de contraintes et l’interface inclusion/matrice présente une faible cohésion en raison d’impuretés fragilisantes : Soufre, Phosphore.

Dans le cas d’un acier 2.25Cr-1Mo, normalisé à  $920^\circ C$  (50 min), austénitisé à  $980^\circ C$  (30 min), revenu à  $650^\circ C$  (2h), la fractographie des faciès après essais type Charpy révèle une rupture ductile lors d’un essai à  $-20^\circ C$ ; une rupture mixte ductile et par clivage lors d’un essai à  $-50^\circ C$  et une rupture entièrement de clivage à  $-150^\circ C$ . Aucune rupture intergranu-



**Fig. III.82** – Pointe de l'entaille de l'éprouvette utilisée pour l'essai Charpy après rupture (SEM-FEG) montrant une rupture transgranulaire par clivage

laire n'a été observée (SONG et al., 2008). En revanche, le même auteur précise qu'après un vieillissement à 480°C pendant 1200h, ce matériau présente des faciès ductile lors d'un test à 10°C ; un faciès mixte intergranulaire et ductile à -50°C ; un faciès intergranulaire à -100°C et un faciès mixte intergranulaire et de clivage à -150°C. Le vieillissement a favorisé la diffusion du P aux joints de grains. Le chapitre suivant présentera l'effet d'un vieillissement statique sur le Grade 91, dont la teneur en P est de 0.007 (% massique).

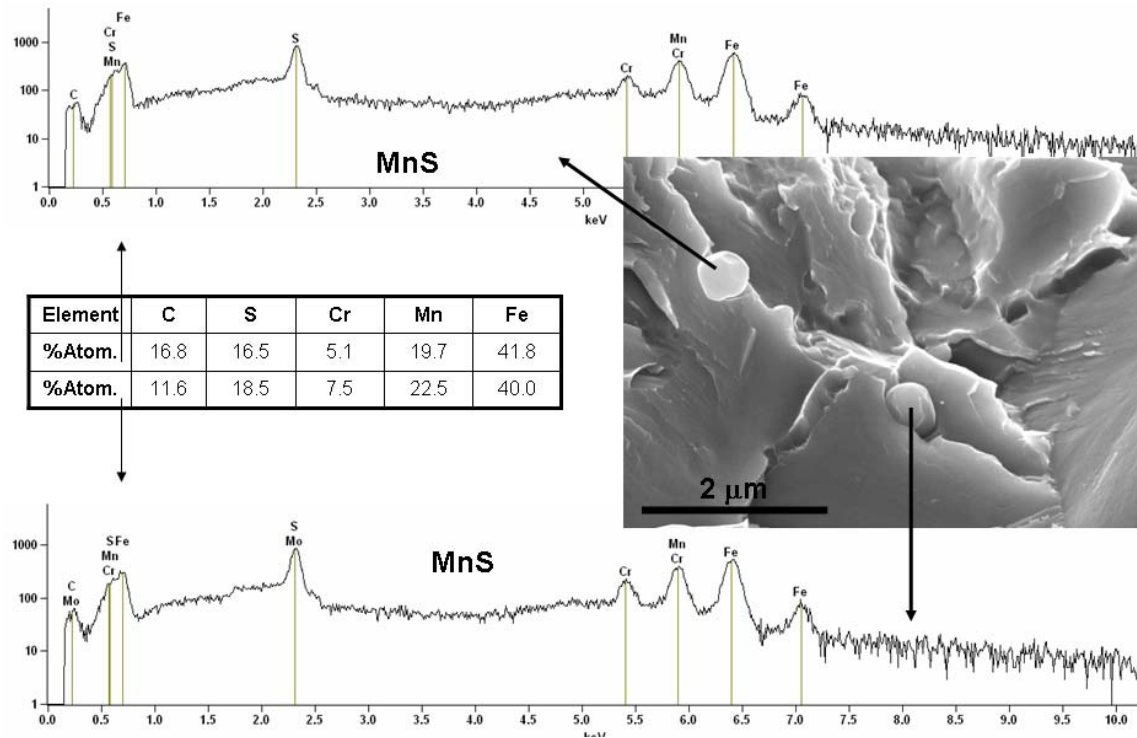


Fig. III.83 – Spectres de MnS dans la zone de clivage

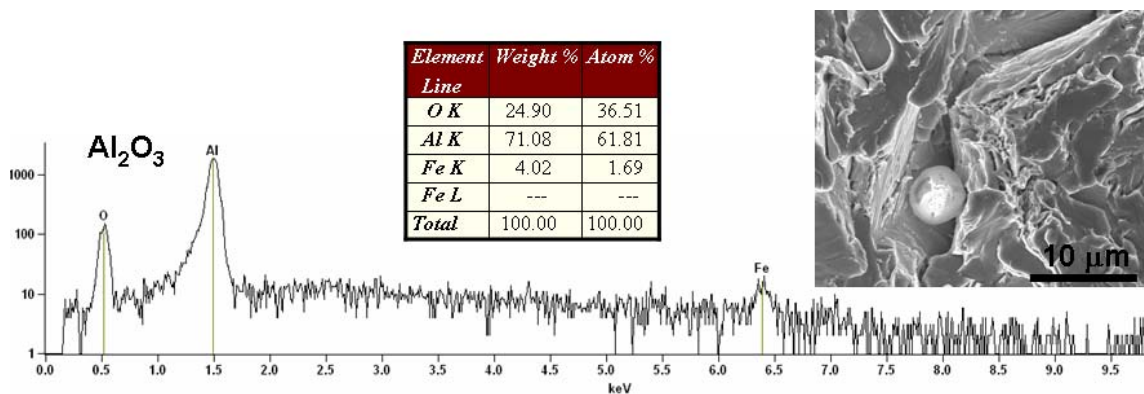


Fig. III.84 – Spectre d'un Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dans la zone de clivage



### III.7.7 Conclusions sur la microstructure du Métal de Base Détensionné

**L**E MÉTAL DE BASE DÉTENSIONNÉ est issu de la même tôle que le Métal de Base Non Détensionné, les deux matériaux ont donc subi le même traitement thermique de normalisation-revenu. Le MBD a, quant à lui, subi un traitement supplémentaire de détensionnement après soudage (PWHT : 750°C, 20h) afin de relaxer les contraintes résiduelles induites. La grande largeur du coupon soudé (600 mm) permet d'avoir une multitude de microstructures, notamment du Métal de Base Détensionné loin de la ligne de fusion.

La composition chimique dans le sens travers du joint reste homogène au Métal de Base, sauf dans la zone fondue qui présente une teneur élevée en Ni et en Mn due à la composition chimique du fil, utilisée dans la technique SAW de soudage. La microstructure du Métal de Base Détensionné est peu différente de celle du MBND : la taille d'ex-grains austénitiques atteint 39  $\mu\text{m}$  contre 24  $\mu\text{m}$  dans le cas du MBND, tout en restant dans la gamme 20-40  $\mu\text{m}$ .

Le Métal de Base Détensionné présente une dureté de 206HV0.5 contrairement aux 208HV0.5 du métal MBND, sur une moyenne de 100 indentations dans le sens de l'épaisseur.

Les observations au SEM et au TEM sur répliques extractives permettent de conclure à une légère augmentation en taille des précipités rencontrés. Les  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ , pour les plus gros, avoisinent 300 nm alors que les plus gros des MX atteignent 60 nm. Les carbures ont une géométrie plutôt en forme de disques alors que les MX se présentent sous forme de sphères. Il n'a pas été observé d'autres précipités que les types évoqués dans la caractérisation du Métal de Base Non Détensionné. Certains V-Wings sont encore présents, mais leur nombre est marginal.

### III.7.8 Ce qu'il faut retenir sur le MBD ...

#### 1. MICROSTRUCTURE

- Le Joint Soudé étudié a subi un traitement de normalisation-revenu respectivement à 1070°C (4h) et 760°C (5h) puis un traitement de détensionnement post-soudage de 750°C pendant 20h pour relaxer les contraintes dues au soudage.
- En raison de la grande largeur de la tôle soudée, le matériau étudié possède deux zones de Métal de Base Détensionné (MBD) de part et d'autre de la ligne de fusion.
- Le traitement PWHT ne modifie pas la microstructure du MBD par rapport au MBND en termes de précipitation et de dureté. Cette dernière atteint 206HV0.5. Toutefois, la dimension de la sous-structure a légèrement augmentée; les sous-grains ont grossi sous l'effet de la température. La taille de grains  $\gamma$  reste dans la plage de 20 à 40  $\mu\text{m}$ .
- La microstructure du MBD se présente, comme pour le MBND, sous la forme d'une martensite en lattes revenue avec une hiérarchisation de la sous-structure dont les joints sont mis en évidence par des précipités dont la nature reste identique à celle du MBND.

#### 2. PRÉCIPITÉS ET INCLUSIONS

- Les précipités sont identiques à ceux observés lors de la caractérisation du Métal de Base Non Détensionné. Les joints de la sous-structure (lattes, blocs, paquets, anciens grains) sont toujours le lieu de germination de précipités riches en Chrome  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ . Les MX de taille légèrement plus grosse que dans le cas MBND sont toujours présents en intralatte. Leur composition chimique a un peu évolué mais ils se répartissent majoritairement entre le type Nb(C,N) et le type VN.
- Des essais de chocs dans le domaine fragile ont montré, hormis une rupture transgranulaire signe d'une excellente résistance des joints, l'existence d'inclusions de type  $\text{Al}_2\text{O}_3$  d'environ 5 à 10  $\mu\text{m}$  de diamètre moyen et de type MnS d'environ 1 à 5  $\mu\text{m}$  de diamètre moyen.



---

## Chapitre -IV-

# Comportement et microstructure du Métal de Base

---

L'objectif de ce chapitre est de caractériser le comportement mécanique du matériau de référence Métal de Base Détensionné extrait de la tôle de Joint Soudé et de décrire l'évolution métallurgique de cet acier à 500°C, après des essais de traction et de fluage. Concernant le Métal de Base MBND, une étude a été réalisée sur l'évolution de la microstructure après vieillissement statique. Les techniques de caractérisation de microstructure employées lors de l'étude sur les matériaux de base avant essai sont reprises dans ce chapitre.

La campagne d'essais de fluage sur le matériau MBD a été réalisée à EDF Les Renardières. Une série d'essais de traction a également été réalisée aux Renardières en complément d'une première série réalisée au Centre des Matériaux. Enfin, des échantillons de Métal de Base MBND ont été vieillis par le CEA Saclay jusqu'à 12 208h (500°C).

### Sommaire

---

<b>IV.1</b>	<b>Vieillissement thermique du MBND</b>	<b>103</b>
IV.1.1	Causes et effets sur l'évolution métallurgique	103
IV.1.2	A l'échelle du grain	104
IV.1.3	A l'échelle du sous-grain	104
IV.1.4	A l'échelle de la dislocation	106
IV.1.5	Analyses EBSD	107
IV.1.6	Précipitation	111
IV.1.7	Evolution de la dureté	115
IV.1.8	Conclusions sur le vieillissement thermique du MBND	115
<b>IV.2</b>	<b>Comportement mécanique en traction</b>	<b>115</b>

IV.2.1	Propriétés mécaniques du Métal de Base Non Détensionné . . .	115
IV.2.2	Propriétés mécaniques du Métal de Base Détensionné . . . . .	116
IV.2.3	Conclusions sur le comportement en traction . . . . .	128
<b>IV.3</b>	<b>Comportement mécanique en fluage . . . . .</b>	<b>129</b>
IV.3.1	Fluage négligeable . . . . .	129
IV.3.2	Etat de l'art sur l'évolution de la microstructure . . . . .	129
IV.3.3	Courbes de fluage . . . . .	131
IV.3.4	Propriétés mécaniques liées au fluage . . . . .	136
IV.3.5	Observation des faciès de rupture . . . . .	137
IV.3.6	Observations de la microstructure . . . . .	142
IV.3.7	Profil de microdureté . . . . .	152
IV.3.8	Conclusions sur le comportement en fluage . . . . .	152
<b>IV.4</b>	<b>Modélisation du comportement en fluage . . . . .</b>	<b>154</b>
IV.4.1	Etapas du dépouillement . . . . .	154
IV.4.2	Hypothèses et Limites de la modélisation . . . . .	154
IV.4.3	Loi de comportement . . . . .	154
IV.4.4	Loi d'écoulement . . . . .	155
IV.4.5	Temps à rupture . . . . .	157
IV.4.6	Conclusions sur le modèle phénoménologique du Grade 91 flué .	158
<b>IV.5</b>	<b>Conclusions sur le comportement mécanique et l'évolution de la microstructure du Métal de Base . . . . .</b>	<b>159</b>
<b>IV.6</b>	<b>Ce qu'il faut retenir sur le comportement mécanique et l'évo- lution de la microstructure du Métal de Base ... . . . . .</b>	<b>160</b>

---

## IV.1 Vieillissement thermique du MBND

L'objectif de cette section est d'étudier l'évolution de la microstructure du Métal de Base MBND, avant une sollicitation de type fluage, mais après un vieillissement statique (purement thermique donc) jusqu'à 12 208h à 500°C. Le CEA de Saclay a réalisé des essais de vieillissement statique sur des éprouvettes extraites d'un coupon de Métal de Base MBND avant d'entreprendre des essais Charpy sur ces échantillons vieillis. Le Centre des Matériaux a eu l'opportunité de recevoir des demi-éprouvettes Charpy rompues afin d'étudier l'évolution métallurgique du Grade 91 vieilli.

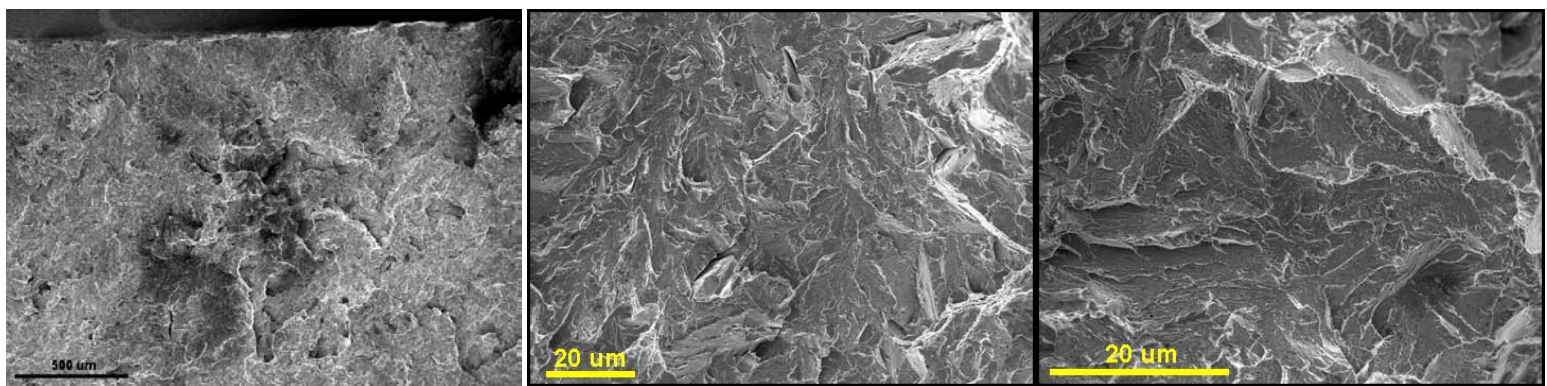
### IV.1.1 Causes et effets sur l'évolution métallurgique

**Les effets** D'après PAUL (PAUL et al., 2008) et HARRELSON (HARRELSON et al., 1986), le vieillissement thermique à 500°C engendre une dégradation des propriétés du matériau en choc Charpy :

- Diminution de la valeur de l'énergie du plateau supérieur (upper shelf energy)
- Augmentation de la température de transition ductile-fragile
- Détérioration de la ténacité

**Les causes** Ces événements sont principalement dus à une évolution métallurgique des carbures, à une précipitation de phases intermétalliques ainsi qu'à la ségrégation d'éléments tels que P, As, Sn aux anciens joints de grains austénitiques. Le Grade 91 est donc potentiellement sujet à la fragilisation au cours du service. Le cas du phosphore a été notamment étudié par SONG dans un 2.25Cr-1Mo (SONG et al., 2008). Le traitement thermique de son matériau comprenait une normalisation à 920°C (50 min), une austénitisation à 980°C (30 min) et un revenu à 650°C (2 h). Différents vieillissements ont été mis en place, de 480°C à 560°C pour une durée maximale de 3500h. L'acier d'étude, contenant 0.007% de P, a l'avantage d'être moins sensible à la ségrégation du P dans les joints de grains contrairement au 2.25Cr-1Mo.

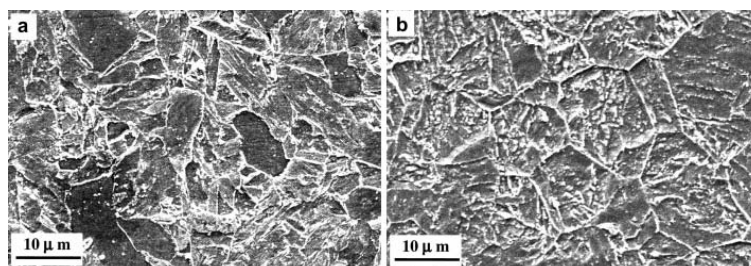
La figure IV.1 présente différents clichés du faciès de rupture de l'éprouvette Charpy testée (pas d'information concernant la température d'essai). Conformément à ce qui a été évoqué précédemment, la rupture est transgranulaire fragile par clivage. La dimension des facettes de clivage correspond à la taille moyenne des anciens grains austénitiques.



**Fig. IV.1** – Faciès de rupture d'une éprouvette Charpy de métal MBND vieilli (500°C, 12 208h)

### IV.1.2 A l'échelle du grain

La figure IV.2 montre la microstructure d'échantillons vieillis à 500°C pendant 500 et 10 000h. Le matériau est un Grade 91 normalisé à 1060°C (1h) et revenu à 750°C (1h) et se présente sous forme d'une plaque de 12 mm d'épaisseur. La distinction des anciens joints de grains austénitiques est aisée (repérables par ces lignes brisées bien marquées). La distinction des paquets l'est plus ou moins. Les attaques chimiques réalisées sur ces échantillons sont différentes en termes de temps. La durée de l'attaque chimique est plus longue sur la surface de l'échantillon vieilli à 10 000h que celle de l'échantillon vieilli 500h. L'attaque chimique conditionne la lecture de la microstructure, mais néanmoins ces clichés montrent que la structure en lattes est toujours présente même après 10 000h de vieillissement à 500°C.

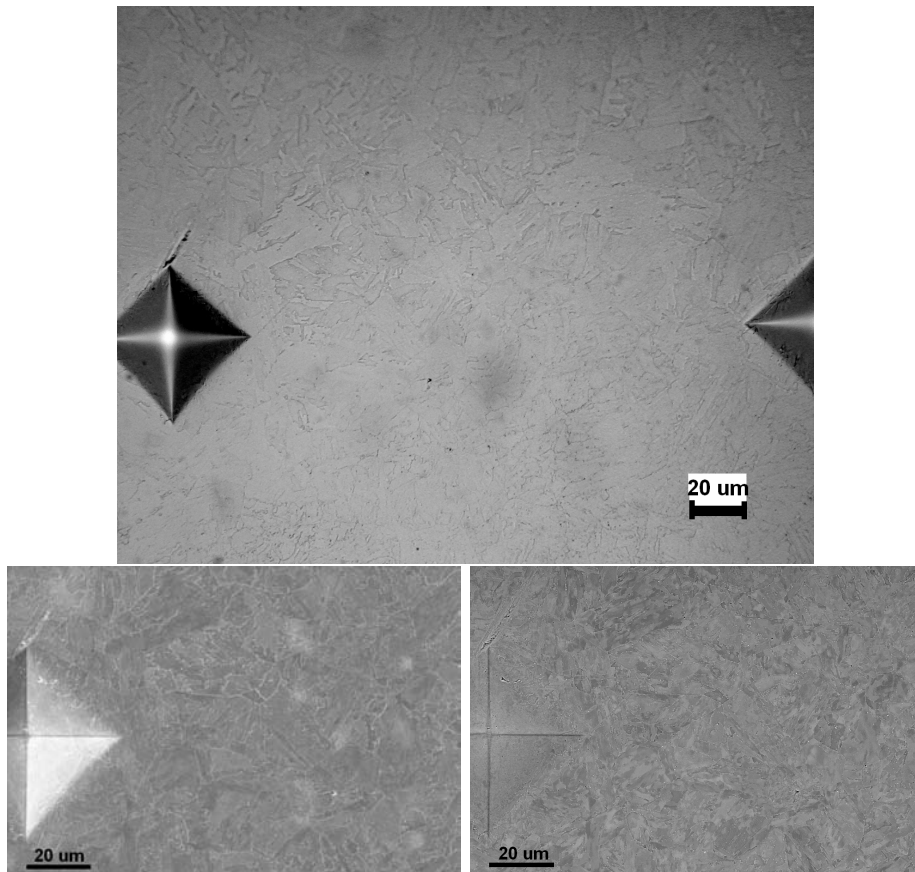


**Fig. IV.2** – Microstructures observées au SEM après un vieillissement à 500°C pendant (a) 500h; (b) 10 000h (PAUL et al., 2008)

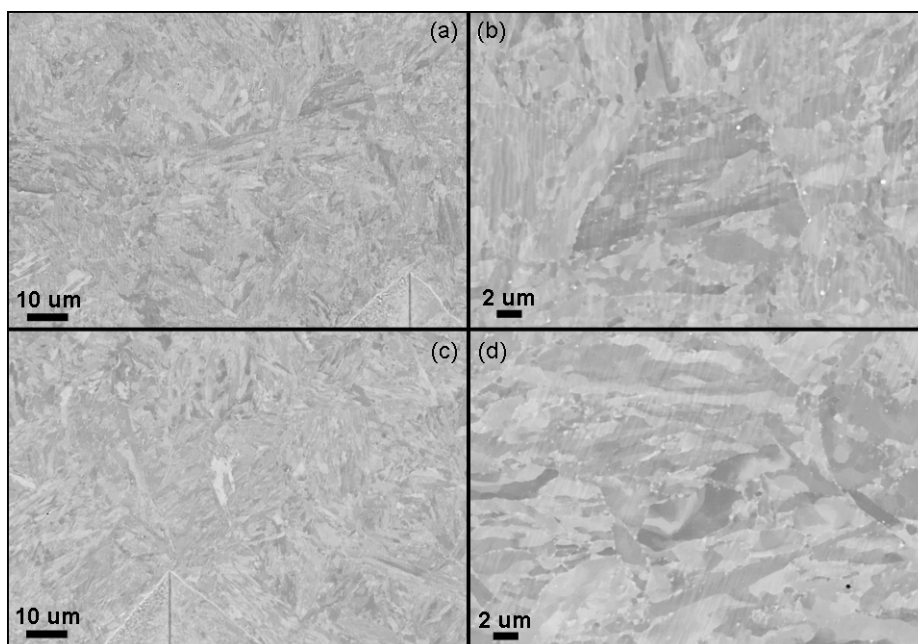
Plus précisément, les observations sur le matériau MBND vieilli par le CEA jusqu'à 12 208h sont rapportées dans la suite. Un échantillon de ce matériau a été poli jusqu'à l'emploi de silice colloïdale et a subi une très légère attaque chimique au réactif de Villela pour révéler la microstructure sans perdre l'information du contraste chimique. La figure IV.3 présente la microstructure loin du faciès de rupture après essai Charpy (2 cm) d'une zone observée au microscope optique et la figure IV.4 présente cette microstructure au SEM aux électrons rétrodiffusés.

### IV.1.3 A l'échelle du sous-grain

Pour compléter les informations de la section précédente, des clichés à plus fort grandissement sont nécessaires. Certaines zones de la sous-structure ont grossi sous l'influence du traitement thermique lorsqu'elles sont comparées à la sous-structure avant vieillissement (cf. figure IV.4). Certaines lattes de martensite, de largeur initiale de  $0.5\ \mu\text{m}$ , ont laissé leur place aux sous-grains qui atteignent une largeur de  $2\ \mu\text{m}$  pour les plus gros. Ces lattes ont coalescé et la forme allongée des lattes disparaît au profit des sous-grains équiaxes. En revanche, ces observations sont assez marginales et ne concernent pas toute la matrice. Ainsi, la microstructure n'évolue globalement pas sensiblement.



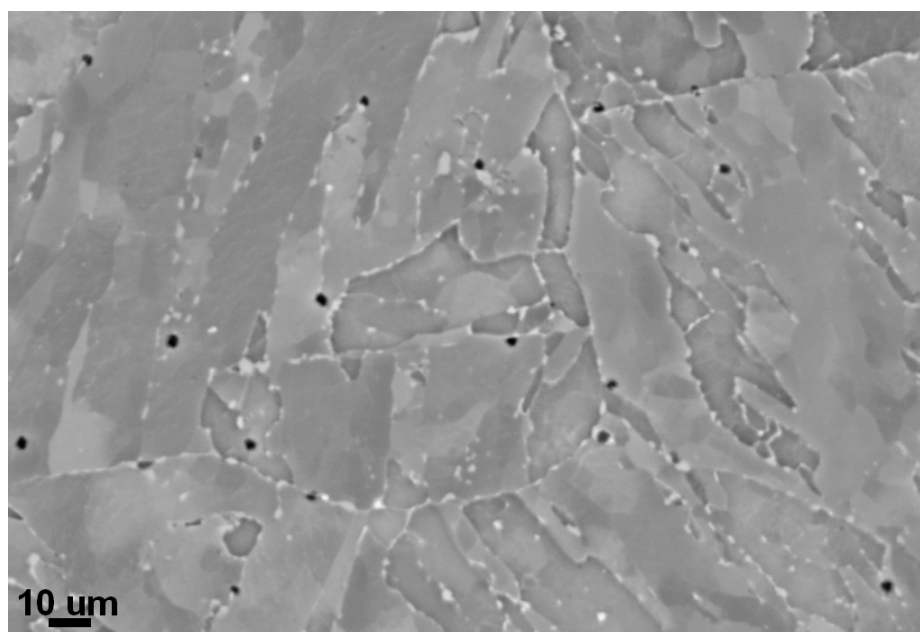
**Fig. IV.3** – Microstructure observée au microscope optique, au SEM-SE et SEM-BSE après un vieillissement à 500°C pendant 12 208h (polissage OPS, attaque chimique au Villela)



**Fig. IV.4** – Evolution des sous-grains après vieillissement statique à 500°C pendant 12 208h (SEM-BSE) : (a) et (b) Matériau non vieilli ; (c) et (d) Matériau vieilli



La microstructure du matériau vieilli présente certaines porosités contrairement au matériau non vieilli. Le cliché de la figure IV.5 illustre cette présence lors d'observations en mode SEM-BSE à fort grandissement. Ces porosités sont présentes à tous types de joint (blocs, paquets, lattes), il n'y a donc pas de lieu privilégié. Ces porosités ne peuvent pas être dues à un endommagement puisque le matériau est vieilli statiquement. En revanche, il est probable qu'en raison de la croissance des précipités, leur cohésion à la matrice est inférieure à celle des plus petits. Aussi, lors du polissage, ces précipités peuvent avoir été arrachés. La taille des porosités observées coïncide avec celle des plus gros précipités rencontrés. Une autre explication de l'apparition de ces porosités est la condensation de lacunes puisqu'elles sont localisées aux joints. Les joints sont des voies privilégiées de la diffusion, donc ils peuvent favoriser la migration des lacunes.

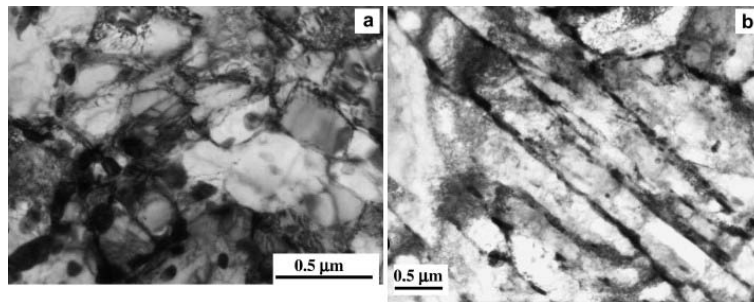


**Fig. IV.5** – Détails de la microstructure du Grade 91 MBND vieilli pendant 12 208h à 500°C (SEM-BSE)

#### IV.1.4 A l'échelle de la dislocation

Le choix a été fait de pas entreprendre les observations de nos échantillons à une échelle plus fine. Toutefois, des données bibliographiques permettent de compléter nos observations à l'échelle de la dislocation.

Les observations au TEM de (PAUL et al., 2008) confirment ce qui avait été conclu à partir des observations SEM. La structure en lattes est conservée. De plus, dans les sous-grains, les dislocations de plus en plus libres sous l'effet de la température se rassemblent entre elles pour former des murs de dislocations et donner naissance à des cellules de polygonisation (cf. figure IV.6). A l'intérieur de ces cellules, la densité de dislocations est très faible. La matrice se restaure ce qui engendre macroscopiquement une diminution de la dureté. D'après (PAUL et al., 2008), les joints de fortes désorientations semblent toutefois être résistants à cette réorganisation contrairement aux joints de faibles désorientation. Il n'est pas possible de comparer la microstructure vieillie avec celle non vieillie car l'auteur ne fournit pas cette dernière.



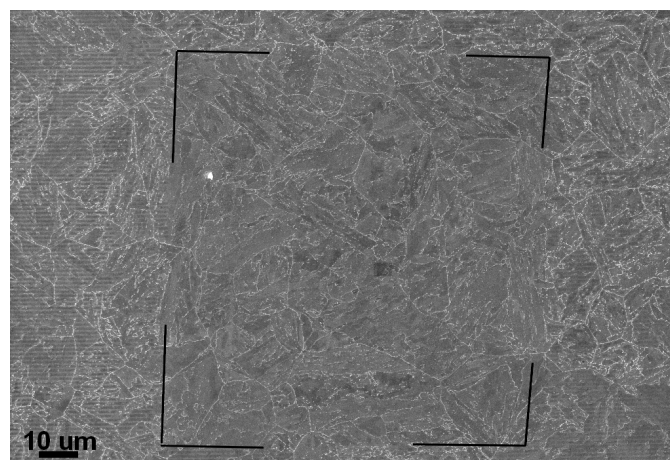
**Fig. IV.6** – Microstructures observées au TEM (champ clair sur lames minces) après un vieillissement à 500°C pendant 10 000h : (a) Cellules de polygonisation ; (b) Structures en lattes (PAUL et al., 2008)

#### IV.1.5 Analyses EBSD

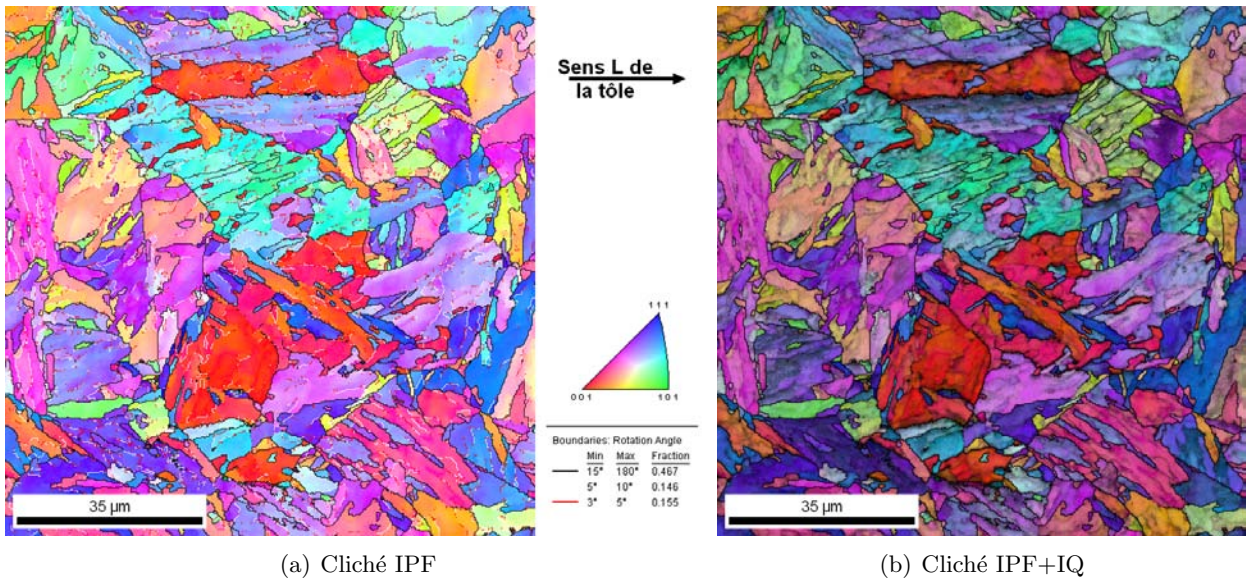
Des analyses EBSD ont été réalisées au Centre des Matériaux sur les échantillons vieillis au CEA. Les détails de fonctionnement et les définitions (grains, types de clichés,...) sont rappelés en annexe A.4.

Les analyses EBSD mettent en évidence les joints de faible désorientation. Afin de repérer la zone d'analyse EBSD, le matériau a été légèrement attaqué après analyse au réactif Villela. La microstructure est alors révélée sans avoir supprimé la contamination due au temps d'acquisition des spectres de diffraction. La figure IV.7 est le résultat d'une observation au SEM en mode électrons secondaires.

De petites cellules de polygonisation sont identifiées sur la figure IV.8, les montrant dans les vestiges de lattes et quelques sous-grains qui ont grossi. Cette figure donne les orientations de chaque grain identifié comme tel par le logiciel d'analyse. Les joints sont également superposés sur ce cliché avec une couleur différente suivant le niveau de désorientation. Si on superpose le cliché IPF et le cliché IQ, on ajoute une information de la microstructure sur les grains du cliché EBSD. L'ensemble de ces informations permet de mettre en évidence ces sous-grains. Ces sous-grains sont entourés par des joints de forte désorientation. Des sous-joints apparaissent dans les lattes et sont visibles surtout grâce à la superposition du cliché IQ sur le cliché IPF. Ce sont des joints de très faible désorientation (inférieure à 3°).

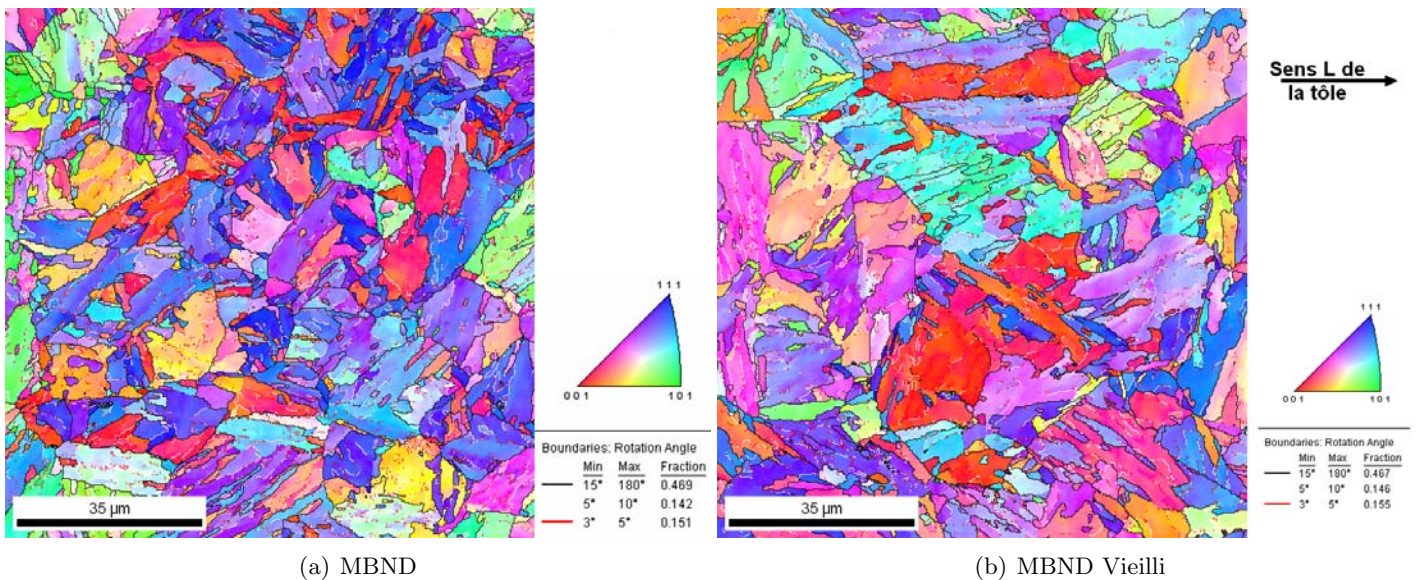


**Fig. IV.7** – Cliché de repérage de la zone d'analyse (SEM-SE)



**Fig. IV.8** – Cartographie des orientations dans le Grade 91 vieilli 12 208h à 500°C

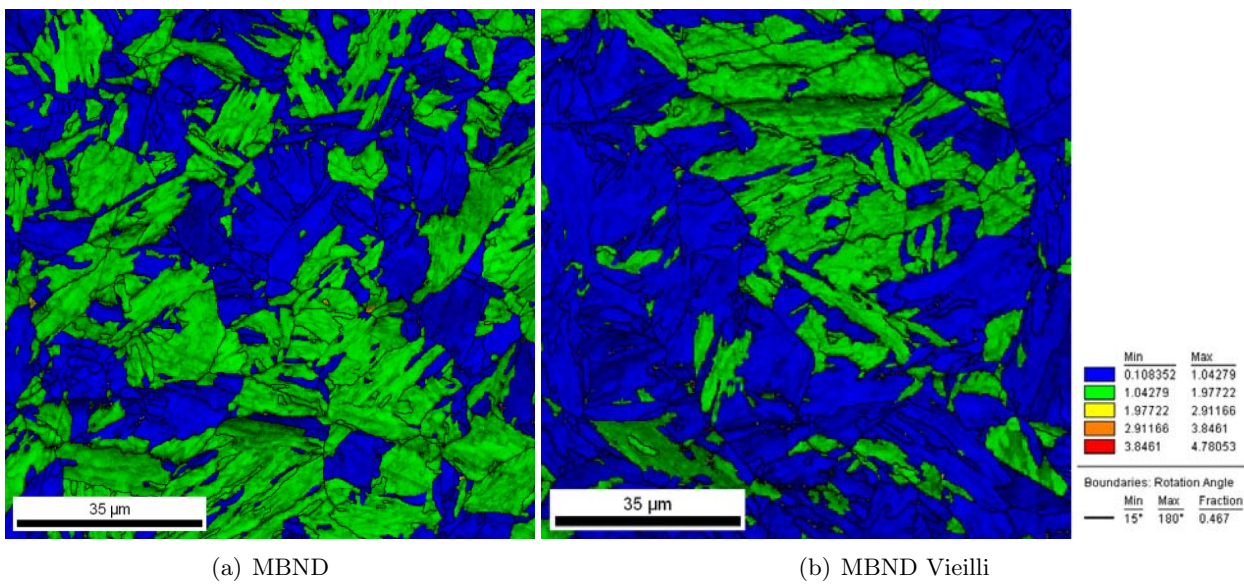
La figure IV.9 permet de déterminer l'évolution de la microstructure d'un Grade 91 vieilli par rapport à celle avant vieillissement thermique. Avant vieillissement, les blocs et paquets sont bien identifiables ; après vieillissement, ils le sont beaucoup moins. Mais peu de changement de microstructure est noté.



**Fig. IV.9** – Cartographie des orientations dans le Grade 91 non vieilli et vieilli 12 208h à 500°C

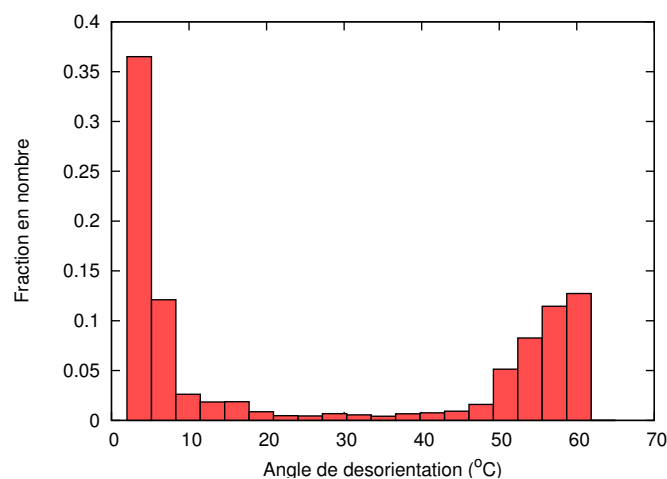
Le vieillissement agit sur la microstructure en termes de diminution des désorientations internes (cf figure IV.10). La proportion de grains de désorientation d'au plus 1° dans le métal vieilli est supérieure à celle dans le matériau de réception. La définition du calcul de la désorientation moyenne dans un grain est rappelée en annexe A.4.

Lorsqu'il est rassemblé sur un histogramme les angles de désorientation, une forte proportion de petits angles (environ 5°) et une proportion élevée de grands angles (environ 55°)



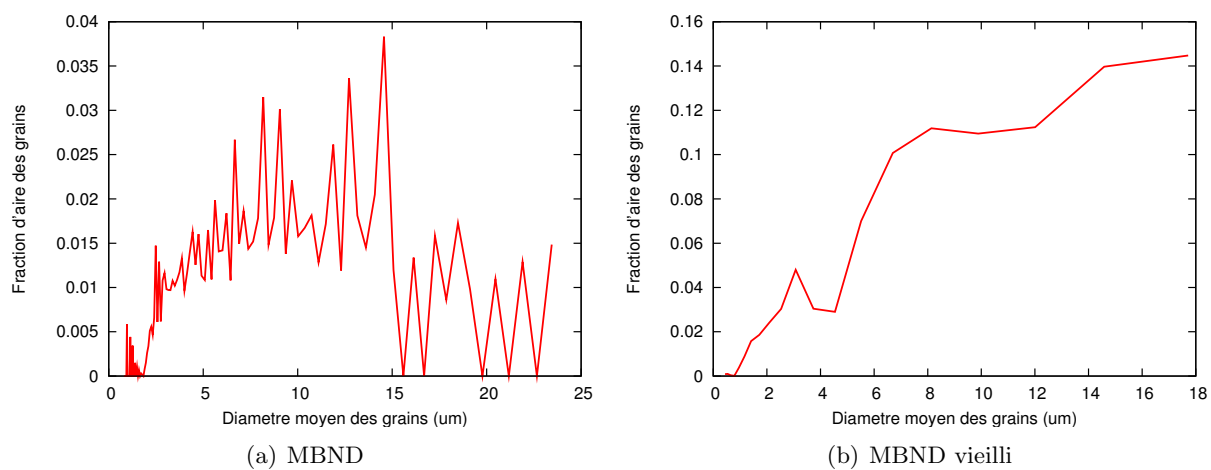
**Fig. IV.10** – Cartographie des désorientations internes du MBND non vieilli et vieilli 12 208h à 500°C, superposition du cliché IQ

sont identifiés. Ces pics correspondent aux différents types de joints. Les angles d'environ 30°, où aucun pic n'apparaît, concernent les joints d'ex-grains austénitiques ou quelques erreurs d'indexation. L'échantillon vieilli ne contient pas d'ex-grains austénitiques. L'histogramme pour le matériau non vieilli n'est pas donné ici mais est semblable à celui du matériau vieilli.



**Fig. IV.11** – Répartition des angles de désorientations internes dans le Grade 91 vieilli 12 208h à 500°C

La répartition du diamètre moyen des grains de la figure IV.12 évoque une croissance de la sous-structure si elle est comparée à celle notamment du métal MBND. Sur la fenêtre d'analyse, la taille moyenne d'un ex-grain austénitique n'est pas atteinte; ce sont surtout le diamètre moyen des grains au sens OIM qui est comptabilisé. Il est reconnu d'après (MORITO et al., 2003) que la résistance des aciers austénitiques est fortement liée à la taille des paquets (groupes de blocs) et des blocs (ensembles de lattes). Il semblerait que la morphologie et la cristallographie des lattes soient également d'une grande importance.

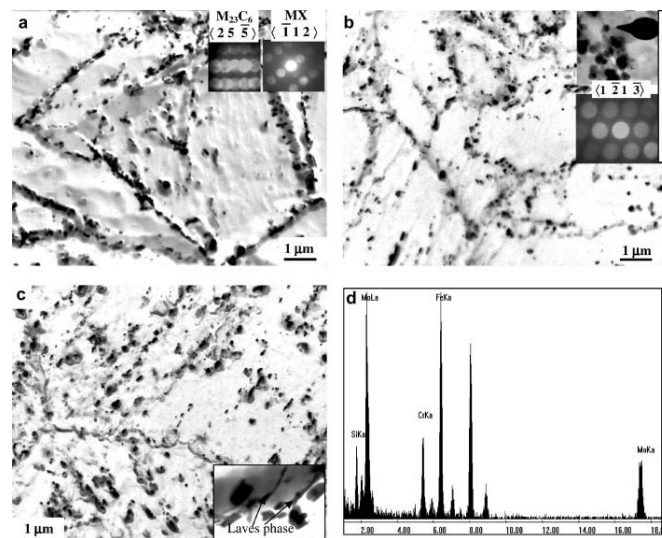


**Fig. IV.12** – Répartition de la taille de grains dans le Grade 91 non vieilli et vieilli 12 208h à 500°C

### IV.1.6 Précipitation

Les observations de PAUL montrent l'existence de phases de Laves après 5000 h de vieillissement statique à 500°C (cf. figure IV.13) ce qui est assez intéressant puisque peu de références rapportent leur existence après des temps d'exposition si courts (PAUL et al., 2008). Toutefois, l'article manque de détails sur ces phases en termes de taille, de forme géométrique et de lieu préférentiel de germination. Ces phases sont des précipités intermétalliques riches en Fe, Mo avec une teneur non négligeable en Si. Elles semblent précipiter majoritairement aux ex-joints de grains  $\gamma$ . Leur précipitation est responsable de l'appauvrissement de la matrice en éléments durcissants tels que le Mo et peut être liée également à la diminution de la ténacité. Ces phases de Laves peuvent être considérées comme sites potentiels d'amorçage de fissures engendrant une rupture intergranulaire, lorsqu'elles sont de grande dimension facilitant la décohésion avec la matrice environnante. Ces phases contribuent à la résistance au fluage quand elles sont encore de petites tailles, mais grossissent rapidement et deviennent donc néfastes à la résistance au fluage.

L'effet du traitement thermique de vieillissement se traduit visiblement par une précipitation plus marquée d'après les observations de la figure IV.13, une croissance et une coalescence des précipités primaires. Des répliques extractives au carbone n'ont pas pu être menées jusqu'au bout malgré de nombreuses tentatives d'extraction, donc aucun résultat sur le matériau de l'étude ne peut être exposé.

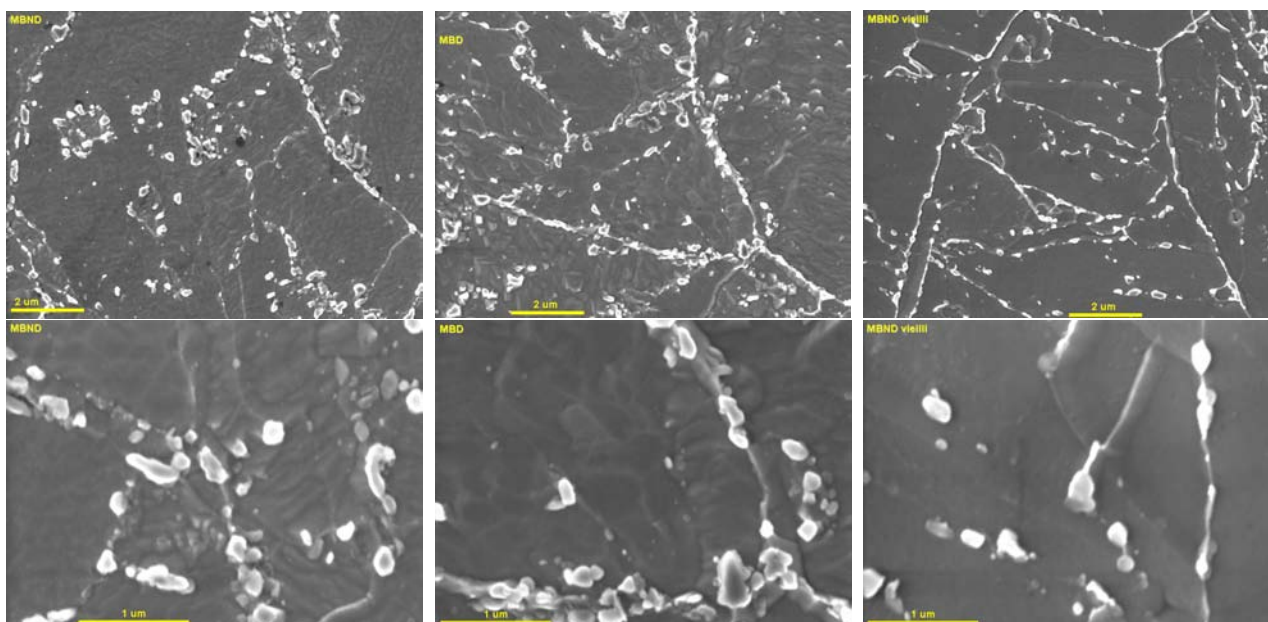


**Fig. IV.13** – Distribution des carbures après vieillissement à 500°C pendant (a) 1000h ; (b) 5000 h ; (c) 10 000h ; (d) spectre d'une phase de Laves (PAUL et al., 2008)

En revanche, des observations sur le matériau massif vieilli transmis par le CEA ont été réalisées au Centre des Matériaux. La précipitation en termes de nature, densité et taille des secondes phases du matériau vieilli est relativement proche de celle du matériau non vieilli MBND et de celle du matériau MBD ayant subi un traitement PWHT (cf. figure IV.14). Les analyses EDX réalisées sur l'échantillon massif vieilli (cf. figure IV.15) ne permettent pas de déterminer avec précision l'existence de phases de Laves. Cette figure présente différents spectres de carbures  $M_{23}C_6$  et de MX ainsi que le spectre de la matrice, riche en Cr, Fe, C et Mo. La matrice présente un faible pic de Si, ce qui rend difficile la reconnaissance des phases de Laves. En revanche, des observations STEM ont été réalisées (comme on le verra plus tard dans ce chapitre) sur des répliques extractives de matériau MBD flué jusqu'à 4317 h. Ces analyses ont montré l'existence de protubérances de phases

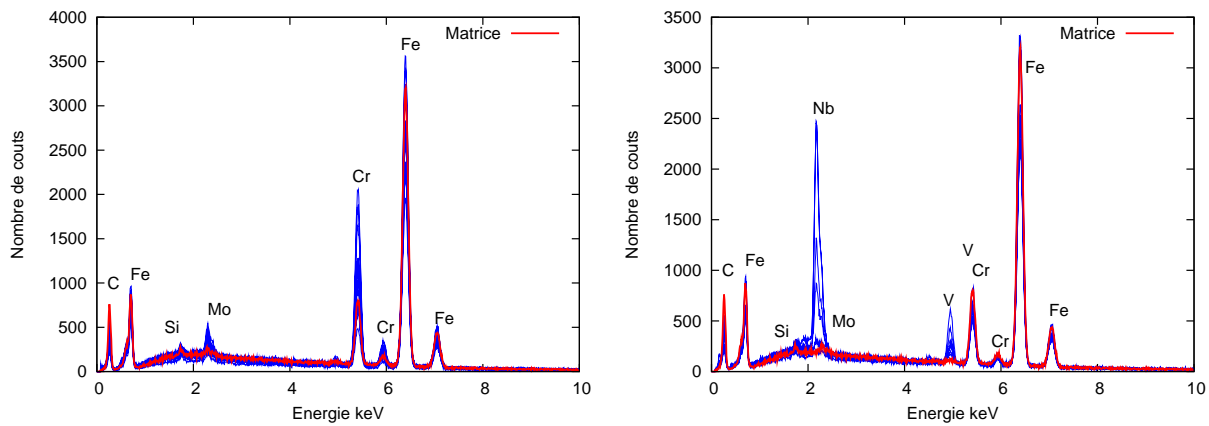
de Laves dont l'identification a été faite grâce aux teneurs en Mo et en Fe obtenues par EDX (cf. figure IV.16). Il est donc fort possible que le matériau vieilli à 12 208h possède quelques phases de Laves lorsque certains clichés issus du matériau vieilli sont comparés à celui du matériau flué. Les indications de présence possible de phases de Laves en cours de croissance sont données par des flèches sur le cliché de gauche de la figure IV.16 dans le cas du matériau MBND vieilli.

Les observations de GAFFARD après un vieillissement d'un T91 à 450°C jusqu'à 10 000h n'ont pas mis en évidence de phases de Laves, contrairement aux observations réalisées sur des éprouvettes fluées jusqu'à 2035 h à 550°C et jusqu'à 2801 h à 450°C. D'autre part, les diamètres moyens de précipités semblent avoir quelque peu augmenté que ce soit pour les MX atteignant pour les plus gros 1  $\mu\text{m}$ , ou pour les carbures  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  atteignant pour les plus gros 600  $\mu\text{m}$ . Dans les observations de (HOMOLOVA et al., 2003), des phases de Laves ont été identifiées après 1000 h de vieillissement statique à 580°C sur un Grade 91 austénitisé à 1050°C (1h) et revenu à 750°C (2h). Le tableau IV.1 donne la composition moyenne de chaque type de précipités analysés par HOMOLOVA. De plus, il est rappelé dans ce tableau la teneur en éléments chimiques dans le cas d'un matériau Grade 91 avant vieillissement (SAWADA et al., 2008).



**Fig. IV.14** – Microstructure d'échantillons massifs de métal MBND, MBD et MBND vieilli à 500°C pendant 12 208h (SEM-FEG)

Sur les spectres présentés sur la figure IV.15 une quantification de la composition chimique des précipités analysés peut être réalisée sachant qu'elle sera moins fine que celle pouvant être déterminée lors d'analyses EDX sur des répliques extractives au carbone observées au MET. Les analyses sur répliques donnent une information de la teneur en éléments en s'affranchissant de la matrice, contrairement aux analyses faites sur échantillons massifs. Le tableau IV.1 dresse les teneurs moyennées issues de 28 spectres d'analyses. Le Carbone est un élément léger donc difficilement quantifiable et l'analyse elle-même entraîne une contamination en carbone. Par curiosité, sa teneur a été quantifiée. On ne cherche pas à déterminer une stœchiométrie des éléments, mais plus à mettre en lumière les éléments majoritaires dans les entités analysées. Si une stœchiométrie était recherchée, évidemment le Carbone n'aurait pas été quantifié car il biaise les résultats des autres éléments. Le Silicium est un élément facilement détectable d'autant plus que le matériau en contient



**Fig. IV.15** – Superposition des spectres de  $M_{23}C_6$  (gauche) et de MX (droite), spectro-métrie en dispersion d'énergie des rayons X (SEM-FEG)

0.2% initialement. La matrice contient du Fer, du Chrome, du Molybdène et du Silicium, donc les carbures  $M_{23}C_6$  sont déterminés principalement grâce à leur pic de Cr. Pour les MX, la distinction peut se faire grâce à leur pic de Nb et de V. Les deux types de MX se différencient par les teneurs différentes en Nb et V plus ou moins élevées. Globalement, les analyses EDX réalisées au SEM sur des échantillons massifs tiennent compte énormément de la matrice en raison de la poire d'interaction assez grande ( $1 \mu m^3$ ). Il est donc difficile d'analyser la composition chimique de précipités de taille inférieure à 200 nm. La composition moyenne de chaque type de précipités est présentée dans le tableau IV.1 ayant été déterminée par analyses EDX. Ces analyses ont été effectuées sur des répliques extractives au carbone pour les données issues de la littérature et sur des échantillons massifs pour les données de la présente étude.

Type	C (K $\alpha$ )	Si (K $\alpha$ )	Cr (K $\alpha$ )	Fe (K $\alpha$ )	Mo (L $\alpha$ )	Nb (L $\alpha$ )	V (K $\alpha$ )	Références
Viellissement 500°C / 12 208h (analyses sur échantillons massifs)								
$M_{23}C_6$	5.68	0.33	16.03	75.97	1.99	-	-	
Matrice	10.04	0.26	9.97	79.01	0.72	-	-	
MX	5.95	0.07	8.18	77.47	-	5.40	2.92	
Viellissement 580°C / 1000h à 5000h (analyses sur répliques extractives)								
$M_{23}C_6$	-	-	65-75	18-29	0-9	-	-	[1]
MX	-	-	2-10	0-3	-	70-87	11-20	
Laves	-	-	11-30	0-11	-	0-20	44-86	
	-	6-15	8-13	40-49	30-37	-	-	
Etat de réception (analyses sur répliques extractives)								
$M_{23}C_6$	-	0.09	57.73	29.42	10.01	1.75	0.09	[2]
Nb(C,N)	-	0.19	2.13	1.44	-	89.83	6.40	
V(C,N)	-	0.27	15.12	1.78	-	14.47	68.36	

**Tab. IV.1** – Composition moyenne (% massique) en éléments métalliques dans un Grade 91 vieilli (500°C, 12 208h) (cette étude) et extraite de la littérature : [1] : (HOMOLOVA et al., 2003) ; [2] : (SAWADA et al., 2008)



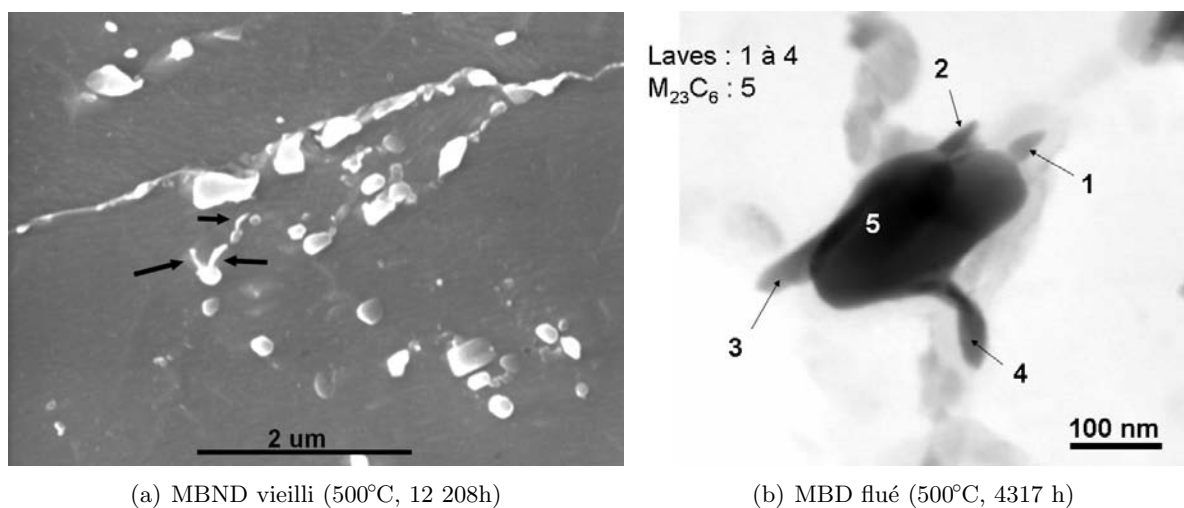


Fig. IV.16 – Suspicion de phases de Laves

### IV.1.7 Evolution de la dureté

Dans l'étude de (PAUL et al., 2008), la dureté initiale est de 240 HV10 après un traitement thermique de normalisation-revenu 1060°C (1h) - 750°C (1h). Après vieillissement à 500°C pendant 500 h, la dureté atteint 249 HV10, 247 HV10 après 1000 h de vieillissement. Le fait que la dureté augmente après le vieillissement est assez étrange, toutefois certains auteurs comme SONG (SONG et al., 2008) pourraient considérer une augmentation de 9HV0.5 comme négligeable. On peut admettre ce point puisque cette valeur est proche de la valeur de l'écart-type des mesures effectuées dans cette étude. D'autres études ont montré une diminution attendue de la dureté après vieillissement statique (SANCHEZ-HANTON and THOMSON, ).

Le CEA a fourni, en plus d'un échantillon vieilli de Métal MBND, un échantillon de Métal MBND à l'état de réception issu du même coupon que l'échantillon vieilli. Pour une parfaite comparaison, la référence en termes de microdureté sera la valeur de l'échantillon non vieilli testé par le CEA. Dans les deux cas, sur la surface de normale sortante coïncidant avec la direction L, une ligne d'environ 70 indentations a été réalisée. La moyenne et l'écart-type de ces lignes pour les deux matériaux est précisée dans le tableau IV.2. Dans le cas du matériau MBND réceptionné au Centre des Matériaux (chapitre précédent), la valeur de la dureté atteignait 208 HV0.5. L'écart de dureté entre les matériaux non vieillis mesurée au CDM et au CEA peut être négligé puisqu'il est compatible avec la valeur de l'écart-type. La conclusion majeure de toutes ces observations est que le vieillissement thermique entraîne une diminution de la dureté.

MBND Non Vieilli	MBND Vieilli
212 HV0.5 ± 4HV0.5	200 HV0.5 ± 4HV0.5

**Tab. IV.2** – Microdureté du Grade 91 à l'état de réception et vieilli 12 208h à 500°C

### IV.1.8 Conclusions sur le vieillissement thermique du MBND

Les observations menées sur le matériau MBND, vieilli à 500°C jusqu'à 12 208 h, conduisent à la conclusion que la microstructure n'a pas significativement évolué. La nature des précipités est identique au cas du matériau non vieilli. La taille de ces précipités semble être équivalente également à celle dans le matériau non vieilli. Probablement, des prémices de germination de phases de Laves ont été identifiées aux abords de  $M_{23}C_6$ , mais leur dimension n'est pas jugée acceptable pour affirmer l'existence de phases de Laves pour ce matériau dans les conditions de vieillissement définies plus haut. Les MX jugés stables en température n'ont pas été regardé en détail dans les observations du matériau vieilli.

## IV.2 Comportement mécanique en traction

### IV.2.1 Propriétés mécaniques du Métal de Base Non Détensionné

Le fournisseur de la tôle étudiée a réalisé des essais standards de contrôle de fabrication. Cette section rassemble quelques unes des propriétés mécaniques de la tôle de Métal de Base Non Détensionné (MBND).

Après le traitement de normalisation (1070°C, 4h) - revenu (760°C, 5h), un échantillon a été prélevé en bordure de la tôle. De ce coupon MBND ont été extraites des éprouvettes de traction dans le sens travers en peau et en quart épaisseur. Des essais à température ambiante et à 450°C ont été réalisés afin de déterminer la limite d'élasticité  $Rp_{0.2}$ , la

résistance à la traction  $R_m$ , l'allongement à rupture  $A$  et la réduction de section  $Z$ . Les résultats sont donnés dans le tableau IV.3 où seuls figurent ceux des essais sur éprouvettes du 1er quart épaisseur (cote de 33 mm). Dans la même zone d'épaisseur, des éprouvettes Charpy ont été prélevées et testées à  $\pm 20^\circ\text{C}$  et  $0^\circ\text{C}$  afin de déterminer la résilience du matériau d'étude.

Position	Traction Ambiante				Traction 450°C		KV (J)	
	$R_{p0.2}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	A%	Z%	$R_{p0.2}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	T(°C)	$KV_{moy}$ (J)
1/4 ép.	476	646	25	70	379	485	-20	132
							0	174
							+20	189

**Tab. IV.3** – Traction sur éprouvettes usinées dans le sens travers T - Vitesse de chargement non communiquée (COUDREUSE, 2006)

L'arrêté du 12 Décembre 2005 relatif aux équipements sous pression nucléaires précise dans l'Annexe 1, au paragraphe 4, que les matériaux à structure martensitique doivent présenter un allongement à rupture à température ambiante supérieur ou égal à 14% et une énergie de flexion par choc à  $0^\circ\text{C}$  supérieure à 40 J. Le matériau d'étude est bien conforme à la réglementation (LACOSTE, 2005).

(MEGUSAR et al., 1984) présentent également des résultats de traction à l'ambiante (cf. tableau IV.4) sur un Grade 91 normalisé à  $1040^\circ\text{C}/1\text{h}$ , refroidi à l'air, puis revenu à  $760^\circ\text{C}/1\text{h}$ . Les valeurs semblent être très élevées par rapport à celles du matériau étudié ici. Une explication possible est que le matériau de MEGUSAR a vu une température de normalisation moins élevée et une solidification rapide, qui ont un effet sur les propriétés de rupture (grains fins, ségrégation réduite). En revanche, une faible température de normalisation ne permet pas de redissoudre les précipités primaires, il est alors plus difficile de contrôler la précipitation de seconde phase. Dans les études de (GUPTA and WAS, 2008; ORLOVA et al., 1998), le matériau Grade 91 a vu des traitements thermiques similaires à ceux de cette présente étude si bien que les résultats concernant le matériau étudié sont conformes à ce que transmet la littérature.

$R_{p0.2}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	A (%)	Références Vitesse de sollicitation	T. Thermiques
771	885	10.7	[1] $5.3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	$1040^\circ\text{C}/1\text{h} + 760^\circ\text{C}/1\text{h}$ ,
370	482	-	[2] $10^{-5} \text{ s}^{-1}$	$1040^\circ\text{C}/46 \text{ min} + 760^\circ\text{C}/42 \text{ min}$ ,
556	706	22.9	[3]	$1060^\circ\text{C}/1\text{h} + 750^\circ\text{C}/2\text{h}$

**Tab. IV.4** – Propriétés de traction à température ambiante d'un Grade 91, données issues de la littérature : [1] : (MEGUSAR et al., 1984) ; [2] : (GUPTA and WAS, 2008) ; [3] (ORLOVA et al., 1998)

## IV.2.2 Propriétés mécaniques du Métal de Base Détensionné

**Essais** Le Métal de Base Détensionné (après un traitement PWHT de  $750^\circ\text{C}/20\text{h}$ ) étant le matériau de référence pour les essais de fluage, il a été réalisé des essais de traction aux températures ambiante, de  $450^\circ\text{C}$  et de  $500^\circ\text{C}$  au Centre des Matériaux et au site d'EDF Les Renardières. La figure IV.19 présente les zones d'extraction, dans la zone des deux

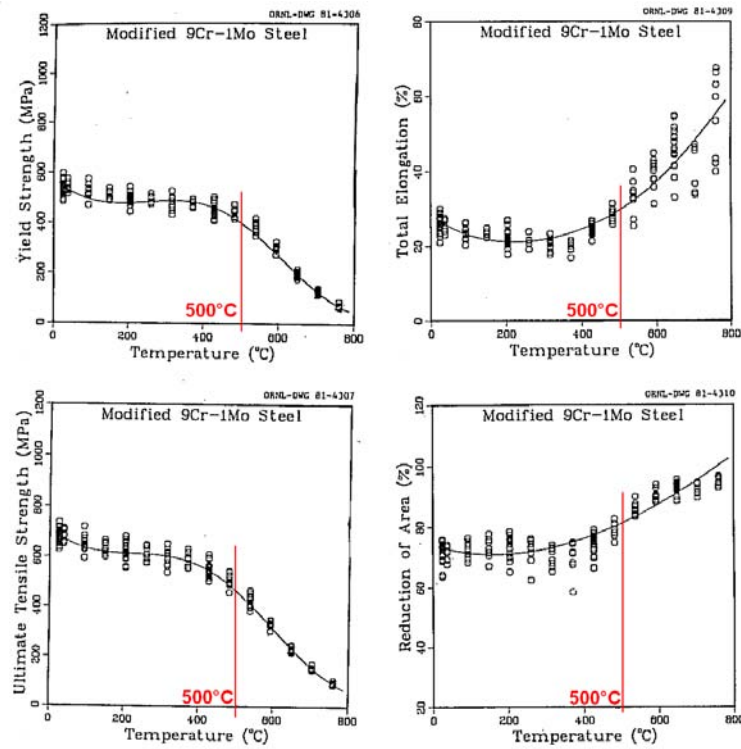


Fig. IV.17 – Propriétés en traction du Grade 91 sur des plaques, barres ou tubes à différentes températures (SIKKA et al., 1981) - Vitesse de sollicitation :  $0.24 \text{ s}^{-1}$

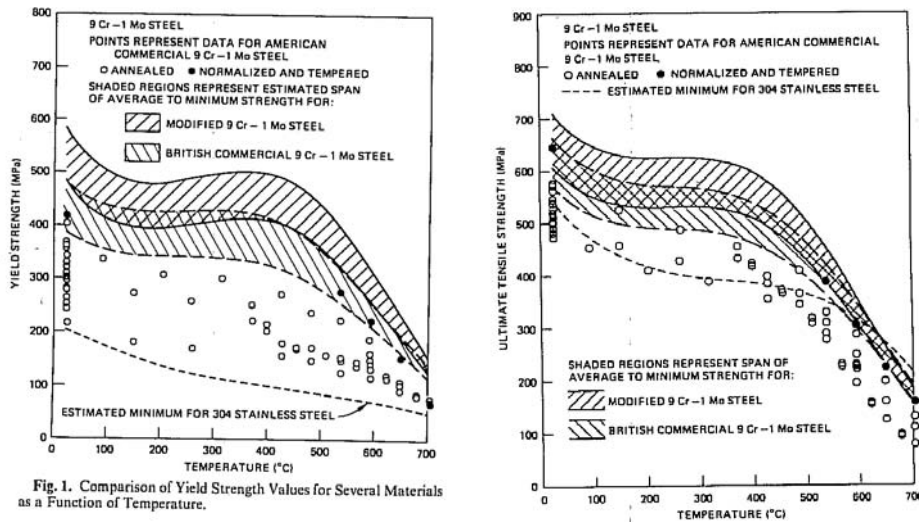


Fig. 1. Comparison of Yield Strength Values for Several Materials as a Function of Temperature.

Fig. IV.18 – Propriétés en traction du Grade 91 (BOOKER et al., 1981) - pas de donnée sur la vitesse de sollicitation

tiers d'épaisseur de la tôle de Joint Soudé, des ébauches des différentes éprouvettes de traction.

Deux géométries ont été réalisées, l'une au Centre des Matériaux, dénommée TR2, l'autre par un sous-traitant d'EDF, dénommée TC6. Les données géométriques de ces deux types d'éprouvettes sont résumées dans le tableau IV.5, les autres dimensions peuvent être trouvées en annexe C.1.1. Le pilotage des essais de traction se fait en déplacement imposé

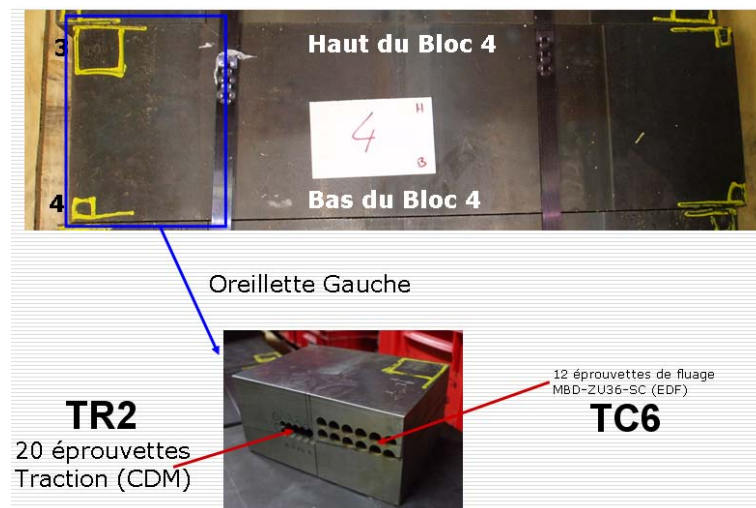


Fig. IV.19 – Zone d'extraction des éprouvettes de traction

pour différentes vitesses de sollicitation.

Géométrie	Longueur totale (mm)	Longueur utile (mm)	Diamètre zone utile (mm)
TR2 (CDM)	43	15	3
TC6 (EDF)	66	42	6

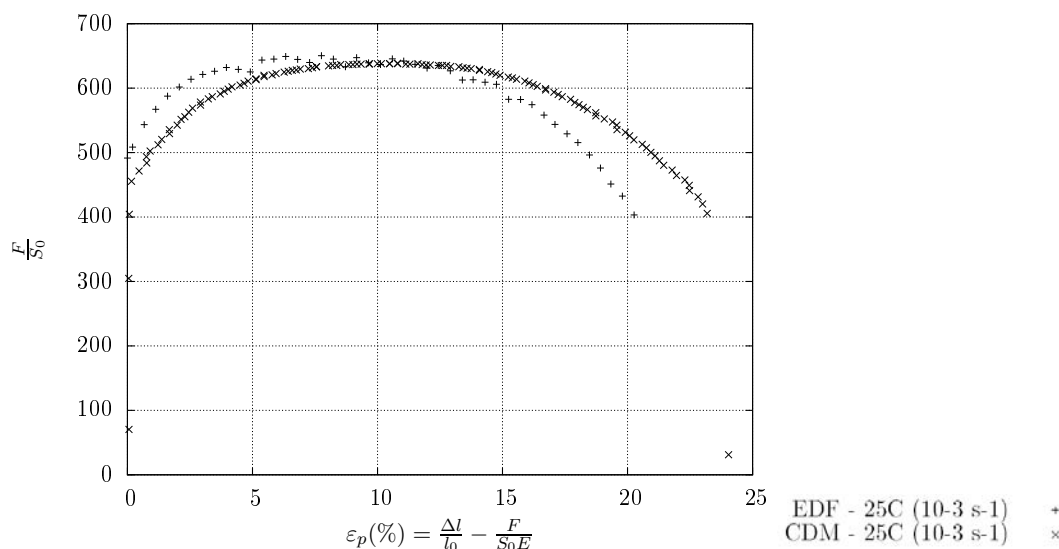
Tab. IV.5 – Paramètres géométriques des éprouvettes de traction

**Vieillessement dynamique et effet Portevin - Le Chatelier** Les phénomènes de vieillissement statique ou dynamique sont reliés à l'interaction entre les dislocations libres et les atomes de solutés présents dans la matrice, pas encore agrippés à des dislocations. Le mouvement d'une dislocation est discontinu puisqu'elle se déplace par décrochement d'obstacle en obstacle. Cette discontinuité se traduit pour la déformation plastique par des sauts de déformation dont l'écart inter-saut est lié à la distance entre obstacles. Le temps qu'une dislocation met pour sauter d'un obstacle à un autre se décompose en un temps de latence au premier obstacle et un temps de déplacement effectif jusqu'au prochain obstacle. Si le nombre d'atomes interstitiels (C, N) présents sur la ligne de dislocations augmente pendant le temps de latence, la contrainte nécessaire pour libérer cette ligne de dislocations augmente également. De plus, plus la densité de dislocations mobiles est élevée, plus cette augmentation de contrainte est importante. La force motrice de ces atomes interstitiels est la diffusion.

Le vieillissement dynamique n'existe que pour un certain domaine de vitesses de déformation et pour un certain domaine de températures. A l'intérieur de ce domaine, il existe un sous-domaine qui se traduit par des perturbations sur les courbes de traction. Ces instabilités plastiques de déformation traduisent le phénomène de Portevin - Le Chatelier qui se caractérise par une succession rapide de décrochements où l'écoulement plastique est instable. Ces décrochements sont sensibles à la raideur de la machine de traction, à la chaîne de mesure utilisée lors des essais de traction, à la température d'essais et à la vitesse de sollicitation. La déformation n'est plus uniforme dans l'éprouvette de traction et se traduit par une propagation de bandes de déformation. (WAGNER et al., 2000) présente plus en détails les paramètres influents du vieillissement dynamique.

## a) Les courbes

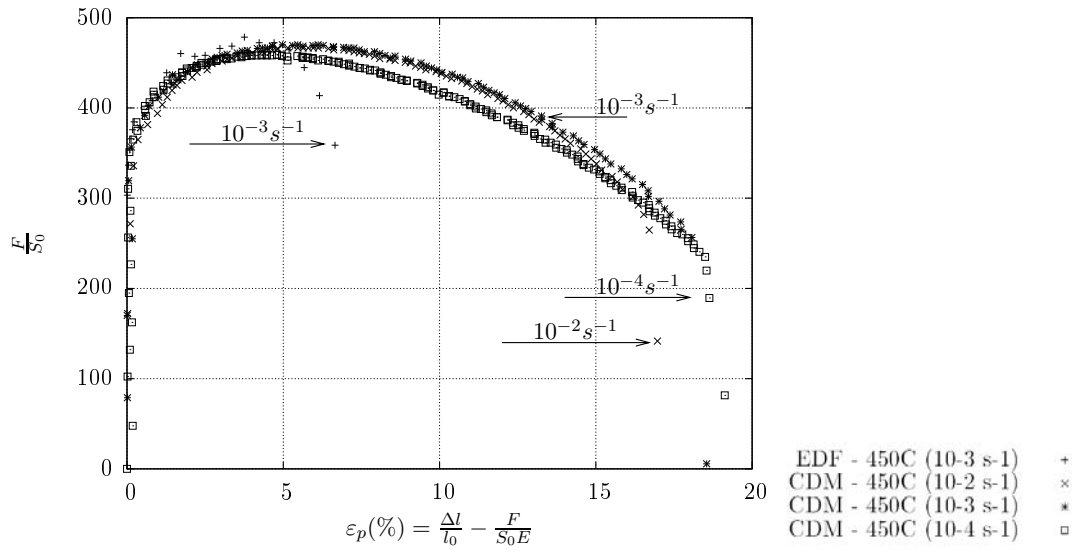
**A la température ambiante** La figure IV.20 présente l'évolution de la contrainte nominale  $\frac{F}{S_0}$  en fonction de l'allongement relatif plastique du Métal de Base Détensionné, à la température ambiante à une vitesse de déformation initiale de  $10^{-3} s^{-1}$ . Cette courbe est obtenue à partir du déplacement du vérin de la machine en s'affranchissant de toutes les raideurs dues à l'éprouvette et à la machine elle-même. La littérature indique que pour des vitesses inférieures à  $3.10^{-3} s^{-1}$  pour une température de  $500^\circ C$ , le phénomène de vieillissement dynamique apparaît et se traduit sur la courbe de traction par des perturbations de type Portevin - Le Chatelier pour une température de  $500^\circ C$ . Cette vitesse constitue donc pour cette étude la vitesse de référence pour les divers essais de traction réalisés aux différentes températures. Le matériau ne présente pas de vieillissement dynamique à température ambiante lorsque les courbes brutes des essais sont dépouillées. Même si un essai de traction n'est pas l'outil idéal pour déterminer le module d'Young, sa valeur a été approchée par une moyenne sur dix charges-décharges élastiques et est conforme à la littérature (environ 210 GPa). D'après (HAARMANN et al., 2002), le module d'Young vaut 218 GPa à température ambiante, 186 GPa à  $450^\circ C$  et 181 GPa à  $500^\circ C$ .



**Fig. IV.20** – Courbe de traction à  $25^\circ C$  du Métal de Base Détensionné,  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} s^{-1}$

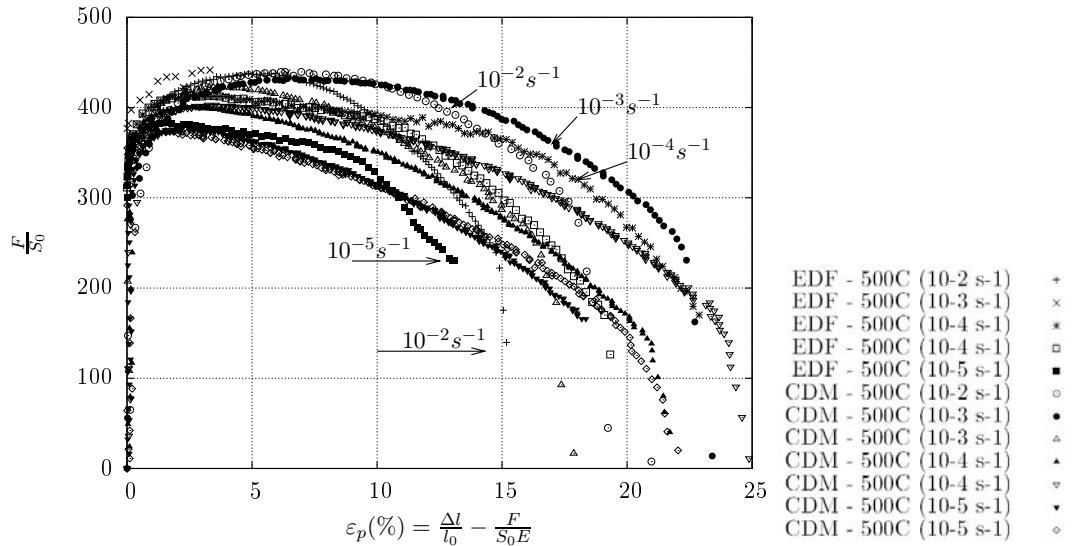
**A la température de  $450^\circ C$**  La plupart des essais à  $450^\circ C$  ont été réalisés au Centre des Matériaux pour différentes vitesses de déplacement comme indiqué sur la figure IV.21. La superposition des courbes semble montrer qu'il n'y a pas d'influence notable de la vitesse de sollicitation sur la réponse mécanique du matériau pour cette température.

**A la température de  $500^\circ C$**  Les essais réalisés à  $500^\circ C$  sont présentés sur la figure IV.22, certains ont été doublés. Contrairement aux essais à  $450^\circ C$ , ces courbes montrent une influence de la vitesse de sollicitation. Il y a une certaine dispersion entre les courbes EDF et les courbes CDM. La déformation est assurée par le glissement des dislocations et est éventuellement partiellement contrôlée par la montée. La montée des dislocations permet de contourner les obstacles. Les précipités n'étant pas cohérents avec la matrice, aucun cisaillement d'obstacles n'est possible pour le Grade 91 étudié. Concernant l'évolution du  $R_m$ , une diminution classique de sa valeur avec celle de la vitesse est montrée sur la figure IV.22. Les allongements à rupture sont dispersés, mais ces courbes concernent



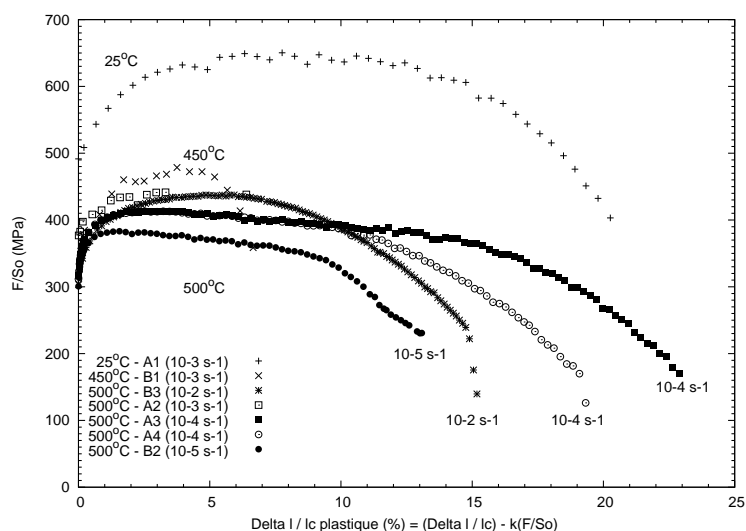
**Fig. IV.21** – Courbe de traction, Métal de Base Détensionné, 450°C,  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{s}^{-1}$  à  $10^{-4} \text{s}^{-1}$  (CDM)

deux géométries différentes et sa valeur n'est pas une donnée intrinsèque du matériau. Donc les allongements ne peuvent pas être comparés entre les données EDF et CDM. Une tendance générale permet de montrer le bon accord entre les deux séries d'essais. Aux faibles vitesses, l'écroutissage et la valeur du Rm sont moins importants que ceux aux vitesses élevées. Enfin, les courbes ne permettent pas de mettre en évidence l'existence d'effet Portevin - Le Chatelier.



**Fig. IV.22** – Courbe de traction, Métal de Base Détensionné, 500°C,  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{s}^{-1}$  à  $10^{-5} \text{s}^{-1}$  (CDM)

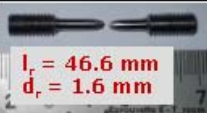

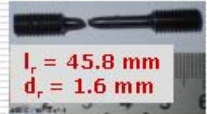






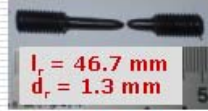
Pour une géométrie donnée, la figure IV.23 présente le comportement du Grade 91 en fonction de la température d'essai et en fonction de la vitesse de sollicitation. Cette courbe insiste sur le comportement différent du matériau suivant la vitesse de sollicitation.



**Fig. IV.23** – Courbes de traction des essais EDF à différentes températures et à différentes vitesses de sollicitation

**b) Les propriétés mécaniques de traction**

Le tableau IV.8 résume les différentes valeurs des propriétés mécaniques déterminées à partir des essais de traction. La figure IV.6 présente les différentes valeurs de longueur à rupture et de diamètre dans la zone strictionnée pour l'ensemble des essais réalisés au Centre des Matériaux. Globalement, la striction apparaît généralement à un tiers de la longueur utile à proximité d'un congé plutôt qu'au centre de l'éprouvette.

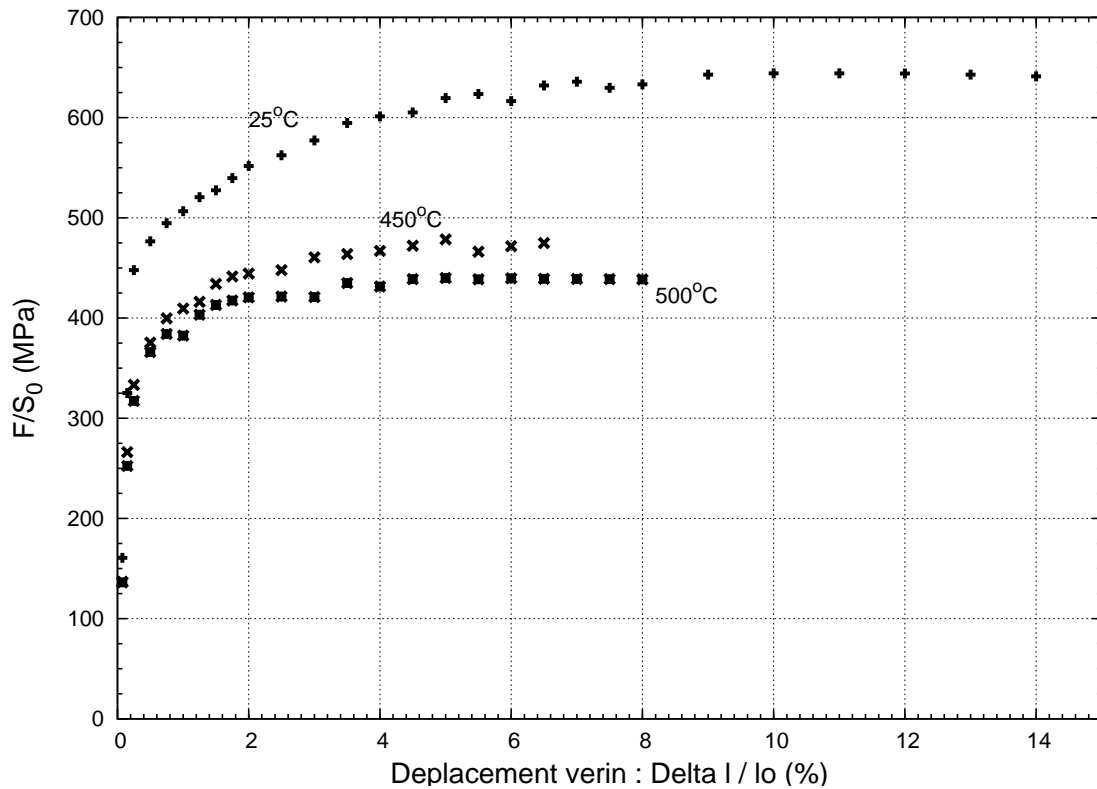
MBD	$10^{-2} \text{ s}^{-1}$	$10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$10^{-4} \text{ s}^{-1}$	$10^{-5} \text{ s}^{-1}$
<b>Température Ambiante</b>		 <p><math>l_r = 46.6 \text{ mm}</math> <math>d_r = 1.6 \text{ mm}</math></p>		
<b>450°C</b>	 <p><math>l_r = 46.2 \text{ mm}</math> <math>d_r = 1.6 \text{ mm}</math></p>	 <p><math>l_r = 45.8 \text{ mm}</math> <math>d_r = 1.6 \text{ mm}</math></p>	 <p><math>l_r = 45.6 \text{ mm}</math> <math>d_r = 1.5 \text{ mm}</math></p>	
<b>500°C</b>	 <p><math>l_r = 45.4 \text{ mm}</math> <math>d_r = 1.8 \text{ mm}</math></p>	 <p><math>l_r = 45.9 \text{ mm}</math> <math>d_r = 1.6 \text{ mm}</math></p>	 <p><math>l_r = 46.3 \text{ mm}</math> <math>d_r = 1.1 \text{ mm}</math></p>	 <p><math>l_r = 46.0 \text{ mm}</math> <math>d_r = 1.2 \text{ mm}</math></p>
			 <p><math>l_r = 45.7 \text{ mm}</math> <math>d_r = 1.6 \text{ mm}</math></p>	 <p><math>l_r = 46.7 \text{ mm}</math> <math>d_r = 1.3 \text{ mm}</math></p>

**Tab. IV.6** – Mesures des longueurs à rupture et diamètres dans la zone strictionnée des éprouvettes de traction (CDM)

La figure IV.24 montre l'influence, pour une vitesse de déformation donnée ( $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ), de la température sur la réponse du matériau. Comme attendu, il y a une légère diminution de la pente élastique (donc du module d'Young), une diminution du  $R_{p0.2}$  et une décroissance forte du  $R_m$ .

La figure IV.25 présente une superposition des données issues des essais de traction



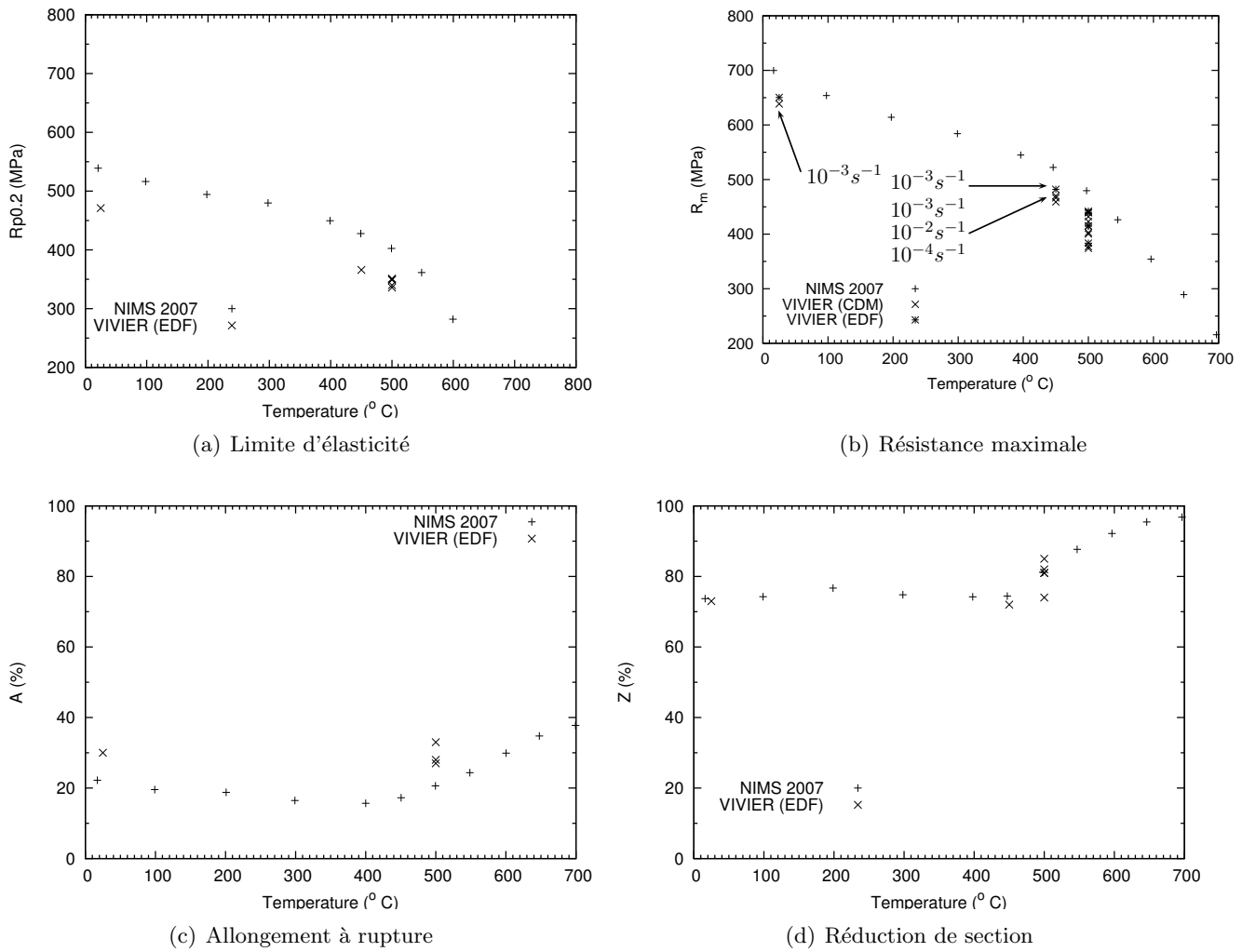


**Fig. IV.24** – Influence de la température pour une vitesse de déformation constante  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{s}^{-1}$

d'EDF et du CDM sur les données du NIMS relatives à des essais de traction sur un Grade 91 ayant subi le traitement thermique suivant : 1060°C (90 min) + 760°C (60 min) + 730°C (8.4 h). Le matériau de cette présente étude est moins résistant à la traction, il s'allonge moins mais il possède un coefficient de striction équivalent. Le matériau testé par le NIMS est différent du notre, il se présente sous la forme d'une plaque de 50 mm d'épaisseur, 2 200 mm de largeur et 15 000 mm de longueur. Les différences de comportement entre les deux matériaux peuvent s'expliquer essentiellement par la différence d'épaisseur puisque les traitements thermiques sont équivalents, le traitement PWHT étant plus bas en température que celui de la présente étude. La géométrie des éprouvettes du NIMS n'est pas précisée.

A titre de comparaison, il est rappelé dans le tableau IV.7 les propriétés de traction d'un T91 testé à 450°C dans le cadre de la thèse de (GAFFARD, 2004). Là encore, le matériau est différent du notre bien que la composition chimique soit identique. Les éprouvettes de traction de GAFFARD sont extraites d'un tube. Les différences dans les propriétés mécaniques s'expliquent essentiellement par la différence de matériau, à composition égale. Le matériau de GAFFARD strictionne moins et s'allonge moins, mais possède des valeurs de  $R_m$  et  $R_{p0.2}$  similaires.

D'autre part, (SIKKA et al., 1981; BOOKER et al., 1981) ont étudié l'évolution des propriétés en traction du Grade 91 en fonction de la température d'essai (cf. figures IV.17 et IV.18). A 500°C, SIKKA donne en moyenne une valeur de  $R_{p0.2}$  environ égale à 400 MPa, un  $R_m$  inférieur à 500 MPa pour un allongement à rupture inférieur à 30% et une réduction de section d'environ 80%. Les données des essais réalisés au Centre des Matériaux et aux Renardières sont cohérents par rapport à la distribution des résultats de SIKKA, comme il sera présenté par la suite. Alors que SIKKA donne une courbe moyenne, BOOKER donne



**Fig. IV.25** – Superposition des propriétés mécaniques du Grade 91 de cette étude avec les données du NIMS (1060°C (90 min) + 760°C (60 min) + 730°C (8.4 h))

Vitesse de sollicitation ( $s^{-1}$ )	$Rp_{0.2}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	A (%)	Z (%)
$10^{-2}$	415	470	15.4	50
$10^{-3}$	410	460	13.6	54
$10^{-4}$	390	460	13.2	58
$10^{-5}$	385	455	11.6	64

**Tab. IV.7** – Propriétés de traction d'un T91 testé à 450°C (GAFFARD, 2004)

une gamme de  $Rp_{0.2}$  et de  $R_m$  suivant la température (cf. figures IV.17 et IV.18). Le matériau étudié possède des propriétés basses par rapport à ces plages de valeurs, ce qui est confirmé également par les données issues de (HAARMANN et al., 2002).

T (°C)	$\dot{\epsilon}$ (s <sup>-1</sup> )	Rp <sub>0.2</sub> (MPa)	Rm (MPa)	A (%)	Z (%)	E (GPa)	Fig.	
Ambiante	10 <sup>-3</sup>	-	640	24	70	210	IV.20	CDM
Ambiante	10 <sup>-3</sup>	471	647	30	73	216	IV.20	EDF
Ambiante	-	476	646	25	70	-	(1)	<b>MBND</b>
Ambiante	-	771	885	11	-	-	(2)	<b>MBND</b>
450	10 <sup>-2</sup>	348	466	21	72	-	IV.21	CDM
450	10 <sup>-3</sup>	350	470	19	72	-	IV.21	CDM
450	10 <sup>-3</sup>	366	481	-	72	182	IV.21	EDF
450	10 <sup>-4</sup>	355	462	17	75	-	IV.21	CDM
450	-	379	485	-	-	-	(1)	<b>MBND</b>
500	10 <sup>-2</sup>	320	439	16	64	-	IV.22	CDM
500	10 <sup>-2</sup>	336	436	-	74	195	IV.23	EDF
500	10 <sup>-3</sup>	350	434	19	72	-	IV.22	CDM
500	10 <sup>-3</sup>	300	424	18	71	-	-	CDM
500	10 <sup>-3</sup>	351	441	27	81	182	IV.23	EDF
500	10 <sup>-4</sup>	352	405	22	86	-	IV.22	CDM
500	10 <sup>-4</sup>	348	404	25	83	-	-	CDM
500	10 <sup>-4</sup>	350	413	33	82	184	IV.23	EDF
500	10 <sup>-4</sup>	349	414	28	85	177	IV.23	EDF
500	10 <sup>-5</sup>	350	380	20	83	-	IV.19	CDM
500	10 <sup>-5</sup>	350	378	21	82	-	-	CDM
500	10 <sup>-5</sup>	340	435	-	81	173	IV.23	EDF

(1) : Fabricant ; (2) : (MEGUSAR et al., 1984)

**Tab. IV.8** – Propriétés mécaniques du Métal de Base Détensionné. Les données du fournisseur (1) concernent le Métal de Base Non Détensionné.

## c) Les faciès

**Rupture ductile** Les faciès de toutes les éprouvettes de traction testées au CDM ont été observés au microscope électronique à balayage et rassemblés sur les figures IV.26 et IV.27. Les faciès présentent une isotropie de déformation. Le mode de rupture finale est transgranulaire ductile avec présence de cupules. A 450°C, les morphologies des faciès sont identiques, ce qui confirme les résultats des courbes de traction. En revanche, pour les essais à 500°C, de petites cavités sont créées pour les vitesses élevées, alors que de profondes cavités sont présentes aux vitesses lentes. Les vitesses faibles permettent aux cavités de croître. Les inclusions sont des sites privilégiés de germination de ces cavités. La figure IV.27 montre que l'oxydation est plus importante aux températures élevées et pour les durées d'essais les plus longues, ce qui donne un aspect granuleux aux cupules. La taille de ces dernières augmente avec la durée de l'essai. Alors qu'à 450°C, leur taille moyenne oscille entre 1 et 2  $\mu\text{m}$ , quelle que soit la vitesse de sollicitation, à 500°C, leur taille passe de 1  $\mu\text{m}$  aux vitesses élevées à 4  $\mu\text{m}$  aux vitesses faibles. La figure IV.30 présente différentes mesures de largeur de cupules dans des éprouvettes testées à la même vitesse de sollicitation  $\dot{\epsilon} = 10^{-3}\text{s}^{-1}$  pour des températures extrêmes : 25°C et 500°C. Ces figures montrent des cupules primaires qui ont grossi pour atteindre des largeurs comparables de 10 à 30  $\mu\text{m}$ .

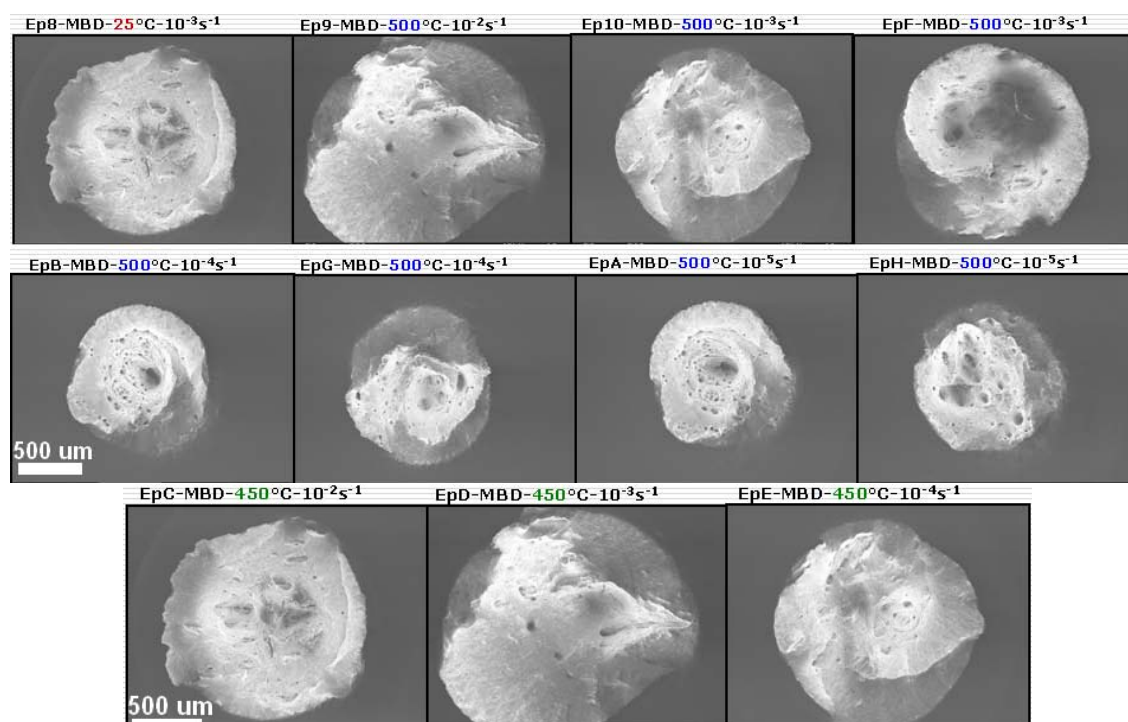


Fig. IV.26 – Observations des faciès de rupture (CDM)

**Inclusions** Des analyses par EDX lors des observations SEM ont été réalisées pour déterminer la nature des inclusions responsables de la germination de cavités. Les figures IV.28 et IV.29 présentent différents spectres d'analyses par EDX. Globalement, une bimodalité de type d'inclusions peut être établie : de gros  $\text{Al}_2\text{O}_3$  d'environ 5  $\mu\text{m}$  et de petits MnS d'environ 1  $\mu\text{m}$  sont présents au fond des cupules, sans aucune dépendance en termes de température ou de vitesse de sollicitation d'essais.

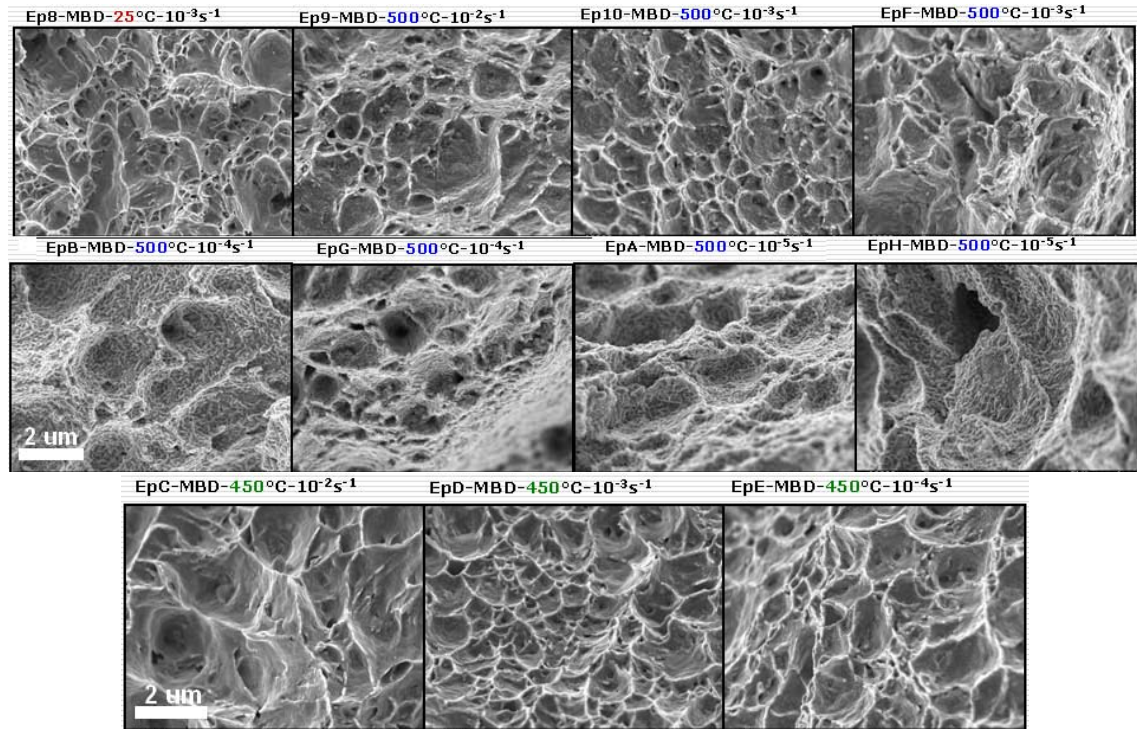


Fig. IV.27 – Observations des cupules ductiles sur les éprouvettes tractionnées au CDM

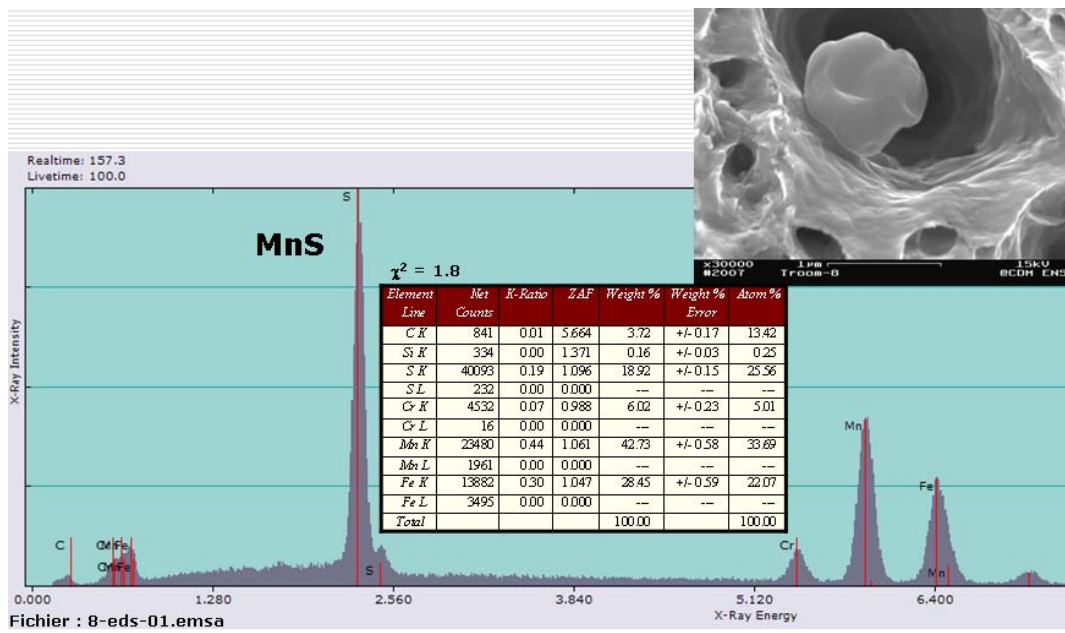


Fig. IV.28 – Spectre de MnS après traction à l’ambiante,  $10^{-3} s^{-1}$

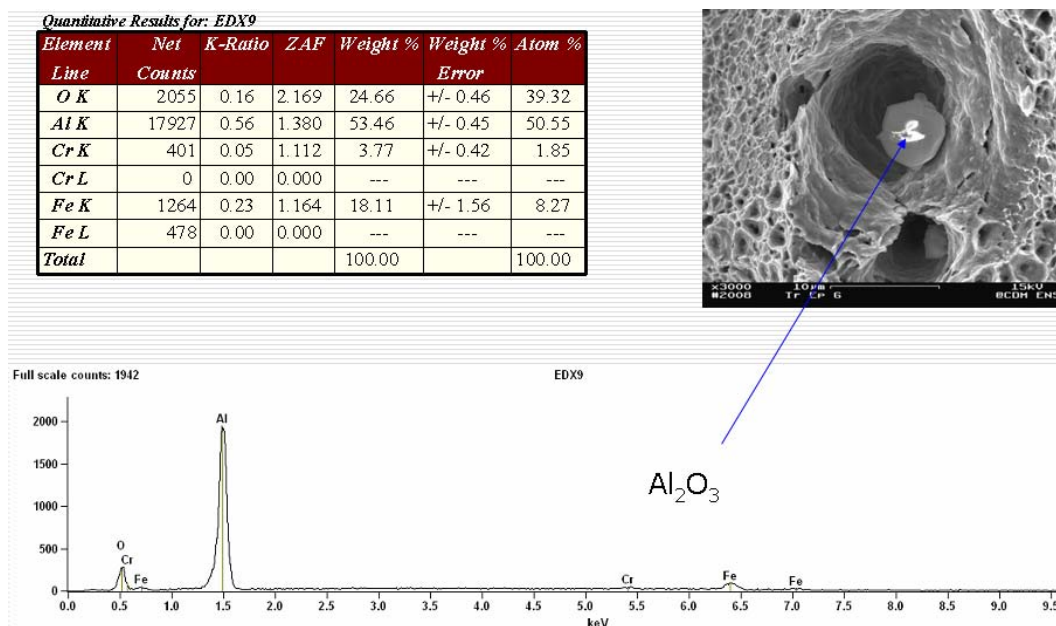


Fig. IV.29 – Spectre d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> après traction à 500°C, 10<sup>-4</sup>s<sup>-1</sup>

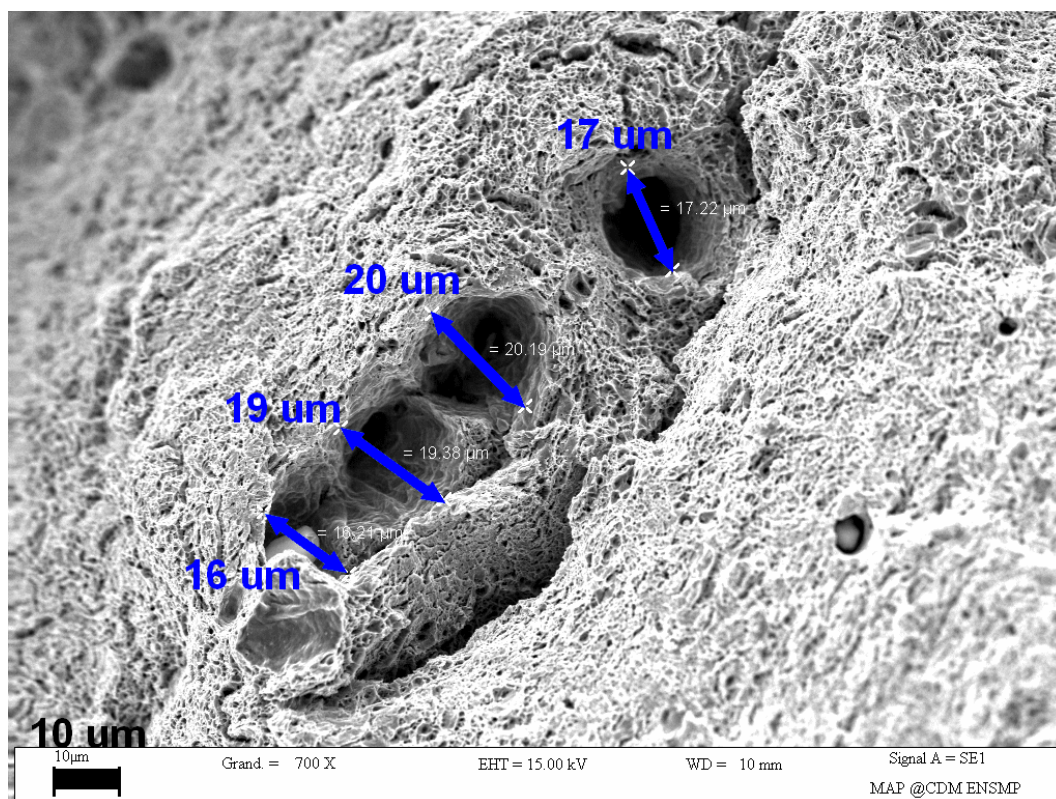


Fig. IV.30 – Analyse de tailles des grosses cupules, température ambiante,  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} s^{-1}$

### IV.2.3 Conclusions sur le comportement en traction

La campagne d'essais de traction réalisée à EDF vient appuyer fortement les essais réalisés au Centre des Matériaux. L'ensemble de tous les essais a permis de caractériser le matériau de base avec la donnée de l'allongement à rupture  $A$ , de la réduction d'aire  $Z$  et des contraintes de limite élastique  $R_{p0.2}$  et maximale admissible  $R_m$ . Les modules d'Young déterminés aux différentes températures coïncident avec le livre de référence sur le matériau Grade 91 édité par Vallourec & Mannesmann (HAARMANN et al., 2002). En revanche, les valeurs  $R_{p0.2}$  et  $R_m$  du matériau d'étude sont bien faibles par rapport aux données de Vallourec avec un écart de 100 MPa. Aucune information n'est donnée concernant l'allongement et la réduction d'aire. Le matériau de référence présente donc une résistance à la traction inférieure à ce qu'elle pourrait être par ailleurs avec la même spécification au sens composition chimique et traitements thermiques. Mais néanmoins, les résultats de cette étude sont acceptables et cohérents.

Tout comme en rupture fragile, les faciès des éprouvettes testées en traction présentent des inclusions de type MnS et  $Al_2O_3$  au fond des cupules. Les faciès sont totalement ductiles, avec une répartition bimodale de la taille des cupules. Les cupules primaires qui ont le temps de croître atteignent 20-30  $\mu m$  de diamètre, alors que les cupules secondaires ont un diamètre moyen oscillant entre 2 et 10  $\mu m$ . Des observations montrent de très grosses inclusions (15  $\mu m$ ) au fond des très grosses cupules mais celles-ci étant trop abritées par les parois de la cupule, les analyses EDX ne permettent pas de déterminer leur composition. Ces grosses cupules n'apparaissent que dans le cas d'essais à faible vitesse et à 500°C.

Sur le comportement mécanique, il a été mis en évidence la non dépendance envers la vitesse de traction à 450°C, contrairement à 500°C. A 450°C, les courbes sont identiques. A 500°C, la viscosité du matériau est plus sensible ce qui facilite la croissance des cupules responsables de la rupture finale du matériau. La viscosité a tendance à stabiliser le matériau vis-à-vis de la rupture ductile car elle s'oppose à la localisation de la déformation. Aucune information n'est accessible sur le déroulement de la rupture et l'évolution microstructurale au cœur de l'éprouvette pendant l'essai, néanmoins, il est clair qu'à 500°C, la rupture commence au cœur de l'éprouvette. Enfin, à 450°C et aux vitesses élevées à 500°C, les mécanismes engendrant la rupture dans les derniers instants de vie des éprouvettes semblent identiques.

Enfin, les essais à 450°C et 500°C ne mettent pas en évidence l'existence d'effet Portevin - Le Chatelier.

## IV.3 Comportement mécanique en fluage

Des études s'attachent à comprendre l'évolution de la microstructure et de la stabilité à long terme des aciers 9-12%Cr après des temps prolongés de fluage comme le présente l'article de HALD (HALD, 2005). Cet article fait état de l'existence dans la base de données ECCC 2005 d'essais de fluage à 500°C sur du P91 de 10 000h à plus de 70 000h d'exposition, sans pour autant donner les courbes associées. Le proceeding (CIPOLLA and GABREL, 2005) concerne le programme ECCC 1995 et résume le nombre d'éprouvettes rompues et non rompues après fluage notamment à 500°C pour des durées d'exposition inférieures à 10 000 h (71 éprouvettes rompues) jusqu'à maximum  $10^5$  h (1 éprouvette rompue) sans toutefois apporter d'autres détails plus précis. Néanmoins, ce document donne différentes méthodes pour extrapoler les résultats afin de prédire le temps à rupture jusqu'à 200 000 h sur un ensemble de points expérimentaux fournis sous la forme d'un diagramme *Contrainte (MPa) vs Temps (h)* dont les données sont superposées à la figure IV.34.

Le critère de résistance au fluage pour les aciers équipant les centrales nucléaires ou thermiques est fixé à la température de service utilisée pour une durée de vie de  $10^5$ h. La contrainte à rupture pour cette durée est de 100MPa. Aussi, la question posée est : est-ce que le Grade 91, métal de base ou Joint Soudé, répond à ce cahier des charges ?

### IV.3.1 Fluage négligeable

Une attention particulière est donnée sur la détermination du domaine de fluage négligeable. Notamment, la cuve du réacteur doit opérer dans ce domaine afin d'éviter de mettre en place un programme de surveillance spécifique en service (SERAN et al., 2006a). La détermination de ce domaine permet de définir les conditions normales de service et principalement le niveau de température. La durée de vie est planifiée pour 60 ans de service avec un taux de chargement de 80%. Le code RCC-MR, édition 2002, ne précise pas de domaine de fluage négligeable pour le Grade 91, contrairement aux aciers austénitiques 316L(N) par exemple où la déformation correspondante atteint 0.01%. Le code indique toutefois que le fluage est considéré comme négligeable pour des domaines de température inférieure à 375°C. Comme évoqué en introduction du mémoire, la limite de fluage négligeable serait à 425°C pour une durée de vie de 420 000 h pour le Grade 91.

### IV.3.2 Etat de l'art sur l'évolution de la microstructure

La résistance au fluage du Grade 91 est assurée par la densité de sous-joints et de dislocations libres, par la finesse de la matrice, par la solution solide (présence de Mo dissous dans la matrice) et par le durcissement structural fourni à la suite du traitement de normalisation-revenu. Au début du service, la microstructure est caractérisée par une dispersion de particules plus ou moins coalescées de type  $M_{23}C_6$ ,  $M_2X$ ,  $MX$ ,  $M_6X$ ,  $V_4C_3$ ,... Toutefois, après fluage à 550°C, il semble ne pas y avoir de changement de la microstructure comparativement à celle d'un matériau avant essai (ANDERSON et al., 2003). Ceci laisse présager que la microstructure du Grade 91 après fluage à 500°C reste inchangée par rapport à celle du matériau avant fluage. Le durcissement par solution solide n'est efficace que si les deux autres mécanismes (durcissement structural et densité de dislocations) sont négligeables (MARUYAMA et al., 2001). La résistance par durcissement structural est principalement gouvernée par les MX qui sont des obstacles au mouvement des dislocations libres et retardent la restauration de la sous-structure de dislocations.

Le fluage primaire dépend des conditions de mise en charge. Certains auteurs évoquent que la vitesse minimale de fluage est inversement proportionnelle à la durée du fluage primaire. Plus le stade I est développé, plus la vitesse  $\dot{\epsilon}_{ss}$  est élevée. Plus cette vitesse est



élevée, plus l'apparition du tertiaire est rapide (ABE, 2006; ABE et al., 2004). Suivant la température, les premiers temps du stade III sont marqués par une forte migration des joints de lattes ou de blocs engendrant la coalescence des sous-grains. Cette coalescence absorbe les dislocations en excès dans la matrice ce qui se traduit par une augmentation de la vitesse de fluage. Cette migration des sous-joints peut donc être freinée par une dispersion fine de carbonitrides.

Certains auteurs (ABE, 2004; CERRI et al., 1998; ENNIS, 2004) rapportent que la perte de résistance au fluage à partir de 550°C est due à la dégradation de la microstructure qui se fait au travers de la :

- dissolution des MX et précipitation de nouvelles phases (Laves, Z)
- restauration de la microstructure au voisinage des joints d'ex-grains austénitiques
- perte de la ductilité de fluage
- annihilation des dislocations en excès

Parmi ces scénarios, la restauration de la microstructure surtout à haute température semble être le mécanisme majeur de cette perte de résistance au fluage. Cette restauration est favorisée par la dissolution des MX, de la précipitation de phases Z et de phases de Laves. La germination de cette phase Z a été étudiée notamment par (GOLPAYEGANI et al., 2008) dans des aciers martensitiques à 10%Cr après un fluage à 650°C. L'influence des phases de Laves sur la résistance au fluage n'est pas encore bien comprise (DIMMLER et al., 2003). Pour la température de 500°C, la section précédente a montré qu'il y avait de très faibles changements microstructuraux après 10 000h de vieillissement statique. Il est donc peu probable que des phases de Laves et des phases Z apparaissent au bout de 4317h de fluage à 500°C. Ce chapitre va tenter de statuer si le matériau flué subit une restauration ou non.

Les  $M_{23}C_6$  améliorent la résistance au fluage en retardant la restauration de la sous-structure de dislocations. La densité de dislocations libres dans les sous-grains diminue, la largeur de ces sous-grains augmente lors de la déformation de fluage. Ceci traduit la restauration de la sous-structure de dislocations (MARUYAMA et al., 2001). Cette sous-structure est l'entité morphologique qui contrôle la vitesse de fluage pendant toute la durée du fluage. Il est donc clair qu'une densité initiale élevée de dislocations libres et une petite dimension initiale de la largeur des sous-grains agissent bénéfiquement sur la résistance au fluage. Au cours du fluage, à cause du phénomène de maturation d'Ostwald, la coalescence des carbures  $M_{23}C_6$  aux sous-joints réduit leur effet d'ancrage, ce qui déstabilise les sous-joints et provoque la croissance des sous-grains (KLUEH, 2008).

Les mécanismes qui gouvernent la déformation par fluage dépendent de la température et de la contrainte appliquée. Une description des mécanismes participant à la résistance au fluage dans les 9Cr peut être trouvée dans (MASUYAMA, 2001; NAKAJIMA et al., 2003; MARUYAMA et al., 2001; ENNIS, 2004). Dans le cadre du fluage secondaire, les mécanismes principaux (suivant la contrainte et la température) sont décrits par les cartes d'Ashby, et permettent de distinguer le fluage dislocation et le fluage diffusion.

La littérature comporte beaucoup de données sur le fluage du Grade 91 à 600°C  $\pm$  50°C. Entre autres, GIANFRANCESCO rapporte que lors d'essais de fluage à 650°C, aux forts niveaux de contrainte, le mécanisme qui contrôle le fluage est le contournement des précipités par les dislocations (mécanisme d'Orowan) (Di GIANFRANCESCO et al., 2001). Aux faibles niveaux de contraintes, c'est le mécanisme classique de montée des dislocations qui est prédominant. Dans le cas des très faibles contraintes, donc pour des temps prolongés de fluage, le mécanisme majeur de la déformation est le fluage diffusion. A 500°C, aux vues des observations de cette présente étude, la déformation est gouvernée par le glissement des dislocations pour les contraintes mises en jeux. La température n'est pas assez élevée et les contraintes sont trop élevées pour favoriser le mécanisme de diffusion,

comme l'indiquent les cartes d'Ashby.

### IV.3.3 Courbes de fluage

Une campagne d'essais a été réalisée à EDF Les Renardières, pour la température de 500°C. La géométrie des éprouvettes testées est donnée en annexe C.1.2. Il s'agit d'éprouvettes lisses cylindriques de longueur utile 36 mm. Les éprouvettes ont été extraites dans la zone du second tiers d'épaisseur de la tôle de Joint Soudé, loin de la ligne de fusion, dans l'oreillette droite. La direction longitudinale de l'éprouvette coïncide avec la direction travers long (T) de la tôle.

La figure IV.31 montre les éprouvettes fluées ainsi que la zone de rupture dans la zone utile de l'éprouvette. Il n'y a apparemment pas de corrélation entre la zone de rupture et la durée d'exposition au fluage en termes de distance de la zone de rupture à la plus proche collerette.

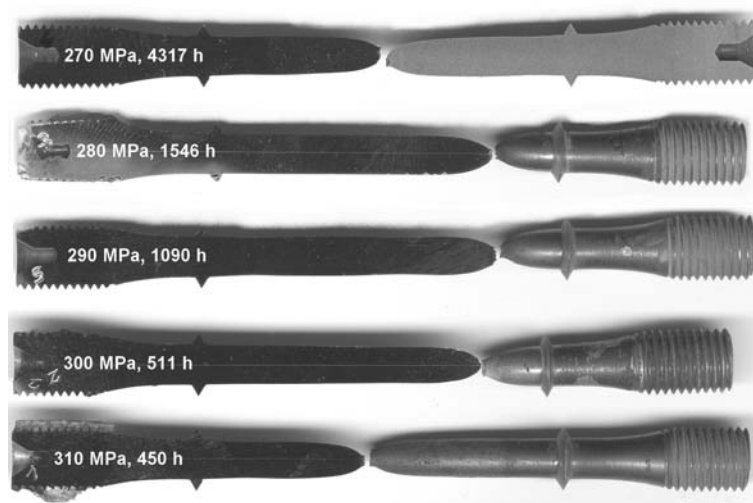


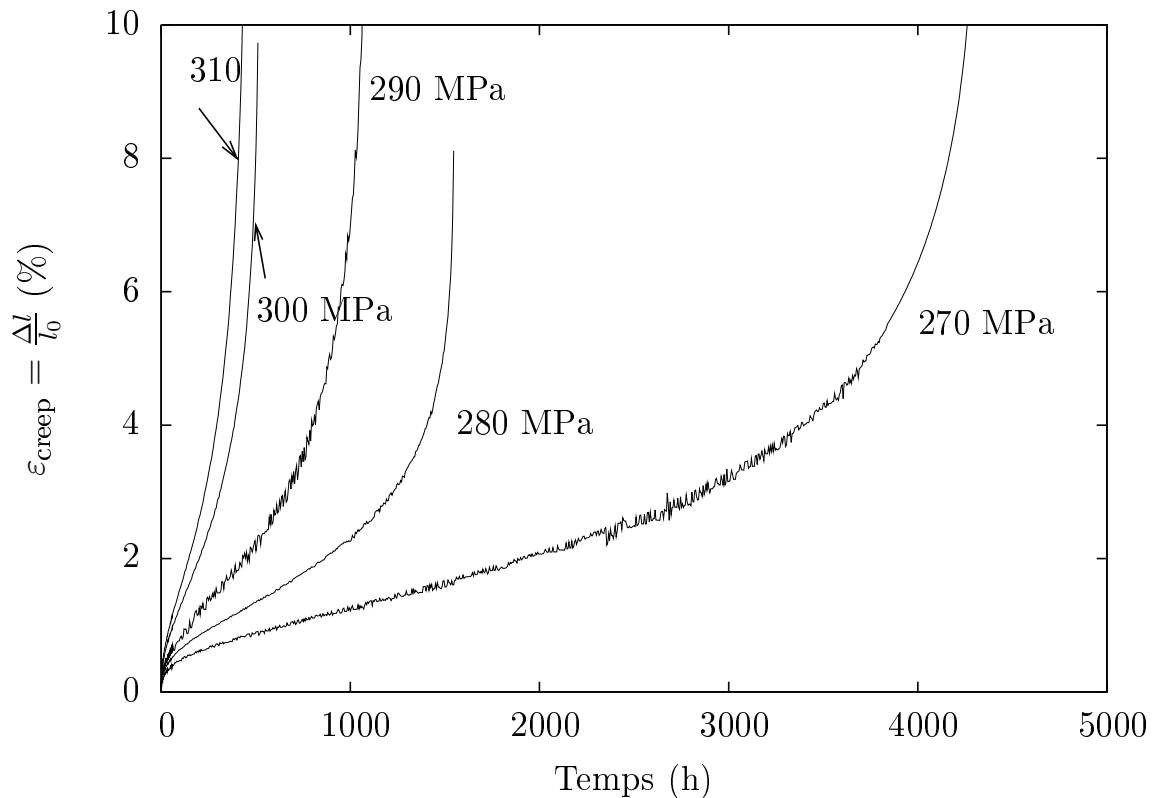
Fig. IV.31 – Eprouvettes fluées de Métal MBD à 500°C

Les courbes de fluage sont présentées sur la figure IV.32. Certaines d'entre elles montrent quelques perturbations dues au système d'acquisition.

Les courbes de fluage du Grade 91 Métal de Base Détensionné ont des allures classiques, avec un stade I peu important mais bien défini, un stade III assez long, quant au stade stationnaire, il est présent aux faibles contraintes et est presque inexistant aux fortes contraintes (ENDO et al., 2003; GUPTA and WAS, 2008). La vitesse minimale de fluage diminue lorsque la contrainte appliquée diminue. Le temps à rupture augmente, quand la contrainte appliquée diminue.

Le stade primaire de fluage est une conséquence du mouvement et de l'annihilation des dislocations qui sont produites lors de la transformation martensitique et qui sont introduites dans une faible proportion lors de la mise en charge. La vitesse de déformation diminue, l'érouissage l'emporte sur la restauration de la matrice. L'accélération de la vitesse de fluage est une conséquence de la dégradation de la résistance au fluage due à l'évolution de la microstructure au cours du temps (ABE, 2008). La restauration importante et un effet de structure vont conduire à la ruine du matériau.

La figure IV.33 superpose les données du NIMS sur un Grade 91 normalisé à 1060°C (90 min), revenu à 760°C (60 min) et à 730°C (8.4h) pour simuler un PWHT. Le matériau se présente sous la forme d'une plaque de dimensions 15 000 (L) × 2 200 (T) × 50 (S) mm<sup>3</sup>.



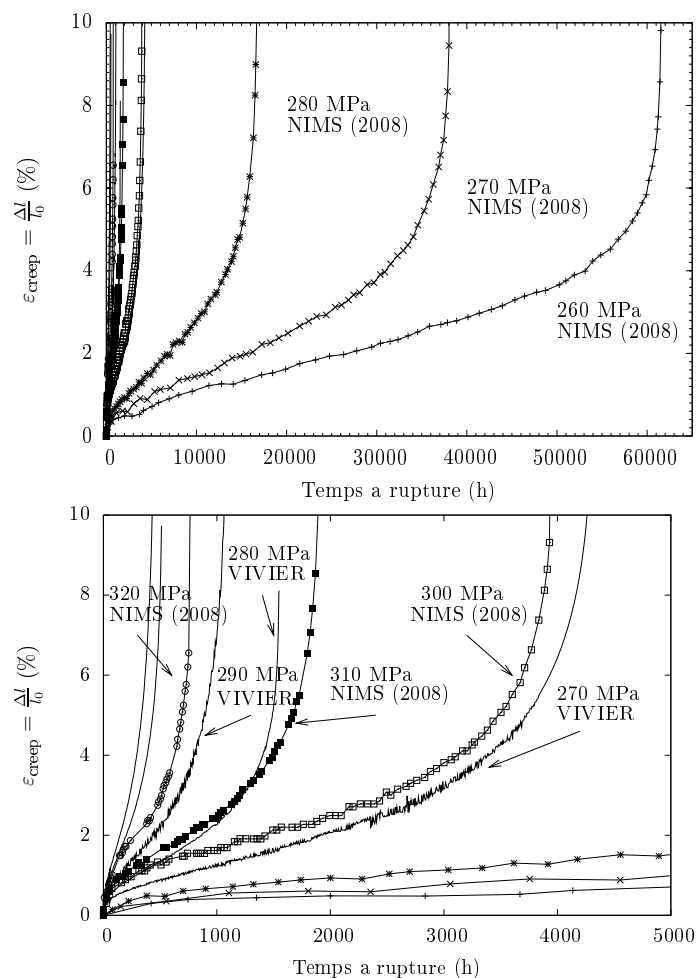
**Fig. IV.32** – Courbes de fluage à 500°C, Métal de Base Détensionné

Les courbes montrent que les données de cette étude ne peuvent pas être complétées par les données du NIMS car le comportement des deux matériaux semblent être différents.

Dans le graphique *Contrainte Appliquée vs Temps à Rupture* de la figure IV.34, il apparaît que le matériau étudié possède des propriétés plus faibles que ce qui peut être trouvé par ailleurs, notamment au NIMS. Toutefois, le matériau du NIMS se présente sous la forme d'une plaque de moins forte épaisseur (50 mm) ce qui influence les propriétés mécaniques induites par rapport à une tôle épaisse, à la suite de traitements thermiques comparables en température. Les données de KIMURA sont fortement dispersées mais englobent les résultats de cette présente étude ce qui les confortent. Force est de constater que le Grade 91 ne possède pas de dégradation remarquable dans sa résistance au fluage à long terme, contrairement à d'autres nuances au Chrome (YOSHIZAWA et al., ress). Dans les données de la figure IV.35, les données de (BOOKER et al., 1981) concernent le fluage à 482°C et à 593°C. Ces données encadrent également les données de cette étude (cf. figure IV.35).

De manière plus détaillée concernant les matériaux de la littérature rassemblés sur la figure IV.34.

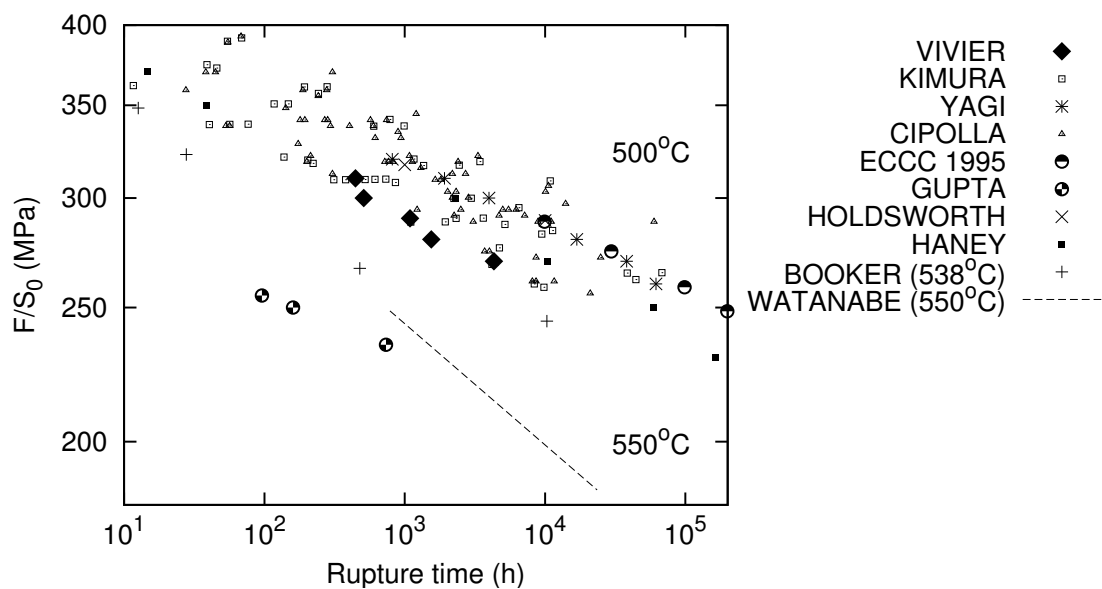
- Le matériau de (GUPTA and WAS, 2008) est un T91 austénitisé à 1040°C pendant 46 min, revenu à 760°C pendant 42 min. Les essais de fluage ont été menés sous argon à 500°C.
- Le matériau de (HANEY et al., ress) est un Grade 91 normalisé à 1070°C pendant 7h et revenu à 760°C pendant 8h, issue d'une tôle d'épaisseur 300 mm.
- (KIMURA, 2005) ne donne pas d'information sur les traitements thermiques du Grade 91 utilisé. L'épaisseur de la tôle mère n'a pas d'effet sur la résistance au fluage à 500°C lorsque des éprouvettes issues de tôles d'épaisseur supérieure à 75 mm et inférieure à 75 mm sont testées.



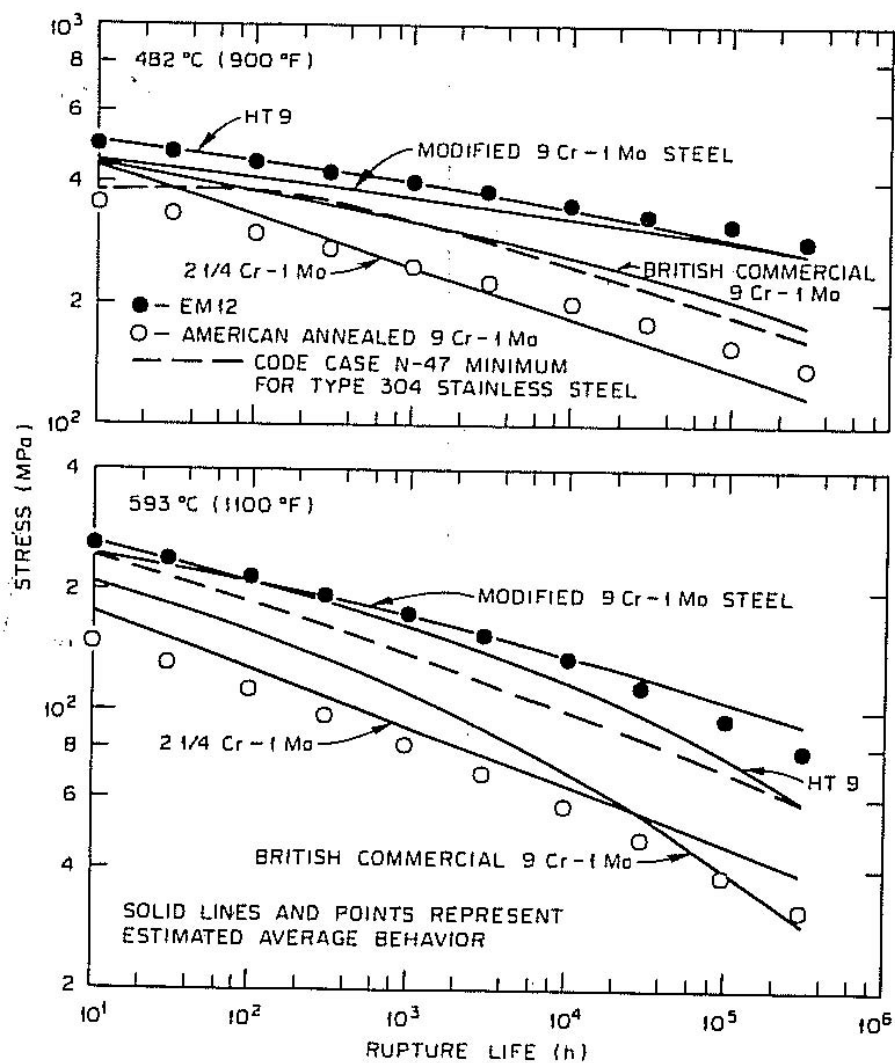
**Fig. IV.33** – Courbes de fluage, Métal de Base Détensionné, superposées avec celles du NIMS (KIMURA et al., 2008)

- Le Grade 91 de (BOOKER et al., 1981) est normalisé à 1040°C pendant 1h et subi un revenu à 760°C pendant 1h.
- (YAGI, 2008; YAGI, 2006; KIMURA et al., 2008) rassemblent des données sur un Grade 91 sous la forme d'une tôle de 50 mm d'épaisseur. Il a été austénisé à 1060°C pendant 90 min, revenu à 760°C pendant 60 min et subi une simulation de PWHT pendant 8.4h à 730°C.
- Le Grade 91 de (WATANABE et al., 2006) est issu d'une tôle d'épaisseur de 25 mm. L'auteur ne fournit pas d'indication sur les traitements thermiques.
- (CIPOLLA and GABREL, 2005; HOLDSWORTH, 2005) ne donnent pas d'indication sur leur Grade 91 utilisé

Tous ces résultats sont cohérents à part ceux de GUPTA, qui ont été obtenus à la suite d'essais de fluage sous argon. Les résultats de cette présente étude sont validés par cette revue bibliographique.



**Fig. IV.34** – Temps à rupture à plus ou moins long terme d'un Grade 91 flué à 500°C; (YAGI, 2008; YAGI, 2006; KIMURA et al., 2008; WATANABE et al., 2006; KIMURA, 2005; KIMURA et al., 2000; BOOKER et al., 1981; GUPTA and WAS, 2008; HOLDSWORTH, 2005; HANEY et al., ress)



**Fig. IV.35** – Contrainte appliquée en fonction du temps à rupture pour un Grade 91 flué à différentes températures (BOOKER et al., 1981)

### IV.3.4 Propriétés mécaniques liées au fluage

Le tableau IV.9 résume les données d'allongement à rupture ainsi que le coefficient de réduction de section pour les différents essais de fluage menés à EDF. L'allongement a été mesuré après essai, directement sur l'éprouvette à partir de la mesure de la distance entre les collerettes. La valeur de cet allongement présente des résultats très dispersés.

Température (°C)	Contrainte (MPa)	Temps à Rupture (h)	A (%)	Z (%)
500	270	4317	21.1	84.5
500	280	1546	14.3	85.1
500	290	1090	21.5	83.8
500	300	511	17.2	83.5
500	310	450	22.1	83.0

**Tab. IV.9** – Paramètres et résultats des essais de fluage, Métal de Base Détensionné, EDF

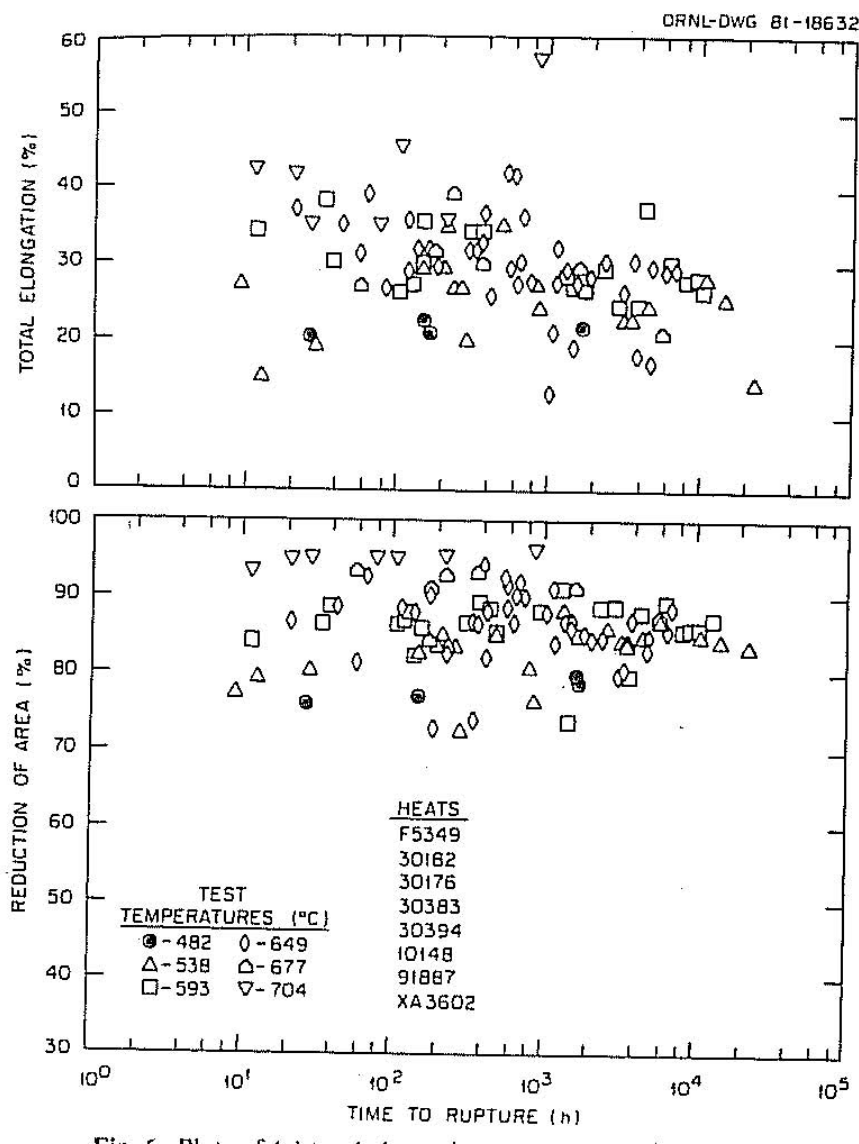
Ces données sont cohérentes avec celles de la littérature pour une plage de températures de 482°C à 538°C, comme le présente la figure IV.36.

La figure IV.37a) donne l'évolution de la contrainte pour 1000 h de rupture en fonction de la température d'essai (COLEMAN and NEWELL Jr, 2007). Pour 500°C, leur matériau T/P91 rompt au bout de 1000 h pour une contrainte d'environ 260 MPa, contre 290 MPa pour le matériau étudié ici. A titre de comparaison, cette figure fournit également l'évolution de la contrainte appliquée pour le même temps à rupture pour d'autres nuances type 2.25Cr-1Mo. La figure IV.37b) donne une contrainte à rupture au bout de 10 000 h d'environ 300 MPa (BOOKER et al., 1981) alors que le matériau étudié casse pour cette même contrainte au bout de 511 h. Ceci est le signe caractéristique d'une certaine dispersion dans les résultats d'essais de fluage, y compris pour les matériaux de même nuance et ayant subis les mêmes traitements thermiques. Enfin, la figure IV.37c) fournit une contrainte à rupture au bout de 10<sup>5</sup> h d'environ 150 MPa, mais les données sont affectées d'un coefficient de sécurité  $S_{mt}$  qui intervient vraisemblablement dans le domaine de la fabrication et n'est pas fourni par l'auteur.

En tout état de cause, plus le temps d'exposition au fluage est long, plus la contrainte nécessaire pour mener à la rupture diminue.

Si on traçait un graphe de Larson-Miller, les données de fluage obtenues pour le Métal MBD se situeraient sous les courbes des 9Cr-1Mo-V-Nb de la figure IV.38. Les points de la présente étude n'ont pas été ajoutés à la dite-courbe pour plus de facilité de lecture. Force est de constater que l'optimisation de la composition chimique des 9Cr permet d'augmenter le temps à rupture pour une contrainte donnée par rapport à d'autres nuances.

Pour un Grade 91 normalisé-revenu entre 1040-1090°C et 740-780°C respectivement, la réduction d'aire après fluage à 550°C est assez élevée (environ 90%) pour des temps d'exposition inférieurs à 1000 h environ comme le montre la figure IV.39 (Di GIANFRANCESCO et al., 2005). La figure IV.39 montre qu'à partir de 2000 h de fluage à 550°C, la réduction de section des essais rompus fluctue énormément. Autant pour les temps courts, le mécanisme qui conduit à la rupture dans les derniers instants de vie de l'éprouvette semble être de l'écoulement plastique avec une très forte réduction de section, autant pour les temps plus longs (vers 5000 h) le coefficient de réduction de section varie de quelques pourcents à près de 90%. Cette fluctuation signifie vraisemblablement un changement dans le mécanisme qui conduit à la rupture finale, soit par endommagement de fluage (faible Z), soit par viscoplasticité (fort Z). On s'attend plus à des mécanismes diffusifs qu'à des mouvements de dislocations, qui cependant continuent à assurer la déformation par



**Fig. IV.36** – Allongement à rupture et Réduction de section pour un Grade 91 flué à différentes températures (SIKKA et al., 1981)

fluage. Cela étant, il y a des points douteux où il n'existe quasiment pas de striction alors que la figure IV.36 présentait une réduction de section beaucoup plus homogène, en accord avec nos résultats.

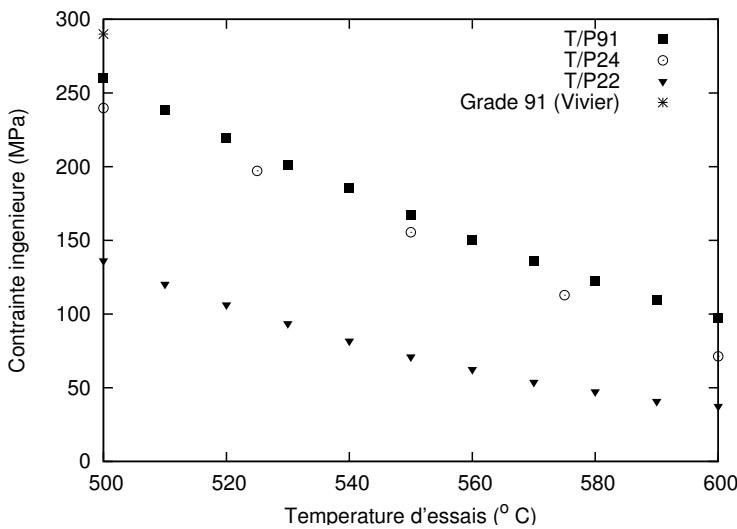
(ANDERSON et al., 2003) a mesuré une réduction de section de 78% après un essai de fluage à 550°C. Pour le cas d'étude, la réduction de section est d'environ 85% après des essais de fluage à 500°C, ce qui est assez proche de ce qu'obtient (Di GIANFRANCESCO et al., 2005) pour des essais à courts termes à 550°C.

### IV.3.5 Observation des faciès de rupture

Conformément aux figures IV.40 et IV.41, la rupture est ductile transgranulaire à cupules avec une striction bien marquée.

Les faciès des éprouvettes fluées de Métal de Base Détensionné présentent une rupture ductile quel que soit le niveau de contrainte. La géométrie circulaire des faciès indiquent une isotropie de déformation (cf. figure IV.40). Il semble ne pas y avoir d'influence de la





(a) Pour  $10^3$  h d'exposition (COLEMAN and NEWELL Jr, 2007)

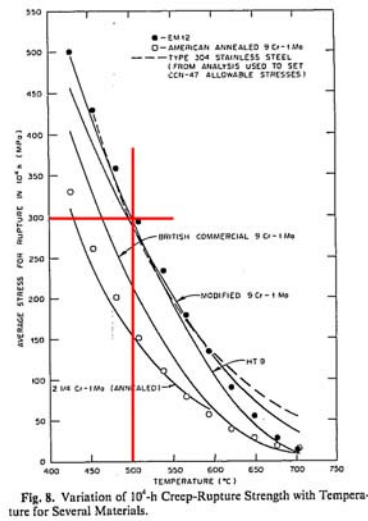
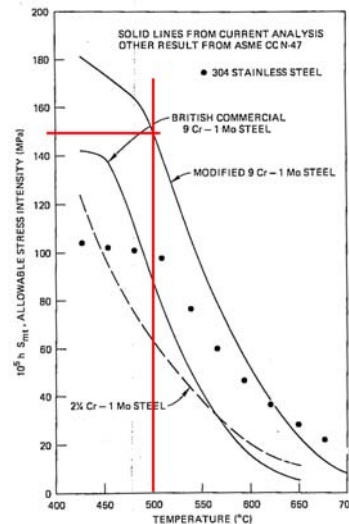


Fig. 8. Variation of  $10^4$ -h Creep-Rupture Strength with Temperature for Several Materials.

(b) Pour  $10^4$  h d'exposition (BOOKER et al., 1981)

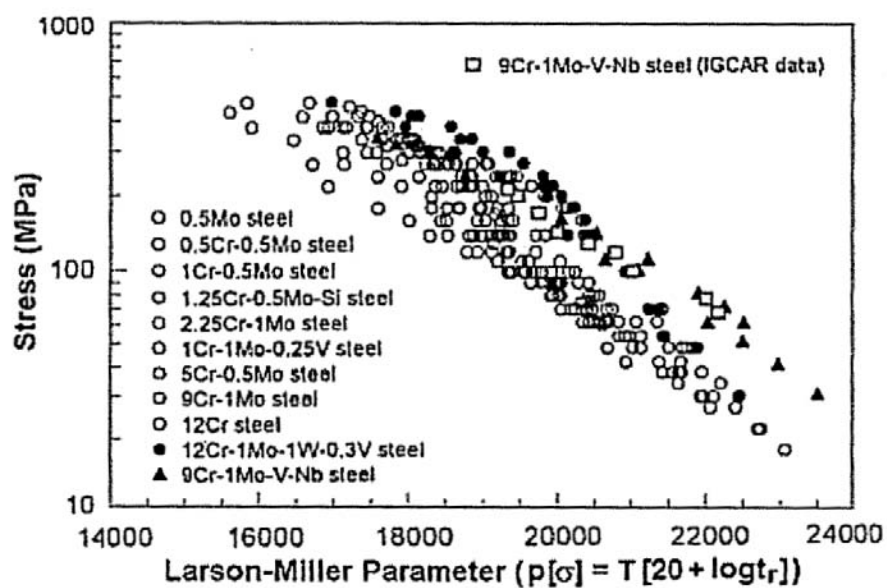


(c) Pour  $10^5$  h d'exposition (BOOKER et al., 1981)

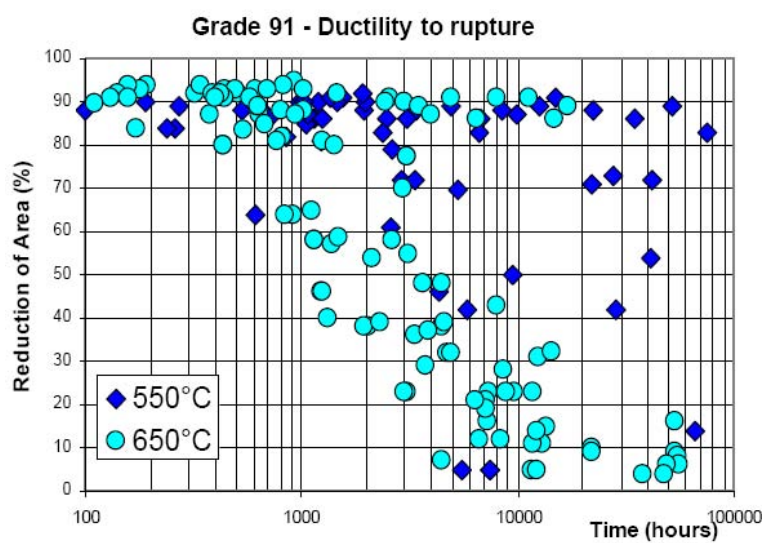
**Fig. IV.37** – Contraintes appliquées pour un temps à rupture donné en fonction de la température d'essais pour un Grade 91

durée de fluage sur le développement de grosses cavités. Néanmoins, la figure IV.41 met en lumière la coalescence des cavités primaires de taille moyenne de  $10 \mu\text{m}$ . Des analyses EDX sur les inclusions en fond de cupules ont été réalisées ; les résultats sont identiques à ceux déjà observés pour les essais de traction. Les résultats de ces analyses conduisent à une répartition bimodale de type d'inclusions : de gros  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et de petits MnS.

Les faciès de rupture des éprouvettes fluées étant identiques aux faciès de rupture des éprouvettes tractionnées, les mécanismes responsables de la rupture dans les derniers instants d'essai sont donc identiques. En raison de la faible dimension des cupules que présentent les faciès, la rupture finale n'est probablement pas due à la cavitation endommageante classique de fluage mais plus à de l'écoulement viscoplastique. Il s'agit d'une rupture ductile classique comme on a pu le constater lors des essais de traction plutôt



**Fig. IV.38** – Courbe de Larson-Miller (pas d'infos sur les traitements thermiques) (MAN-NAN et al., 2003)



**Fig. IV.39** – Evolution de la réduction de section au cours du temps d'exposition (Di GIANFRANCESCO et al., 2005)

d'une rupture interfaciale.

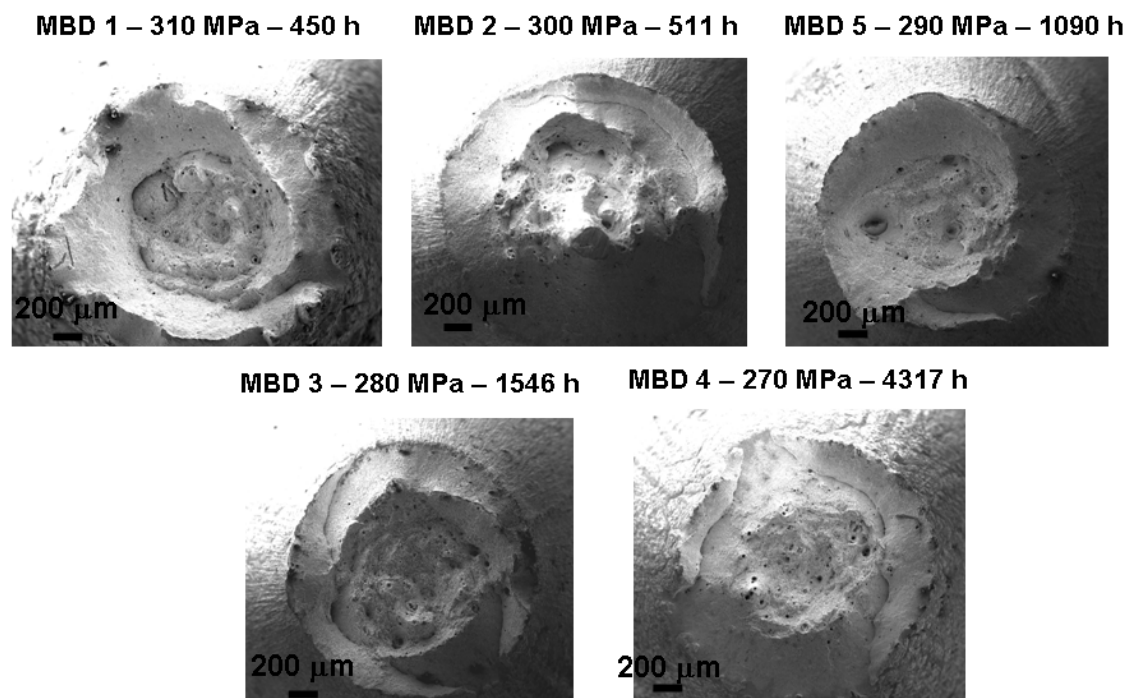


Fig. IV.40 – Isotropie des faciès de rupture des éprouvettes fluées (SEM-SE)

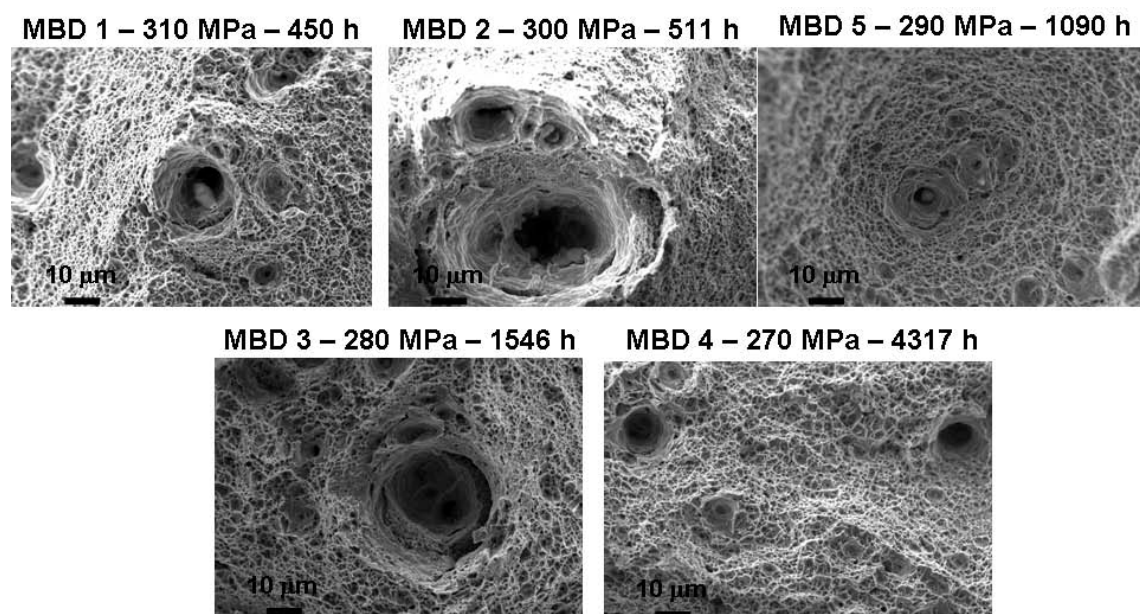
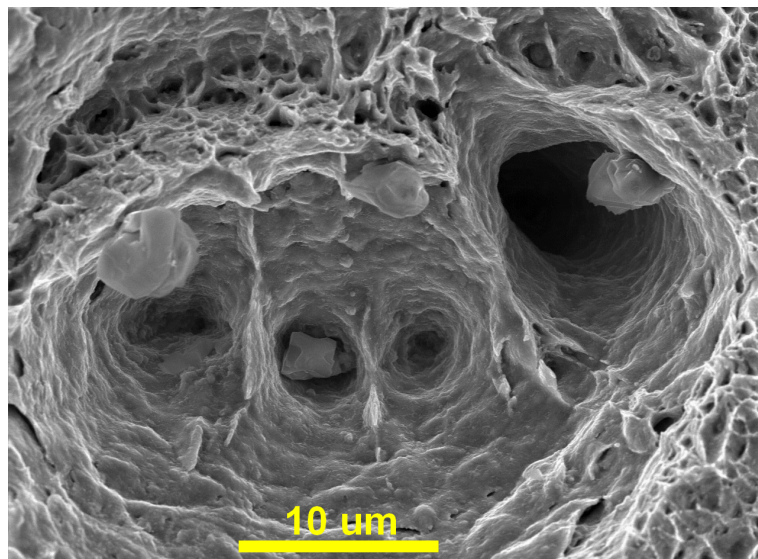


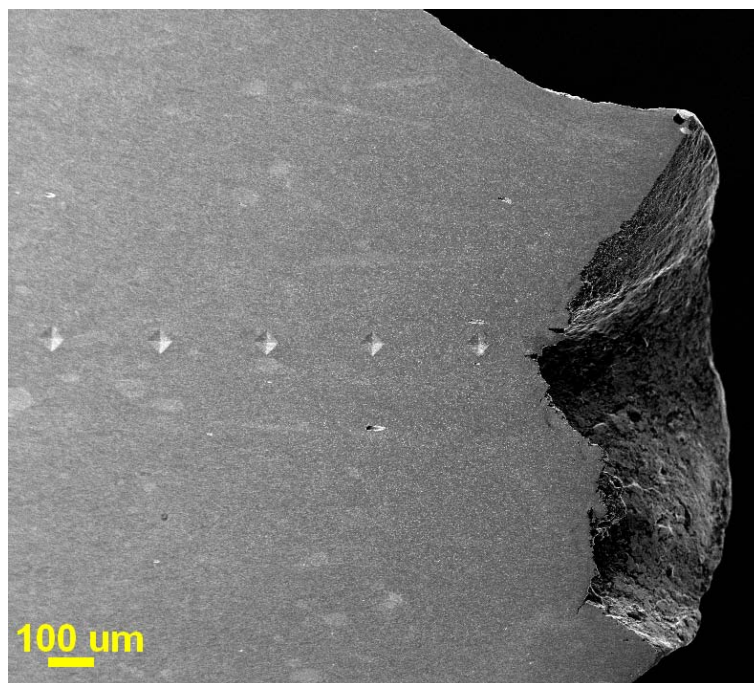
Fig. IV.41 – Caractère ductile des faciès de rupture des éprouvettes fluées (SEM-SE)



**Fig. IV.42** – Inclusions sur le faciès d'une éprouvette de Grade 91 fluée jusqu'à 1546 h à 500°C (SEM-SE)

### IV.3.6 Observations de la microstructure

#### a) Découpes longitudinales



**Fig. IV.43** – Observation d’une coupe longitudinale suivant son axe d’une éprouvette de Grade 91 fluée jusqu’à 1546 h à 500°C (SEM-SE)

La figure IV.43, qui est représentative des autres éprouvettes fluées à 500°C de cette étude, montre une coupe longitudinale suivant l’axe de révolution d’une éprouvette fluée pendant 1546 h.

Ces observations mettent en lumière la zone de striction avec une forte zone d’écrasement plastique, sans présence marquée de cavités à cette échelle. GAFFARD (GAFFARD, 2004) a mis en évidence un endommagement important pour des essais à 600°C. Il y a donc un effet de la température sur le mécanisme final qui conduit à la rupture du matériau Grade 91.

Afin de déterminer une fraction surfacique de cavités dans les éprouvettes fluées à 500°C, une méthode d’analyse d’image sur des clichés SEM de coupes longitudinales d’éprouvettes à plus fort grandissement a été utilisée. Les résultats sont présentés dans le paragraphe suivant.

#### b) Quantification de l’endommagement

Dans un premier temps, l’éprouvette possédant le plus long temps d’exposition a été analysée (4317 h), afin de déterminer une fraction surfacique maximale de porosité. La volonté ici est de se positionner dans une configuration la plus pénalisante, donc avec une fenêtre d’analyse pas trop grande centrée sur de grosses cavités.

**Méthode** La découpe longitudinale de l’éprouvette est légèrement décentrée pour disposer exactement d’une face dont le plan coïncide avec le plan médian de l’éprouvette. Cette face ainsi obtenue a été polie puis finalisée à l’OPS pour déboucher les cavités et

pour révéler la microstructure par contraste chimique. Une fois le polissage réalisé, la microstructure est observée au microscope SEM-BSE. Une attention particulière est faite sur le choix du grandissement de manière à disposer dans la fenêtre d'analyse d'un certain nombre de cavités. Il est clair que la fraction de cavités est dépendante de la taille de la fenêtre d'analyse et donc du grandissement utilisé. Dans ce cas présent, on ne cherche pas à être représentatif de l'état de déformation dans l'éprouvette.

A l'aide des outils d'analyse d'image développés par Franck N'GUYEN au Centre des Matériaux, il est possible de rechercher toutes les cavités sur une image contrastée. La démarche adoptée se décompose en trois parties : le traitement de l'image issue directement du SEM, la binarisation et le seuillage de cette image et enfin, le traitement de l'image binaire.

Le cliché SEM est une image de  $512 \times 512$  pixels voire  $512 \times 1024$  pixels. Chaque pixel possède une valeur de 0 à 255 (du noir au blanc). Il est à noter que l'œil humain en raison de sa constitution est plus sensible aux niveaux de gris qu'aux couleurs. L'image de niveaux de gris doit posséder une bonne distribution de ces niveaux de gris, sans sursaturation des blancs ou des noirs qui engendrerait une détérioration de l'information. Une telle image possède en fait une répartition bimodale de niveaux de gris avec un pic de répartition entre 0 (noir) et 125 et entre 125 et 255 (blanc). L'image réelle a deux défauts : cette répartition bimodale n'est pas symétrique par rapport à la valeur moyenne de 125 et la fonction de répartition est bruitée. Pour y remédier, l'image va être filtrée pour réduire le bruit et faire apparaître plus clairement la répartition bimodale de niveaux de gris. Puis, on va lui appliquer un seuil pour palier à la non-symétrie de cette répartition bimodale. In fine, le premier pic, d'amplitude plus grande, correspondra à la matrice, le second correspondra aux porosités, aux particules de secondes phases, ...

L'opération intermédiaire avant le seuillage est l'application d'un ou plusieurs filtres afin de nettoyer l'image de façon à « débruiter » la fonction de répartition de l'image de niveaux de gris. Un des filtres utilisés permet de déterminer les extrema locaux en termes de niveaux de gris, ce qui permet de déterminer les bords de la fenêtre d'analyse et les bords de sous-domaines (cavités par exemple).

Puis, à partir du cliché SEM filtré, une binarisation à seuil est effectuée. La recherche du seuil est entreprise manuellement par l'utilisateur par la méthode d'essai-erreur sur le gradient de la matrice originelle (ou fonction de répartition) afin d'obtenir une image noir et blanc réaliste par rapport à la microstructure réelle. L'image en niveau de gris devient une matrice de 0 et 1, les cavités apparaissent en blanc, le reste en noir. L'image binaire est ensuite traitée grâce à des opérations de morphologie binaire.

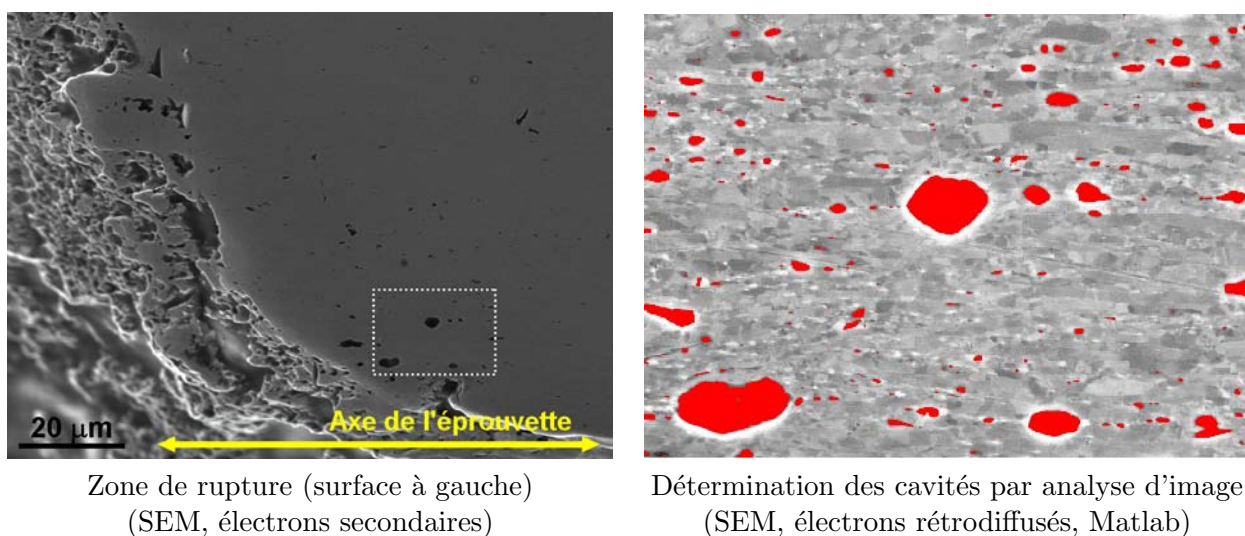
Parmi ces opérations, citons l'érosion et la dilatation qui constituent l'opération d'ouverture permettant de débruiter l'image. L'image binaire ne contient plus de bruit numérique mais du bruit au sens amas de pixels isolés contenus dans l'image non reliés à une entité morphologique réelle. Concrètement, l'érosion est basée sur la soustraction ensembliste de Minkowsky où un filtre est appliqué dont la taille est plus grande que l'objet à supprimer et plus petite que celle de l'objet nécessaire pour conserver toute l'information de l'image. L'image de dimension initiale est retrouvée en dilatant la zone de l'ensemble supprimé par érosion. Il s'agit de l'addition de Minkowsky. Tout comme l'ouverture, il est possible d'appliquer des opérations de fermetures, visant notamment à fermer des contours de cavités mal détectés.

Un seuil haut (pour les blancs) est également déterminé par l'utilisateur pour limiter l'apparition de cavités non existantes physiquement mais qui pourraient apparaître lors du calcul du gradient de l'image. L'utilisateur peut intervenir manuellement pour supprimer de lui même des grandes zones blanches susceptibles de ne pas être des cavités, mais

uniquement dues à l'ombre d'un objet lors des observations SEM.

Un outil de colorisation de pixel associée aux cavités afin de constater visuellement la performance des différents filtres et opérations réalisées sur l'image réelle est utilisé, comme le montre la figure IV.44. Enfin, la fraction surfacique de cavités est déterminée comme le rapport de l'aire totale des cavités sur l'aire totale de l'image, qui se traduit par une fraction de nombre de pixels. Connaissant l'échelle des clichés SEM, il est possible de déduire une surface moyenne de cavités.

**En pratique** Dans le cas de l'éprouvette de métal de base qui a subi le plus long temps d'exposition, une valeur maximale de cette fraction de cavités serait de 5.3% dans une zone très pénalisante comme le montre la figure IV.44.



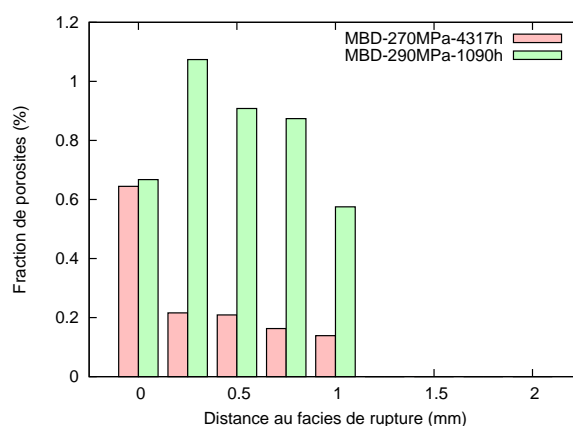
**Fig. IV.44** – Fraction surfacique maximale de porosité sur l'éprouvette 270 MPa fluée à 500°C pendant 4317 h : 5.3%

**Evolution dans le sens longitudinal** La méthode étant exposée, on se concentre sur un grandissement qui permet d'être représentatif de l'état d'endommagement dans toutes les éprouvettes fluées. Un fort grandissement va augmenter la fraction surfacique de cavités, mais la fenêtre ne sera pas représentative de la zone pour une distance au faciès donnée. A l'inverse, le grandissement doit permettre de distinguer les cavités de taille d'environ 0.5  $\mu\text{m}$ , taille définie arbitrairement par rapport aux observations de la microstructure. Aussi, pour le SEM utilisé et dans les conditions d'observations mises en place, le grandissement choisi a été de 400.

Avec un tel grandissement, il a été constaté que dans toutes les éprouvettes, l'endommagement par cavitation est faible, et est surtout présent au centre de la section circulaire de l'éprouvette. Aucune cavité représentative n'a été observée en extrémité radiale des éprouvettes. Le développement des cavités dans le sens longitudinal à partir de la zone de rupture est très faible ; les plus grosses cavités sont au centre et en bordure de la zone de rupture.

Une étude systématique (même grandissement, même distance de travail, même tension accélératrice) a été réalisée sur deux éprouvettes fluées jusqu'à 1090 h et jusqu'à 4317 h. Des clichés SEM-BSE ont été réalisés tous les 250  $\mu\text{m}$  depuis le faciès de rupture. Les observations sur l'ensemble des éprouvettes ont conduit à s'arrêter à 1 mm du faciès. La fenêtre d'analyse est d'environ  $100 \times 75 \mu\text{m}^2$ . La méthode présentée ci-dessus est mise en

application pour ces clichés SEM-BSE. Un histogramme peut alors être tracé donnant la fraction surfacique de cavités en fonction de la distance au faciès (cf. IV.45).



**Fig. IV.45** – Evolution de la fraction de cavités le long de l’axe de l’éprouvette pour différents paramètres de fluage (500°C)

**Conclusions** Cette analyse de détermination d’une fraction surfacique de porosités n’a que pour vocation de montrer que l’endommagement dans les éprouvettes fluées jusqu’à 4317 h à 500°C est peu développé. Des analyses du même type, non rapportées ici, ont été également réalisées dans le sens radial à différentes distances de la zone de rupture. Le résultat corrobore ces conclusions. Il n’y a pas d’endommagement majeur par cavitation dans les éprouvettes fluées à 500°C jusqu’à 4317 h.

### c) Analyses EBSD

Les analyses EBSD ont été réalisées sur une surface de  $100 \times 100 \mu\text{m}^2$  avec un pas de  $0.25 \mu\text{m}$ . Ces analyses ont été effectuées dans trois zones de la demi-éprouvette, découpée longitudinalement : une zone proche du faciès de rupture, une zone au milieu de la longueur utile disponible sur la demi-éprouvette analysée et une zone dans la tête de l’éprouvette. Les résultats sont présentés sur les figures IV.46 à IV.48. Ils ne concernent que l’éprouvette fluée à 500°C pendant 4317 h.

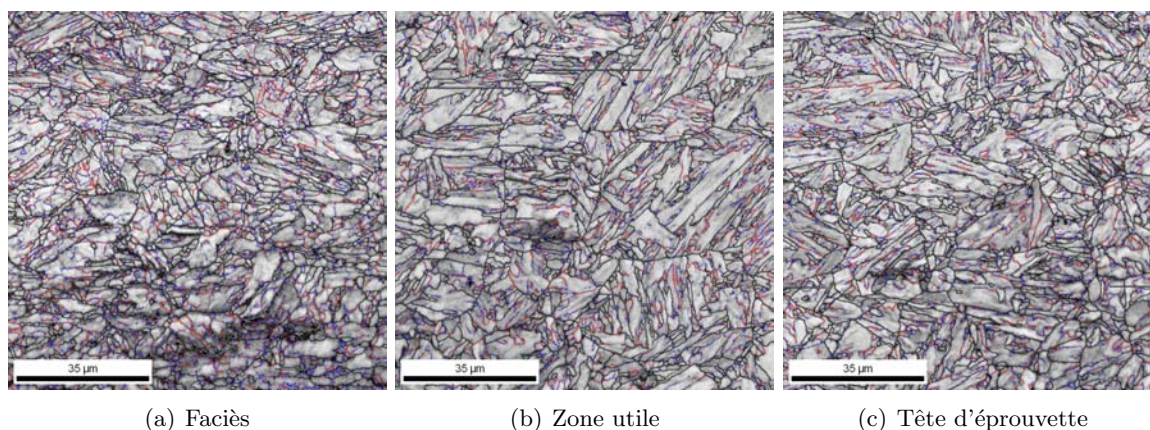
Ces observations montrent que la microstructure évolue peu, donc il n’est pas utile d’analyser les autres éprouvettes fluées à la même température pendant des durées d’exposition plus courtes.

### d) Nature des précipités

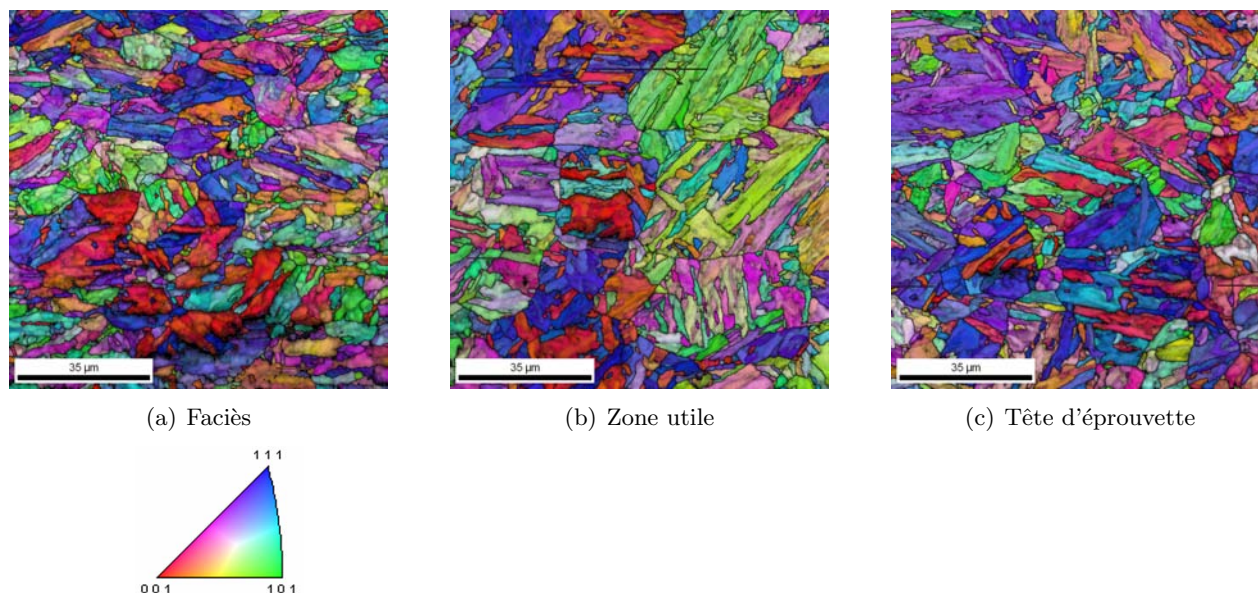
Des calculs de thermodynamique chimique ont été réalisés avec MatCalc. Ces calculs, non présentés ici, tiennent compte de l’histoire thermique du Grade 91 MBD depuis sa normalisation jusqu’à 5000h de maintien en température à 500°C. Il n’est pas possible de prendre en compte la contrainte appliquée. Il s’agit donc d’un simple traitement de vieillissement thermique qui est imposé sous MatCalc. Les résultats rapportent l’apparition de  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ , de MX et de phases de Laves d’un rayon moyen de 28 nm.

Les observations sur le métal MBND vieilli à 500°C jusqu’à 12 208 h n’ont pas mis en évidence l’existence de telles phases de Laves. Par conséquent, les calculs MatCalc ne peuvent pas être validés quant à l’apparition de ces phases de Laves avec un tel rayon dans le cas présent.





**Fig. IV.46** – Clichés des indices de qualité de clichés EBSD pour différentes zones d'éprouvette avec la superposition des joints de désorientation :  $3^\circ$  à  $5^\circ$  (bleu),  $5^\circ$  à  $10^\circ$  (rouge) et  $> 10^\circ$  (noir)

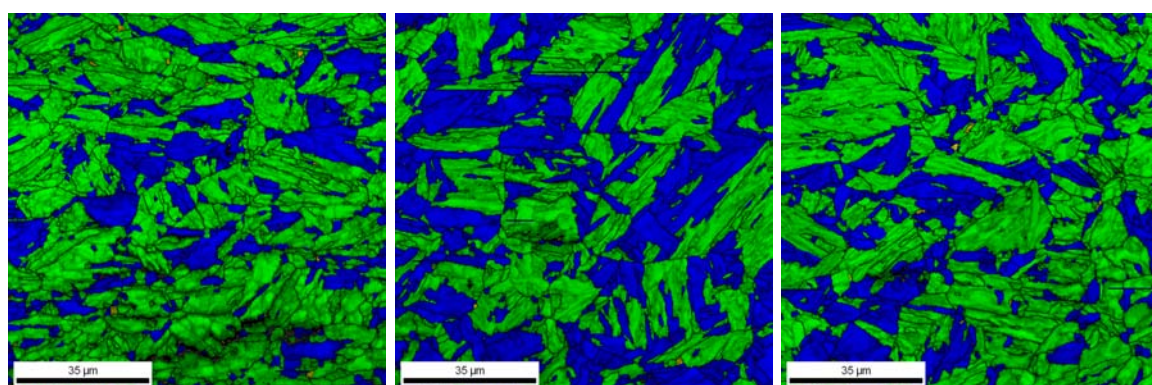


**Fig. IV.47** – Cartographie des orientations pour différentes zones d'éprouvette

Concernant les types de précipités, la littérature est pauvre en données de fluage à  $500^\circ\text{C}$  pour des courts temps d'exposition. (FURTADO et al., 2003) rapporte qu'après un fluage à  $566^\circ\text{C}$  pendant 7 308 h aucune phase de Laves n'a pu être détectée dans un Grade 91 (cf. figure IV.49). Concernant les autres types de précipités, (SHEN et al., 2008) a montré que la fraction volumique des VN semblait rester constante durant le fluage; ce type de précipités est donc très résistant à la coalescence jusqu'à  $650^\circ\text{C}$ . Cette phase participe activement à la résistance au fluage.

Des répliques extractives ont été réalisées sur la face polie d'une demi-éprouvette découpée longitudinalement après fluage jusqu'à 4317 h. L'accent a été mis sur la recherche de phases de Laves. Le matériau flué jusqu'à 4317 h comporte des  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  et des MX comme le montre la figure IV.50.

De plus, des prémices de phases de Laves ont été identifiés aux abords de carbures  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ . Mais la taille de ces protubérances associées aux phases de Laves n'ont pas une

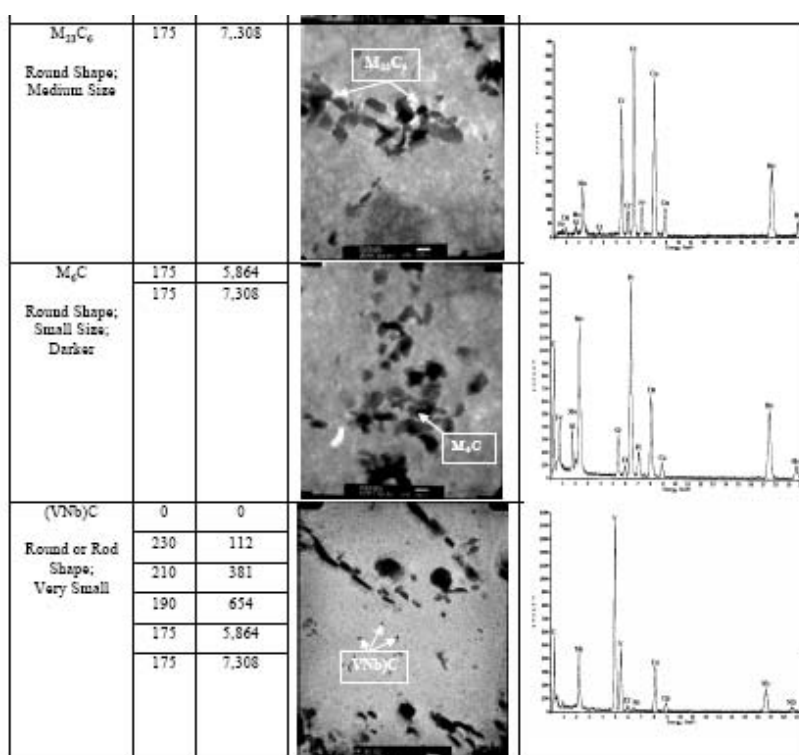


(a) Faciès

(b) Zone utile

(c) Tête d'éprouvette

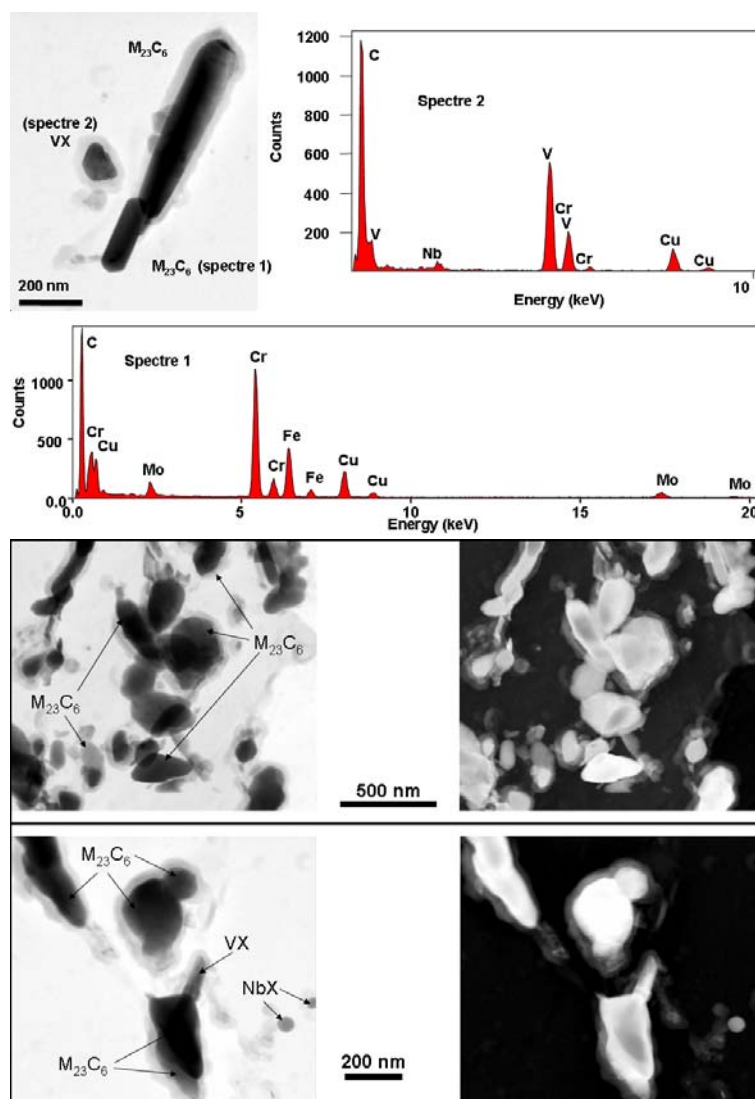
**Fig. IV.48** – Cartographie des désorientations internes pour différentes zones d'éprouvette :  $< 1^\circ$  (bleu),  $1^\circ$  à  $2^\circ$  (vert),  $2^\circ$  à  $3^\circ$  (jaune),  $3^\circ$  à  $4^\circ$  (orange)



**Fig. IV.49** – Spectres EDX de  $M_{23}C_6$  et  $(V,Nb)C$  rencontrés dans un Grade 91 après fluage à  $566^\circ C$  pendant 7 308 h (175 MPa) (aucune indication sur les paramètres temps-contrainte) (FURTADO et al., 2003)

taille jugée acceptable pour valider l'existence de phases de Laves. Ces phases de Laves semblent toutefois apparaître sur des carbures ou comme des fils de matière reliant deux  $M_{23}C_6$  (cf. figures de IV.51 à IV.53). Ces protubérances sont associées à des phases de Laves en raison de leur teneur en Mo et Si. Cette forme filaire de ces phases de Laves est également cohérente avec les observations de MIYATA bien qu'observées sur un acier 12Cr-2W-Cu-V-Nb flué à  $600^\circ C$  pendant 3 années (MIYATA et al., 2000).

En mode EFTEM, quelques analyses ont été réalisées afin de déterminer la présence de phases de Laves uniquement en dressant les cartes du Cr et du Fe, la carte du Mo n'est pas



**Fig. IV.50** – Précipités principaux d'un Grade 91 flué à 500°C pendant 4317 h (réplique extractive, STEM+EDX)

accessible (la raie K est trop énergétique, la raie L est trop proche de celle du C). La figure IV.54 coïncide avec la première zone de la figure IV.53. Ces observations montrent que le mode EFTEM n'est pas adapté pour déterminer avec précision l'existence des phases de Laves dans le matériau d'étude flué jusqu'à 4317 h à 500°C. En revanche, elle est bien adaptée pour déterminer rapidement la présence de carbures riches en Cr et des nitrures riches en V, comme le montre la figure IV.55.

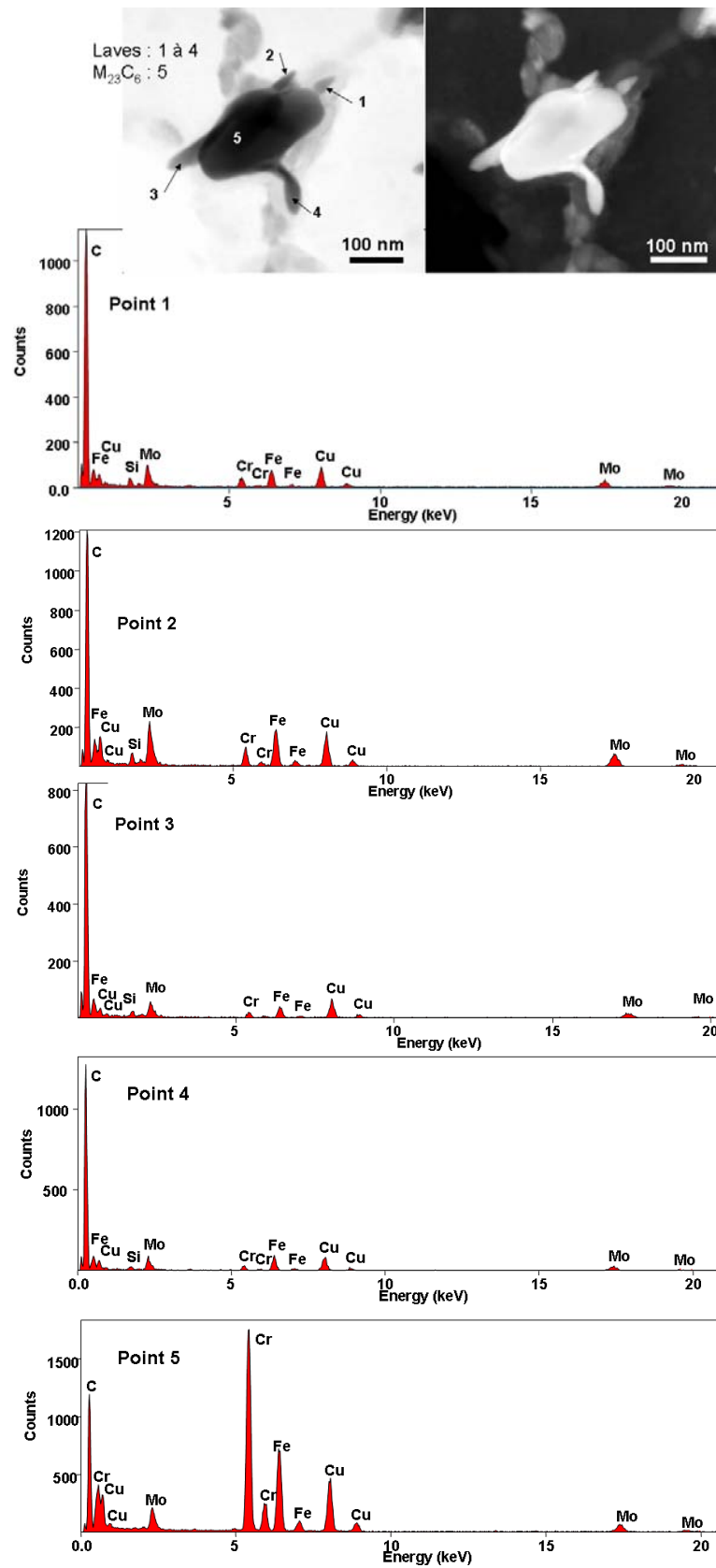


Fig. IV.51 – Identification de potentielles phases de Laves (STEM+EDX)

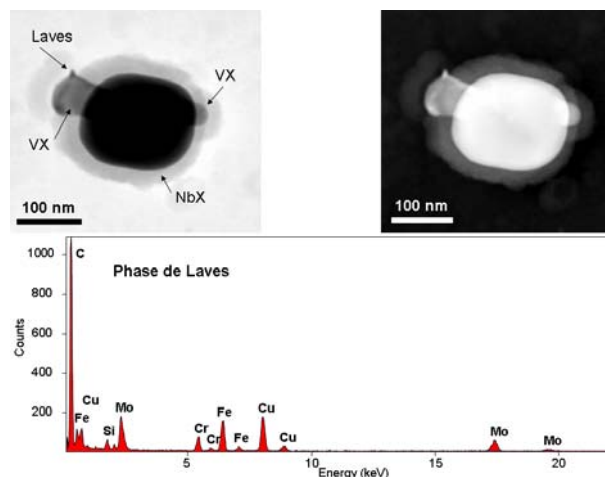


Fig. IV.52 – Identification de phases de Laves (STEM+EDX)

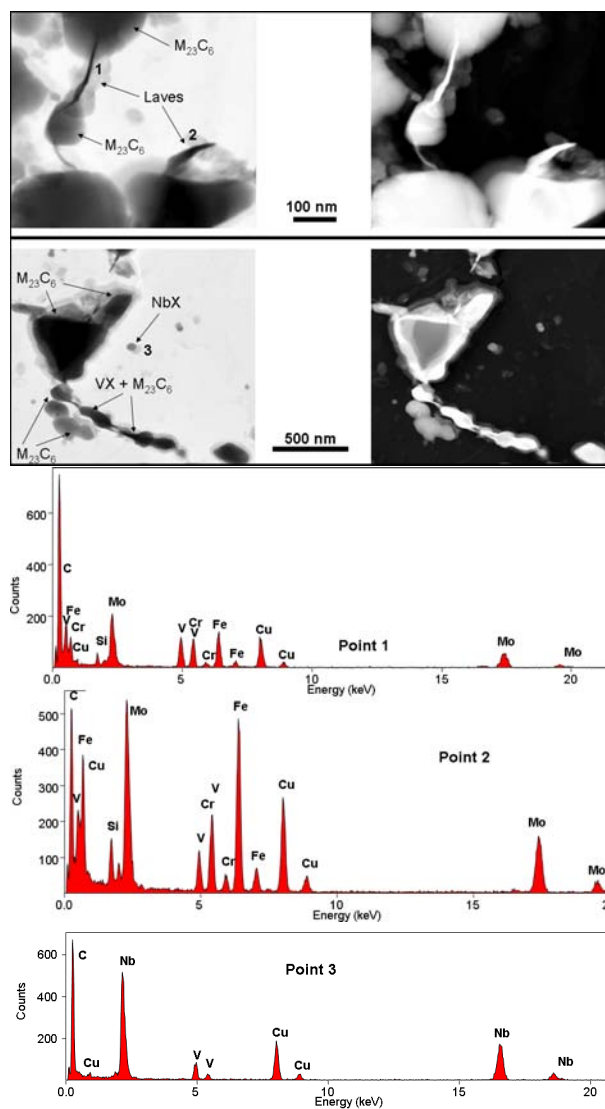
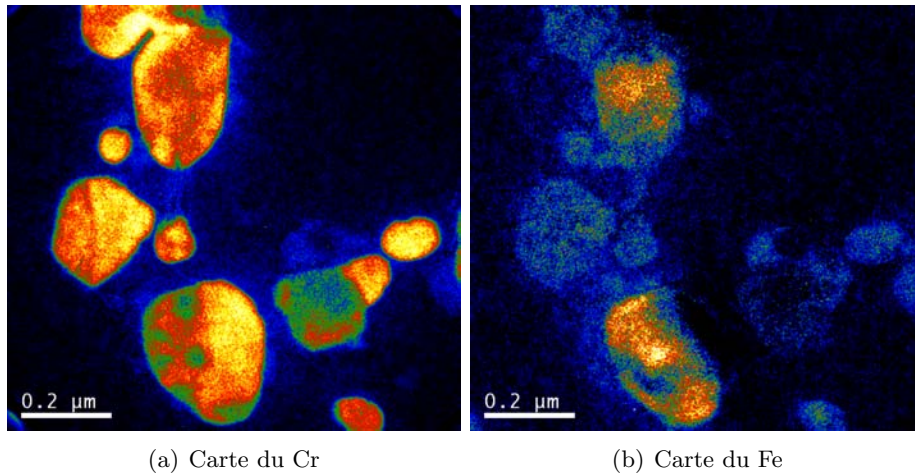
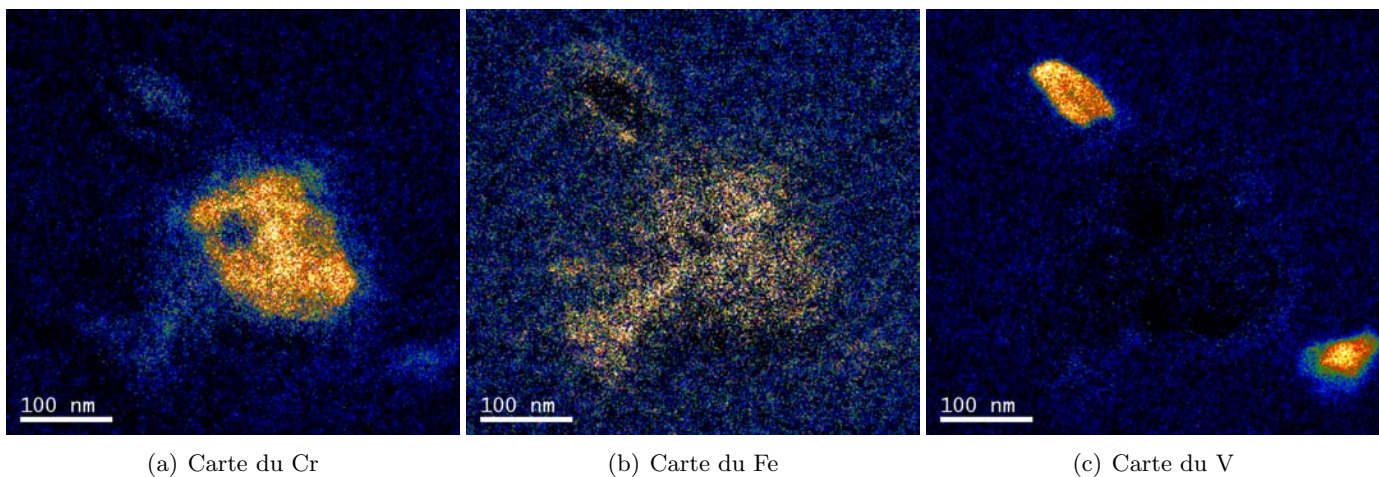


Fig. IV.53 – Identification de phases de Laves (points 1 et 2, STEM+EDX)



**Fig. IV.54** – Observations en mode EFTEM sur une réplique extractive du matériau MBD flué à 500°C pendant 4317 h



**Fig. IV.55** – Observation en mode EFTEM sur une réplique extractive du matériau MBD flué à 500°C pendant 4317 h

### IV.3.7 Profil de microdureté

Des lignes d'indentations Vickers sous une charge de 500g ont été réalisées, chaque empreinte est espacée de 250  $\mu\text{m}$  par rapport à ses voisines pour éviter l'influence de l'écroutissage plastique d'une empreinte à l'autre.

On observe une diminution de la dureté plus importante dans la zone de longueur utile plutôt que dans les têtes d'éprouvette ce qui démontre que la structure à l'état de réception est plus stable thermiquement que si on lui applique une contrainte pendant l'exposition à haute température.

La figure IV.56 donne l'évolution de la microdureté dans le sens de traction de l'éprouvette. La dureté après fluage du matériau diminue légèrement vers la zone strictionnée avec une augmentation drastique en raison de la présence d'une zone de plasticité induite près de la surface de rupture.

La dureté du matériau MBD, avant essai est rappelée :  $\simeq 206 \text{ HV}0.5$  par une ligne horizontale repérée « Etat de Réception ». La figure V.37 indique une valeur de 215 HV0.5 si on se place à une épaisseur donnée dans la tôle ; sinon une moyenne sur toute l'épaisseur de la tôle de métal MBD est de 206 HV0.5. Après fluage, la tête et la première moitié du fût de l'éprouvette ont une dureté équivalente à celle avant fluage. La deuxième moitié du fût voit sa dureté diminuer jusqu'à  $\simeq 204 \text{ HV}0.5$  avant la zone de striction qui présente une forte déformation plastique. Les têtes des éprouvettes étant fixées dans les mors des lignes d'amarrage de la machine d'essais, la microstructure dans cette zone ne subit qu'une influence de la température. La tête ne subit donc qu'un vieillissement statique à 500°C compris entre 450 et 4317 h, suivant les essais mais celui-ci ne modifie pas la microstructure du matériau. Enfin, il apparaît clairement que la température fait diminuer la dureté du matériau pendant un temps relativement long de 4317h par rapport à une durée de 446h, principalement dans la seconde moitié du fût de l'éprouvette, vers la zone de striction.

### IV.3.8 Conclusions sur le comportement en fluage

**Temps à rupture** Les essais de fluage réalisés à 500°C sur du Grade 91 Métal de Base Détensionné (MBD) fournissent des temps à rupture de 450h jusqu'à 4317h. Les courbes de fluage présentent un stade primaire bien marqué, un stade tertiaire très important et un stade secondaire plus ou moins existant suivant le niveau de contrainte. Par rapport à la littérature, la résistance du Grade 91 étudié ici est moins bonne que ce qu'on peut trouver par ailleurs, mais les résultats sont néanmoins cohérents (YAGI, 2008; YAGI, 2006; KIMURA et al., 2008; KIMURA, 2005; KIMURA et al., 2000; HOLDSWORTH, 2005; HANEY et al., *ress*).

**Evolution de la précipitation** Les observations réalisées essentiellement sur répliques extractives au carbone montrent que la nature des précipités reste inchangée par rapport à celle du métal MBD non flué. Les phases de Laves, si elles existent, sont rattachées aux carbures  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  et sont de très petites dimensions. Elles n'influencent donc pas le comportement du matériau à 500°C. La taille des  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  et des MX a quelque peu augmentée sans pour autant être significatif. La littérature corrobore ces observations (KIMURA, 2005; CERJAK et al., 1999).

**Evolution de la matrice** La largeur des lattes est initialement de 0.5  $\mu\text{m}$ . Au cours du fluage, cette largeur augmente avec la déformation et la température. La forme de ces lattes, rectangulaire initialement, change progressivement pour devenir équiaxe en raison du regroupement des dislocations en cellules. La coalescence des carbures riches en Cr présents aux joints réduit leur effet stabilisateur de la microstructure, les sous-grains

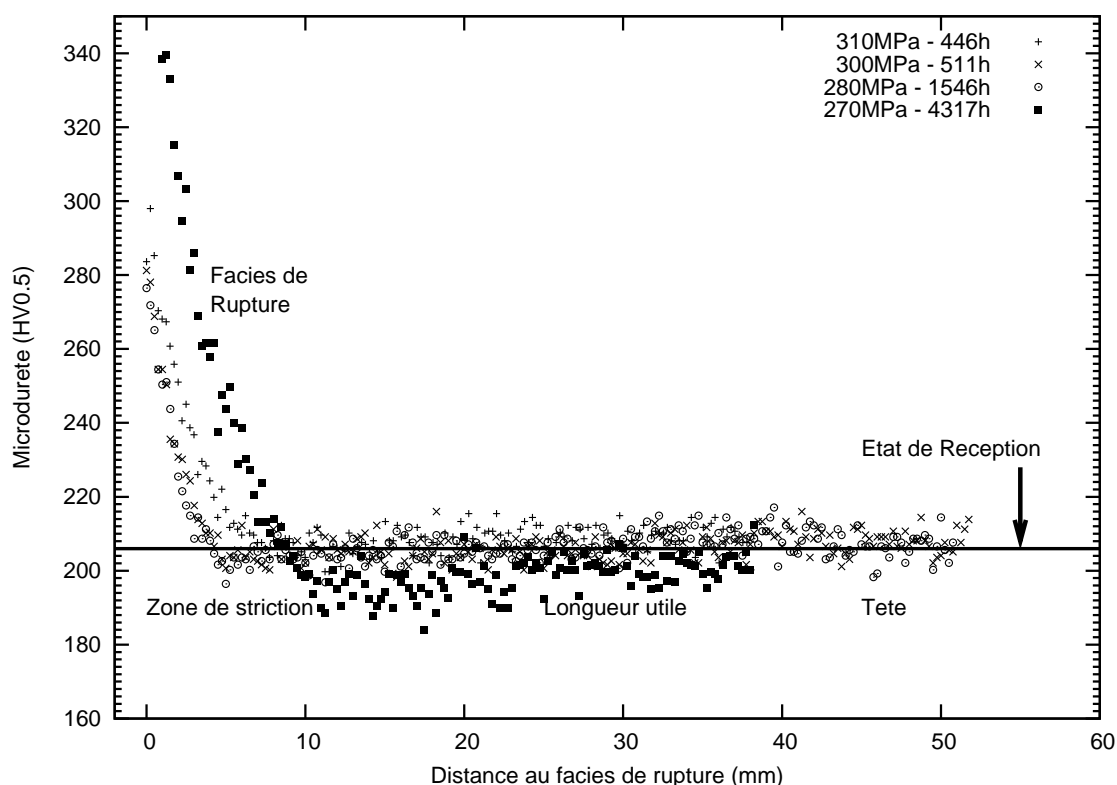


Fig. IV.56 – Profil longitudinal de microdureté sur éprouvettes MBD fluées

croissent ce qui réduit fortement la résistance au fluage. C'est la capacité de l'acier à conserver une petite taille de sous-grains qui permet d'assurer une résistance au fluage à long terme, quel que soit le niveau de contrainte et de température. Les analyses EBSD n'ont toutefois pas mis en évidence de changement drastique dans la microstructure ni dans le fût et ni dans la tête des éprouvettes fluées. Les profils de dureté réalisés sur diverses éprouvettes fluées suivant leur longueur montrent deux choses : un adoucissement du matériau dans le fût et la tête des éprouvettes et une augmentation sévère à proximité de la zone de rupture. Comme aucune phase de Laves ni de phase Z n'apparaissent dans le Grade 91 flué, la résistance au fluage par solution solide est toujours valable après 4317 h de fluage à 500°C. De plus, comme la nature des précipités et leur taille restent inchangées, la résistance par précipitation fine et homogène dans la matrice (assurée essentiellement par les MX) est aussi encore vérifiée même après 4317h de fluage à 500°C. Néanmoins, on assiste à une diminution de la dureté dans l'éprouvette, signe d'une faible restauration qui n'est pas décelée par les observations EBSD au SEM. La restauration de la matrice est induite par la déformation plastique du matériau. Ces points sont confirmés par la littérature (MASUYAMA, 2007; ENDO et al., 2003; POLCIK et al., 1999; MARUYAMA et al., 2001; LEE et al., 2006; HALD, 2008).

Les surfaces polies obtenues par découpe longitudinale des éprouvettes fluées ne présentent pas d'endommagement par cavitation significatif. Les faciès de rupture sont identiques à ceux des essais de traction à 500°C. Ces informations ainsi que la forte augmentation de la dureté dans la zone de rupture des éprouvettes conduisent à écarter l'hypothèse d'une rupture par endommagement après essais de fluage à 500°C pour les éprouvettes MBD. La rupture finale intervient par écoulement viscoplastique.



## IV.4 Modélisation du comportement en fluage

L'objectif de cette section est de proposer un modèle phénoménologique de comportement du matériau MBD en fluage à 500°C après une courte durée d'exposition, inférieure à 4500 h. À partir des données expérimentales, on souhaite prédire la rupture à plus long terme, sans pour autant prétendre à déterminer un temps à rupture pour de très faibles contraintes. Les observations ont montré qu'il n'y avait pas d'endommagement dans les éprouvettes fluées donc une loi adéquate pour modéliser le comportement en fluage est une loi de type Norton.

### IV.4.1 Etapes du dépouillement

Les étapes du dépouillement des essais se décomposent comme suit :

- Tronquer les courbes de fluage jusqu'à  $\frac{t_r}{2}$
- Ajuster les paramètres d'une loi de comportement pour modéliser les stades primaire et secondaire dans le but d'identifier la vitesse minimale de fluage
- Ajuster les paramètres de la formule de HOFF donnant le temps à rupture  $t_r$  en fonction de la vitesse minimale de fluage

### IV.4.2 Hypothèses et Limites de la modélisation

- Pour déterminer la vitesse minimale de fluage, une partie de la courbe de fluage est utilisée. Cette dernière est tronquée à  $\frac{t_r}{2}$  donc une partie du fluage secondaire n'est pas pris en compte. On perd une partie de l'information.
- La géométrie des éprouvettes étant cylindrique lisse et un seul matériau étant testé avec ces éprouvettes MBD, le fluage secondaire peut être modélisé par une loi puissance de type Norton.
- Le temps à rupture peut être déterminé à partir de la formule de HOFF qui ne prend en compte que la vitesse minimale de fluage. L'hypothèse simplificatrice de ramener la détermination du temps à rupture à uniquement la vitesse du fluage secondaire engendre sur-estimation du temps à rupture. Un paramètre multiplicatif  $\kappa$  permet de corriger notamment la non prise en compte du stade primaire et sans doute dans une moindre mesure le peu d'endommagement par cavitation vu dans le matériau flué.

### IV.4.3 Loi de comportement

Le stade primaire peut être modélisé par loi simple de type :

$$\varepsilon^I(t) = E_0 + Q \left( 1 - \exp \left( -\frac{t}{\tau} \right) \right) \quad (\text{IV.1})$$

Le paramètre  $E_0$  prend en compte la déformation de mise en charge lors du lancement de l'essai. Il s'agit de l'ordonnée à l'origine. Le paramètre  $Q$  est le niveau de déformation atteint en fin de fluage primaire. Le paramètre  $\tau$  décrit la vitesse à laquelle le matériau va atteindre son niveau de déformation de fin de stade primaire.

Le stade secondaire suit une loi linéaire en fonction du temps :

$$\varepsilon^{II}(t) = \dot{\varepsilon}_{ss} t \quad (\text{IV.2})$$

Le paramètre  $\dot{\varepsilon}_{ss}$  est le paramètre qui nous intéresse de prime abord dans cette modélisation. Ainsi, une loi de comportement modélisant les deux premiers stades du fluage

peut s'écrire :

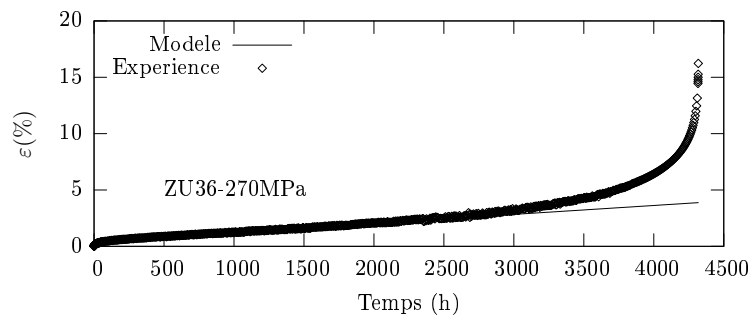
$$\varepsilon(t) = E_0 + Q \left( 1 - \exp \left( -\frac{t}{\tau} \right) \right) + \dot{\varepsilon}_{ss} t \quad (\text{IV.3})$$

Un ajustement des paramètres  $E_0$ ,  $Q$ ,  $\tau$  et  $\dot{\varepsilon}_{ss}$  est réalisé pour chaque courbe de fluage à 500°C. Le tableau VI.6 donne les résultats d'ajustement.

$\sigma$ (MPa)	$t_r$ (h)	$\dot{\varepsilon}_{ss}$ (%.h <sup>-1</sup> )	$Q$ (%)	$\tau$ (h)	$E_0$ (%)
310	450	0.01038	0.44	6.1	0.06
300	511	0.00756	0.44	7.9	0.06
290	1090	0.00356	0.38	11.9	0.05
280	1546	0.00175	0.42	21.0	0.05
270	4317	0.00079	0.42	35.0	0.04

**Tab. IV.10** – Ajustement des paramètres  $E_0$ ,  $Q$ ,  $\tau$  et  $\dot{\varepsilon}_{ss}$  en fonction des essais de fluage à 500°C

La figure IV.57 illustre la modélisation des deux premiers stades de fluage sur une éprouvette fluée jusqu'à 4317h à 500°C.



**Fig. IV.57** – Modélisation des stades primaire et secondaire de fluage, 500°C, 4317 h

#### IV.4.4 Loi d'écoulement

Pour des températures d'essais supérieures à  $0.3 T_f$ , (COCKS and ASHBY, 1982; ASHBY et al., 1979) ont montré que les mécanismes de déformation de fluage secondaire peuvent être modélisés par une loi puissance de type Norton.

$$\dot{\varepsilon}_{ss} = A \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^n \quad (\text{IV.4})$$

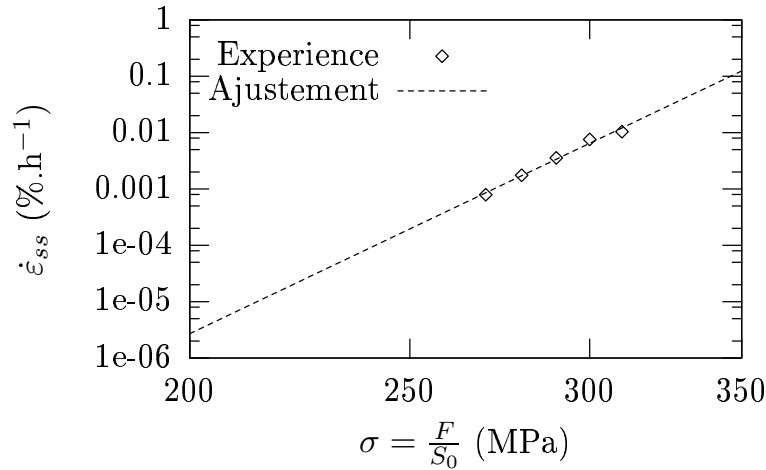
où  $A$  et  $n$  sont des paramètres matériaux et  $\sigma_0$  est une contrainte de référence prise arbitrairement égale à 150 MPa. Les deux premiers paramètres sont ajustés à partir de la détermination de la vitesse minimale de fluage en fonction de la contrainte appliquée. Ils dépendent de la température d'essais. Les paramètres  $A$ ,  $n$  et  $\sigma_0$  sont non indépendants.

Plus précisément, pour que chaque vitesse de fluage secondaire ait un poids équivalent, l'ajustement se fait à partir de l'écriture logarithmique de la formule précédente, à savoir :

$$\ln \dot{\varepsilon}_{ss} = \ln(A) + n(\ln \sigma - \ln \sigma_0) \quad (\text{IV.5})$$

L'ajustement conduit aux valeurs suivantes et la figure IV.58 montre une bonne cohérence entre les points expérimentaux et la droite du modèle :

- $A = 1.09\text{e-}08$  ( $\%\cdot\text{h}^{-1}$ )
- $n = 19.2$



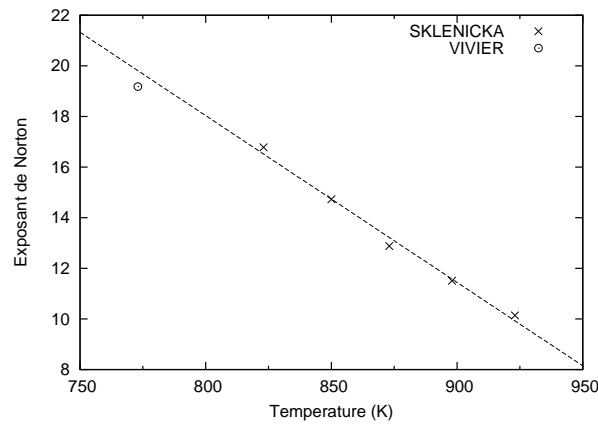
**Fig. IV.58** – Vitesse minimale de fluage en fonction de la contrainte appliquée (MBD)

L'exposant de Norton est assez élevé mais est cohérent avec la littérature :

- SPIGARELLI détermine un exposant de Norton de 14 pour des essais de fluage à 575°C (SPIGARELLI et al., 1999).
- Dans le cas d'un fluage à 550°C, avec un modèle de comportement de type Norton comme ce qui est proposé dans ce mémoire, TOTEMEIER obtient un exposant de Norton de 16 (TOTEMEIER et al., 2006) et SKLENICKA de 17 (SKLENICKA et al., 1994).

La figure IV.59 donne une évolution de l'exposant de Norton avec la température d'essais. L'exposant de Norton déterminé dans cette étude suit bien la tendance évoquée par (CADEK et al., 1997). Ces exposants élevés de Norton pour cette gamme de températures peut s'expliquer par le détachement thermiquement activé des dislocations, bloquées aux précipités. Ce détachement est un processus qui contrôle la vitesse de fluage  $\dot{\epsilon}$  (TOTEMEIER et al., 2006; SPIGARELLI et al., 1999; CADEK et al., 1997; ULE and NAGODE, 2007; PARK et al., 2001; DIMMLER et al., 2004).

Le modèle phénoménologique présenté ici peut être amélioré en tenant compte du stade primaire et du blocage des dislocations aux précipités par l'ajout d'une contrainte interne de seuil, que devrait franchir la dislocation pour se remettre en mouvement. Cette contrainte permettrait de modéliser le mécanisme de renfort par l'interaction des dislocations avec les obstacles (dislocations, particules). Elle est interprétée également comme une contrainte de cisaillement des particules de secondes phases (DIMMLER et al., 2004). Dans le modèle, cela correspondrait à l'ajout d'un écrouissage cinématique (JONES and ROHDE, ). Enfin, il est possible d'affiner le modèle avec la prise en compte de la taille des particules (donc du mécanisme d'Orowan) en décomposant cette contrainte de seuil en deux sous-contraintes ; l'une associée aux grosses particules, l'autre aux petites (SPIGARELLI et al., 1999). Mais il est démontré dans la suite que le modèle phénoménologique simple suffit pour obtenir de bons résultats en cohérence avec l'expérience et la littérature.



**Fig. IV.59** – Exposant de Norton en fonction de la température d’essais, d’après (CADEK et al., 1997)

#### IV.4.5 Temps à rupture

Le temps à rupture peut se déduire de la connaissance de la vitesse de fluage secondaire (BROWN and ASHBY, 1980; GOLUB and TETERUK, 1993). Une démonstration de cette formule est donnée ci-après.

On fait l’hypothèse d’incompressibilité, si bien que :

$$Sl = S_0 l_0 \quad (\text{IV.6})$$

La contrainte vraie  $\sigma$  s’exprime alors en fonction de la contrainte nominale  $\sigma_n$  de la façon suivante :

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \frac{l}{l_0} = \sigma_n \frac{l}{l_0} \quad (\text{IV.7})$$

La loi de Norton se modifie alors :

$$\dot{\varepsilon}_{ss} = A \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^n = A \left( \frac{\sigma_n}{\sigma_0} \right)^n \left( \frac{l}{l_0} \right)^n \quad (\text{IV.8})$$

Or :

$$\varepsilon_{ss}(t) = \ln \frac{l(t)}{l_0} \quad (\text{IV.9})$$

L’équation différentielle à résoudre est alors la suivante :

$$\frac{d\varepsilon_{ss}}{dt} = A \left( \frac{\sigma_n}{\sigma_0} \right)^n \exp(n\varepsilon_{ss}(t)) \quad (\text{IV.10})$$

A l’aide d’un logiciel de calcul formel, il est possible d’expliciter l’écriture de la solution  $\varepsilon_{ss}(t)$  de cette équation différentielle, avec la condition initiale  $\varepsilon_{ss}(0) = 0$ . Elle n’est pas donnée ici en détail, elle s’écrit sous la forme :

$$\varepsilon_{ss}(t) = \frac{1}{n} \left( \ln \left( \frac{-1}{f(t)} \right) - n \ln \left( \frac{\sigma_n}{\sigma_0} \right) \right) \quad (\text{IV.11})$$

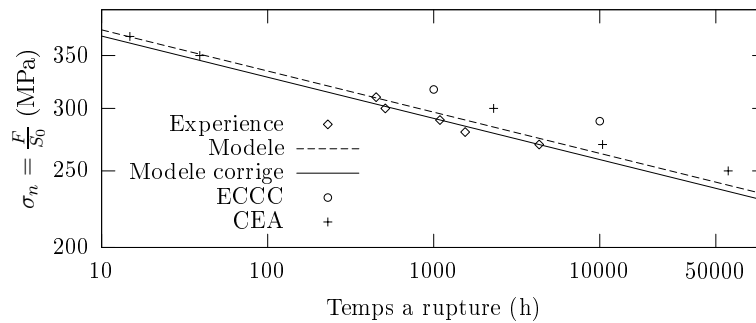
Pour déterminer le temps à rupture  $t_r$ , la condition aux limites  $\varepsilon_{ss}(t_r) = \infty$  annule la fonction  $f(t)$ . Si bien que :

$$f(t_r) = 0 \Leftrightarrow t_r An - \left(\frac{\sigma_n}{\sigma_0}\right)^{-n} = 0 \quad (\text{IV.12})$$

$$\sigma_n = \sigma_0 (t_r An)^{-1/n} \quad (\text{IV.13})$$

Grâce à cette formule, connaissant  $A$  et  $n$ , modélisant la vitesse minimale de fluage, il est possible de prédire un temps à rupture. En raison des diverses hypothèses simplificatrices dont celle qui ne fait pas intervenir le stade primaire dans le calcul du temps à rupture, ce dernier doit être corrigé par un facteur  $\kappa = 1.3$  pour satisfaire une bonne cohérence entre les points expérimentaux et le résultat du modèle (cf. figure IV.60). La figure IV.60 montre une cohérence des résultats avec ceux extraits de la littérature, notamment ceux de l'ECCC (CIPOLLA and GABREL, 2005) qui sont un peu au dessus de nos résultats, et deux du CEA (HANEY et al., ress) qui montrent une dériviation au temps long. Il est possible que d'autres mécanismes doivent être pris en compte pour les essais longs.

$$\sigma_n = \sigma_0 (\kappa t_r An)^{-\frac{1}{n}} \quad (\text{IV.14})$$



**Fig. IV.60** – Prédiction de la durée de vie du métal MBD à 500°C (CIPOLLA and GABREL, 2005; HANEY et al., ress)

#### IV.4.6 Conclusions sur le modèle phénoménologique du Grade 91 flué

Les essais de fluage à 500°C sur du Métal de Base Détensionné fournissent des courbes classiques de fluage avec un stade I peu développé, un stade III bien présent et un stade stationnaire largement présent aux faibles contraintes (durée longue) qui disparaît aux contraintes élevées. Lors du déroulement de la mise en charge, la plasticité de chargement est limitée autant que faire se peut par un dispositif externe qui applique la charge progressivement jusqu'à la consigne, mais elle ne peut pas être négligée. En cela, le modèle de comportement prend en compte un niveau de déformation (quasi-)plastique initiale  $E_0$ .

Le modèle phénoménologique proposé permet de simuler de manière simple et correcte le comportement du Grade 91 Métal de Base Détensionné flué à 500°C en termes de temps à rupture en fonction de la contrainte appliquée. Le modèle est basé sur la loi de Norton où il a été identifié un fort exposant de l'ordre de 19. Cette valeur semble élevée, signe de contraintes internes, mais est en adéquation avec ce que rapporte la littérature.

## IV.5 Conclusions sur le comportement mécanique et l'évolution de la microstructure du Métal de Base

**A**VEC LES OUTILS UTILISÉS, une caractérisation des éprouvettes fluées à 500°C jusqu'à 4317h a été réalisée. Les observations ont montré qu'il n'y avait pas de variation importante de la microstructure du matériau flué par rapport au matériau à l'état de réception. La nature des précipités est la même, leur taille a possiblement grossi, aucune phase de Laves ni phase Z n'ont été clairement identifiées en temps que particules de seconde phase.

Les observations au SEM-FEG en mode électrons rétrodiffusés ainsi que les analyses EBSD tendent à montrer une croissance des sous-grains. Mais une restauration de la matrice n'a pas été mise en évidence. Pour répondre à cette question, il faudrait réaliser des observations au MET sur lame mince, observations qui n'ont pas été faites dans cette étude par manque de temps.

Une légère baisse de la dureté dans le corps de l'éprouvette avec une augmentation drastique en zone plastique due à la rupture est observée après fluage, alors que la tête de l'éprouvette ne subissant que l'influence de la température voit sa dureté diminuer par rapport à celle du métal de base avant fluage.

Il n'a pas été observé une chute de la résistance au fluage à 500°C comme l'avait mis en évidence GAFFARD à 625°C.

Les faciès présentent un caractère ductile à cupules et sont donc identiques à ceux des éprouvettes de traction, les mécanismes responsables de la rupture finale dans les derniers instants de vie de l'éprouvette sont donc probablement identiques. L'endommagement est très peu développé sous le faciès de rupture, donc le modèle de comportement en fluage du métal de base MBD ne prend en compte que l'écoulement viscoplastique.

Le modèle phénoménologique mis en place est un modèle de type Norton. L'exposant de Norton est toutefois assez élevé comparativement à celui identifié par GAFFARD à 625°C ; la valeur identifiée ici est de 19, contre 5 dans la thèse de GAFFARD. Toutefois, cette valeur semble cohérente avec la littérature et suppose l'existence de contraintes internes dues à la densité de dislocations libres dans la matrice.

## IV.6 Ce qu'il faut retenir sur le comportement mécanique et l'évolution de la microstructure du Métal de Base

...

### 1. MICROSTRUCTURE

- Le Métal de Base Détensionné ne voit pas sa microstructure modifiée radicalement après un fluage à 500°C jusqu'à 4317h.
- La nature des précipités est identique à celle avant fluage ; aucune phase de Laves ni de phase Z n'ont été clairement déterminées et caractérisées en tant que particules de seconde phase.
- Le matériau flué voit en revanche sa dureté diminuée notamment dans le fût des éprouvettes testées, alors que la zone de striction possède une dureté très élevée, due à la déformation plastique.
- Les faciès de rupture des éprouvettes fluées sont semblables à celles des éprouvettes testées en traction à 450 et 500°C, si bien que les mécanismes finaux conduisant à la ruine des éprouvettes sont semblables.
- L'endommagement dans le sens longitudinal et dans le sens radial des éprouvettes fluées est très peu développé. Il est surtout très localisé au centre de l'éprouvette, sous la surface de rupture.
- Les analyses EBSD ne permettent pas de montrer une restauration de la matrice, seul argument qui pourrait expliquer la diminution de la dureté dans le fût des éprouvettes fluées.

### 2. MODÈLE

- Un modèle phénoménologique de type Norton a été ajusté sur les courbes de fluage sans prise en compte d'endommagement.
- Le stade tertiaire de fluage est un tertiaire de structure. Le temps à rupture est déterminé à partir d'un ajustement de la vitesse minimale de fluage sur les courbes expérimentales.
- L'exposant de Norton atteint une valeur de 19 pour une température d'essais de 500°C ce qui est assez élevé, mais est conforme avec ce que la littérature peut fournir. Cette forte valeur est le signe de l'existence d'une contrainte interne, due à la densité de dislocations dans la matrice. Cet exposant traduit que le mécanisme qui gouverne la déformation est le glissement des dislocations.

Troisième partie

**Microstructure et Comportement  
du Joint Soudé Grade 91 à 500°C**





---

# Chapitre -V-

## Caractérisation du matériau de l'étude

---

*A*près avoir étudié le comportement mécanique et l'évolution métallurgique après fluage du Métal de Base Détensionné (MND), cette partie s'intéresse au fluage du Joint Soudé (JS) de Grade 91. Dans ce chapitre, une caractérisation métallurgique du Joint Soudé est faite avant fluage. Le Métal de Base Détensionné, loin de la ligne de fusion a été présenté naguère, il ne sera donc pas traité ici. En revanche, les différentes zones du Joint Soudé proprement dit sont décortiquées afin d'en établir le profil métallurgique de référence avant fluage.

*Les techniques expérimentales employées pour cette caractérisation sont les mêmes que celles déjà présentées au chapitre III.*

### Sommaire

---

<b>V.1</b>	<b>Macrographie du Joint Soudé</b> . . . . .	<b>165</b>
V.1.1	Géométrie et dimensions . . . . .	165
V.1.2	Zones d'extraction des éprouvettes de fluage . . . . .	166
<b>V.2</b>	<b>Effet du soudage sur la microstructure</b> . . . . .	<b>167</b>
V.2.1	D'après des observations macroscopiques . . . . .	167
V.2.2	Une diversité de microstructures . . . . .	167
V.2.3	D'après des observations au microscope optique . . . . .	168
V.2.4	D'après des observations au microscope électronique à balayage . . . . .	169
<b>V.3</b>	<b>Détails sur la microstructure du Joint Soudé</b> . . . . .	<b>170</b>
V.3.1	Zone Affectée Thermiquement . . . . .	170
V.3.2	Métal Fondu . . . . .	180

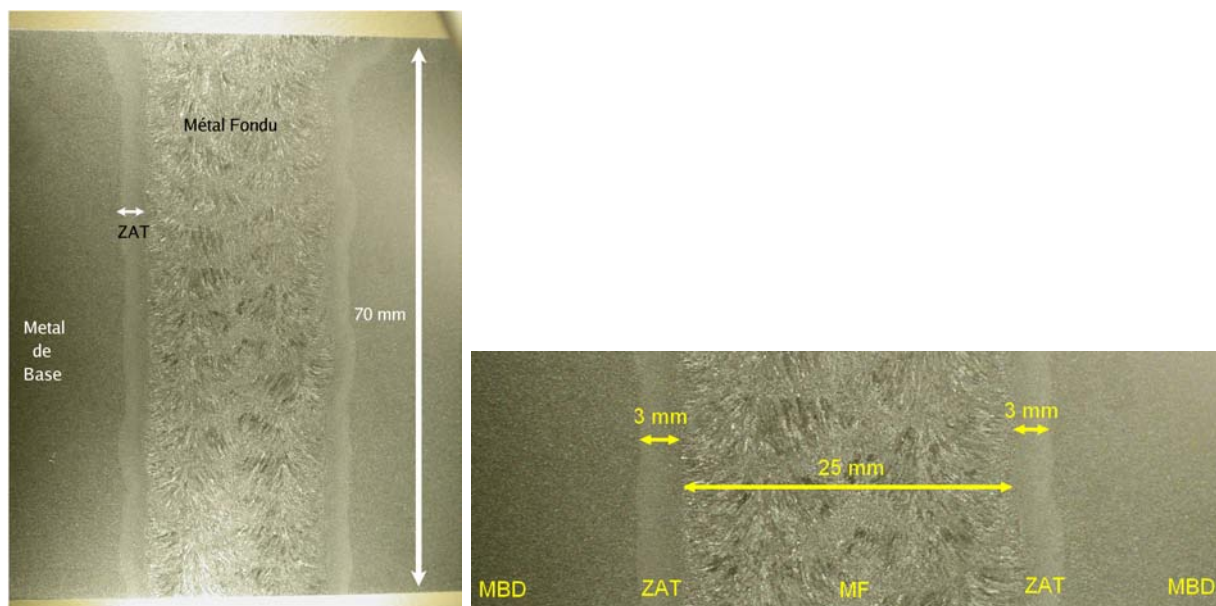
<b>V.4</b>	<b>Simulation de la microstructure du Joint Soudé</b> . . . . .	<b>188</b>
<b>V.5</b>	<b>Profil de dureté dans le sens travers du Joint Soudé</b> . . . . .	<b>189</b>
<b>V.6</b>	<b>Essai de flexion par choc sur Métal Fondu</b> . . . . .	<b>194</b>
	V.6.1 Résistance des joints d'un acier 9Cr . . . . .	194
	V.6.2 Essai de choc . . . . .	194
<b>V.7</b>	<b>Conclusions sur la microstructure du Joint Soudé</b> . . . . .	<b>197</b>
<b>V.8</b>	<b>Ce qu'il faut retenir sur le Joint Soudé ...</b> . . . . .	<b>198</b>

---

## V.1 Macrographie du Joint Soudé

### V.1.1 Géométrie et dimensions

Le Joint Soudé réalisé par AREVA est de grandes dimensions : 1100 mm (L) × 600 mm (T) × 140 mm (S). Le soudage raboute deux tôles filles préalablement découpées de la même tôle mère. La composition du fil de soudage réalisé à l'arc submergé (SAW) est presque identique à celle du Métal de Base, si bien que la tôle de Joint Soudé possède une composition homogène dans son ensemble (cf. chapitre III pour les paramètres de soudage). Après fraisage, la soudure a été réalisée dans le sens longitudinal (L) sur une épaisseur (S) de 90 mm. Après soudage, la tôle est ramenée par fraisage à une épaisseur de 70 mm puis subit un traitement thermique post-soudage de détensionnement (PWHT) de **20h à 750°C**. Ce traitement thermique permet de relaxer les contraintes internes dues au soudage. Ce traitement PWHT ne doit pas excéder 760°C sinon il y a risque de formation d'austenite pendant le traitement, qui sera ensuite transformée en martensite non revenue, plus dure et plus fragile (T-PUT, ). La référence est accessible sur le site web [http://www.t-put.com/english/files/Kraftwerk\\_EN.pdf](http://www.t-put.com/english/files/Kraftwerk_EN.pdf).

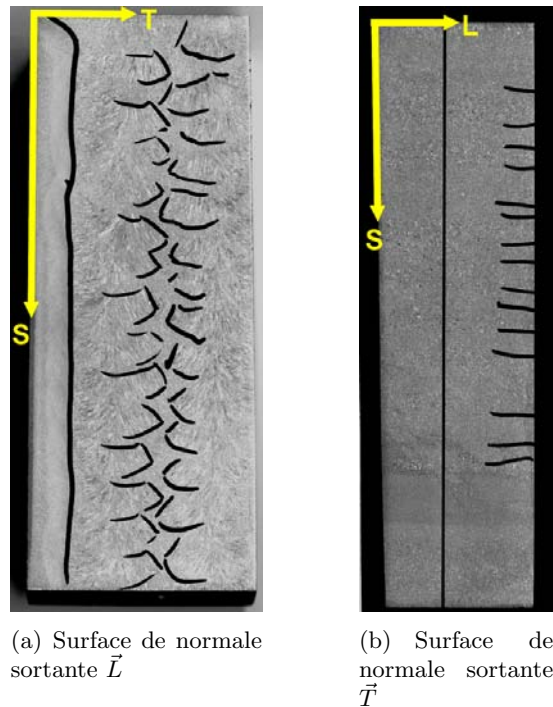


**Fig. V.1** – Macrographie du Joint Soudé et ses dimensions caractéristiques

Une macrographie (cf. figure V.1) dans le sens travers du Joint Soudé a été réalisée à la suite d'une attaque chimique conjointe au perchlorure de fer et au réactif Villela. Cette attaque couplée permet de mettre en évidence les ex-grains austénitiques colonnaires dans la zone fondue, les contours des différentes passes de soudage, les bords de la Zone Affectée Thermiquement (ZAT) et la microstructure revenue du joint dans son ensemble. Cette macrographie permet de déterminer à l'aide du logiciel ImageJ la largeur de la ZAT ainsi que la largeur moyenne du Métal Fondu, connaissant l'épaisseur totale de la tôle (70 mm). La zone fondue possède des bords parallèles d'une largeur moyenne de 25 mm, chaque ZAT est large de 3 mm.

De plus, la figure V.2 présente les différentes passes de soudage dans deux directions : l'une dans la direction  $\vec{L}$ , l'autre dans la direction  $\vec{T}$ . Autant l'attaque chimique est efficace pour mettre en évidence les grains colonnaires dans la direction d'observation  $\vec{L}$ , autant la

tache est difficile dans la direction d'observation orthogonale. Les traits de crayon tentent de séparer les zones à gros grains des zones à petits grains entre-passes. Comme la surface observée dans la direction  $\vec{T}$  coïncide avec la fin de la zone de métal fondu, en proximité de ZAT, il y a moins de zones à petits grains. Ces zones sont surtout présentes dans l'espace délimité par les deux torches de soudage.



**Fig. V.2** – Vues dans deux directions des différentes passes de soudage

### V.1.2 Zones d'extraction des éprouvettes de fluage

A la suite d'analyses de composition chimique et de taille d'ex-grains austénitiques, le chapitre III avait conclu sur la zone 2<sup>ème</sup> quart - 3<sup>ème</sup> quart d'épaisseur de la tôle de Métal de Base Non Détensionné comme zone d'extraction des éprouvettes d'essais. Cette zone se retrouve être globalement le 2<sup>ème</sup> tiers dans l'épaisseur du Joint Soudé. La figure V.1 renforce cette conclusion sur la zone d'extraction d'éprouvettes en raison de la forme conique du joint dans sa partie supérieure et de la microstructure différente de cette zone comparativement au reste du joint.

De plus, loin du cordon de soudure et en raison de la grande largeur des jonctions soudées (600 mm), la microstructure n'a pas vu l'influence thermique des passes de soudage et donc présente une structure de Métal de Base Détensionné (MBD). L'intérêt d'une si large tôle est de pouvoir extraire dans la même zone d'épaisseur des éprouvettes de Joint Soudé et de Métal de Base (détensionné). Le Métal de Base Détensionné constitue donc le matériau de référence de l'étude sur le comportement en fluage du Joint Soudé. La microstructure du MBD a été présentée au chapitre III.

## V.2 Effet du soudage sur la microstructure

### V.2.1 D'après des observations macroscopiques

**Quid du matériau d'étude** Comme le présente la macrographie V.1, le Joint Soudé est suffisamment large pour être constitué de différentes microstructures identifiables qu'il convient de caractériser métallurgiquement :

- le Métal de Base Détensionné (MBD) ou *parent material* sur la figure V.3
- la Zone Affectée Thermiquement (ZAT)
- le Métal Fondu (MF) ou *solidified weld* sur la figure V.3

### V.2.2 Une diversité de microstructures

**Effet des différentes passes de soudage** La taille des grains est un paramètre dépendant de la température. Le pic de température vu par un point donné dans la direction transverse du joint soudé diminue avec la distance à la ligne de fusion. Il est clair qu'une austénitisation a donc lieu vers la zone de fusion alors que la microstructure loin de la ligne de fusion ne sera même pas affectée par le processus de soudage.

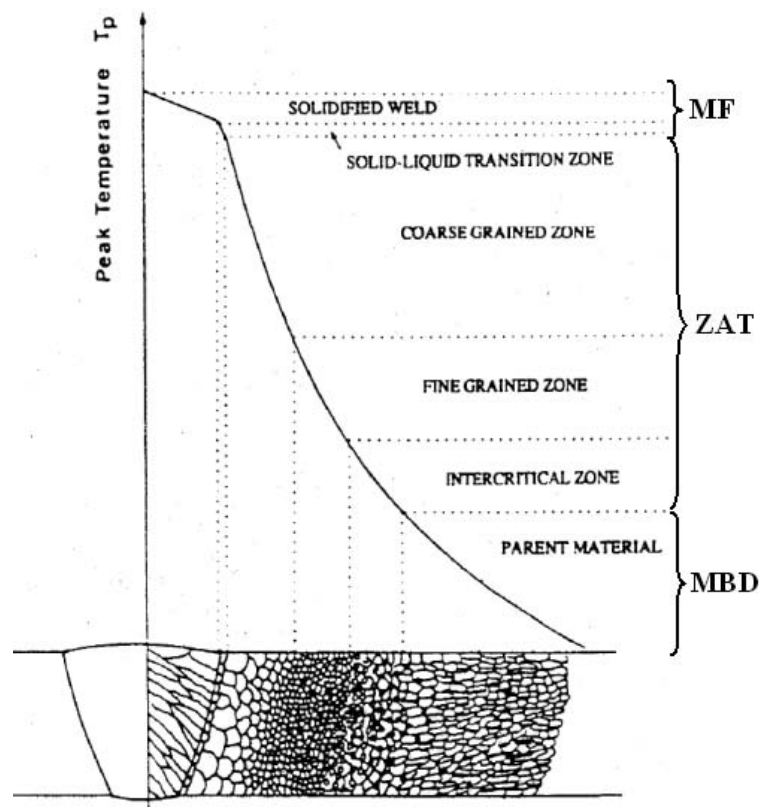
(MYTHILI et al., 2003) a étudié le changement de microstructure dû aux différentes passes de soudage dans un acier P9. La dernière passe de soudage représente la microstructure à l'état brut de soudage, sans cycle thermique dû aux passes successives. Il existe donc a priori une variation de microstructure du haut vers le bas de la tôle soudée. Dans le matériau étudié ici, on s'affranchit de cette potentielle variation de microstructure en extrayant les éprouvettes de fluage dans le second tiers d'épaisseur de la tôle soudée.

MYTHILI définit la microstructure « primaire » de solidification comme la microstructure à l'état brut de soudage sans aucun traitement thermique (ni dû aux passes successives, ni après PWHT). La zone du Joint Soudé consiste donc en une zone de martensite fraîche  $\alpha'$  et une zone affectée thermiquement avec une variété de microstructures. Les passes successives engendrent un « réchauffage » de la structure primaire due au passage de la source de chaleur pouvant entraîner une transformation totale ou partielle de la martensite en austénite. Une microstructure « secondaire » se forme, différente de la structure primaire. Les modifications de la microstructure primaire dépendent des températures atteintes lors du procédé de soudage, de la distance à la source de chaleur et de la vitesse de passage des torches. L'effet du réchauffage se traduit par une diminution de la densité de défauts, la coalescence des lattes, la croissance de grains et la précipitation de carbures. Enfin, (MYTHILI et al., 2003) a étudié un P9 soudé à l'arc manuellement sans traitement PWHT ; il évoque une différence de précipitation entre les diverses zones de ZAT. On verra que dans le matériau étudié ici, cette différence de précipitation n'est pas prédominante.

(SELIGER and GAMPE, 2002) illustre ce gradient de microstructures sur un schéma très clair, traduisant l'évolution de la microstructure dans le sens travers du joint, du Métal Fondu jusqu'au Métal de Base (cf. figure V.3).

Le Métal Fondu (MF) est constitué de zones à grains colonnaires et à petits grains équiaxes. Ces zones représentent la microstructure du joint qui a subi des températures supérieures au liquidus et qui ont été refroidies rapidement.

La zone à gros grains (CGHAZ) de la ZAT, à proximité du MF, correspond à une zone réausténitisée (dans la boucle  $\gamma$ ) ce qui engendre une croissance du grain, limitée toutefois par des NbC primaires. La transformation de la matrice en austénite est donc complète et la dissolution des précipités est presque complète. La température vue par cette zone est supérieure à la température de normalisation (ALBERT et al., 2003; MYTHILI et al., 2003). La taille de grain austénitique est d'environ 50-60  $\mu\text{m}$  (LAHA et al., 1995).



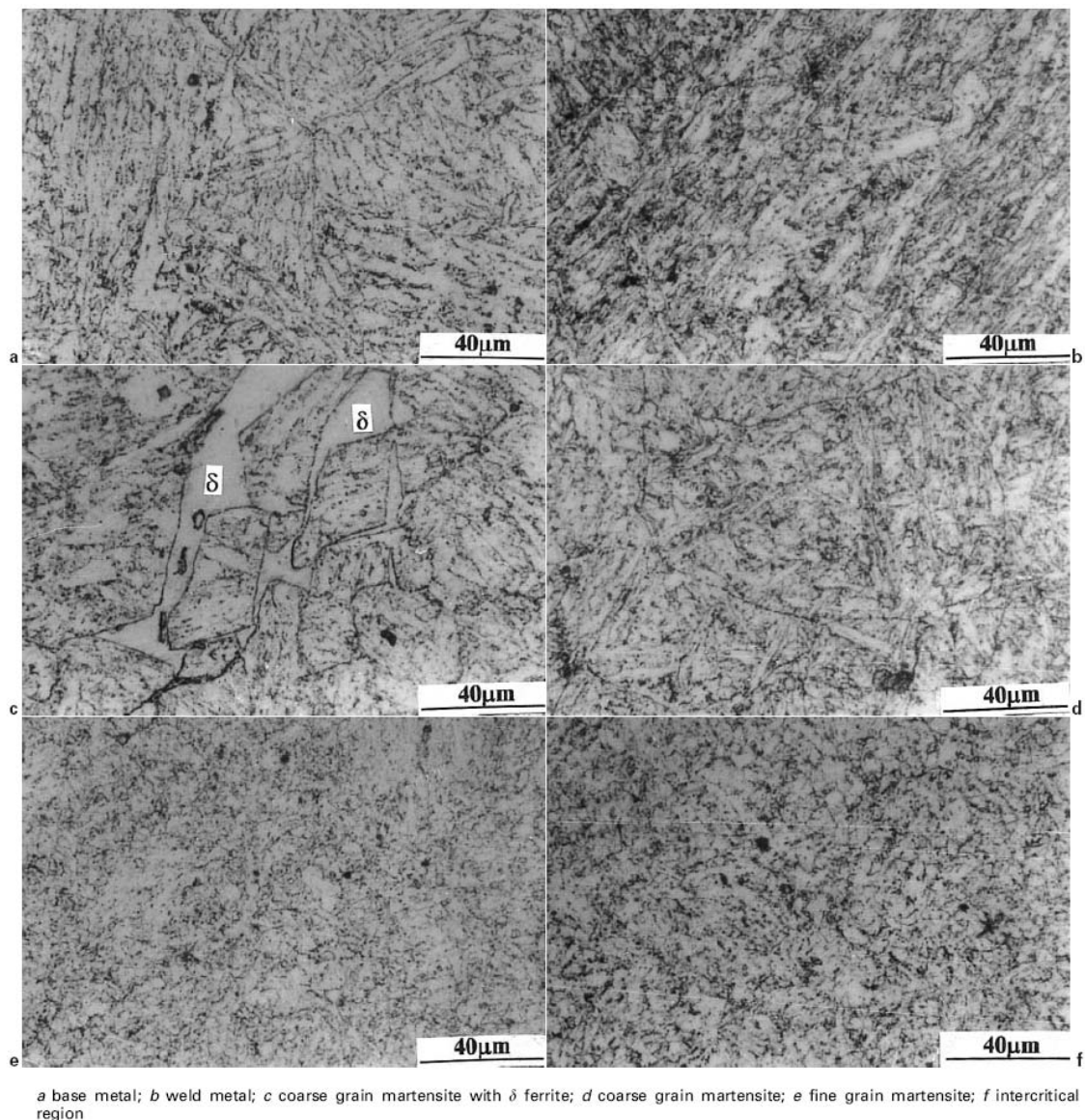
**Fig. V.3** – Schéma illustrant la microstructure d'un Joint Soudé, d'après (SELIGER and GAMPE, 2002)

Plus loin, la zone qui a été soumise à une température proche de  $A_{c3}$  présente une microstructure fine, la FGHAZ de la ZAT. La FGHAZ voit sa microstructure se transformer en austénite pendant le cycle thermique de soudage, mais la croissance des grains est limitée. La température vue par cette zone est suffisamment élevée pour engendrer une transformation de phase, mais trop basse pour favoriser une croissance de grains.

Encore plus loin, la zone intercritique de la ZAT, l'ICHAZ, à proximité du MBD, est une zone qui a subi l'effet d'une température comprise entre  $A_{c1}$  et  $A_{c3}$ , si bien que la martensite est partiellement transformée en austénite durant le cycle de soudage. L'ICHAZ correspond à la zone où la taille des précipités est la plus grande d'après (ALBERT et al., 2003; MYTHILI et al., 2003).

### V.2.3 D'après des observations au microscope optique

**Les zones du Joint Soudé** (CHANDRAVATHI et al., 2001) illustre les différentes microstructures que présente un Joint Soudé de Grade 91. Ses observations ont été faites au microscope optique. La figure V.4 rappelle la microstructure martensitique revenue du Métal de Base, loin de la zone fondue, qui a subi le même traitement thermique : normalisation ( $1060^{\circ}\text{C}/6\text{h}$ ), revenu ( $770^{\circ}\text{C}/4\text{h}$ ), PWHT ( $760^{\circ}\text{C}/1\text{h}$ ). Le Métal Fondu est caractérisé par ses grains colonnaires symbolisant les passes de soudage. CHANDRAVATHI évoque la présence de ferrite  $\delta$  dans une partie de la zone martensitique à gros grains CGHAZ. Ce n'est pas le cas du matériau de la présente étude. Enfin, il est assez difficile de faire la distinction entre la zone à grains fins (FGHAZ) et la zone intercritique (ICHAZ) d'après les observations de CHANDRAVATHI.



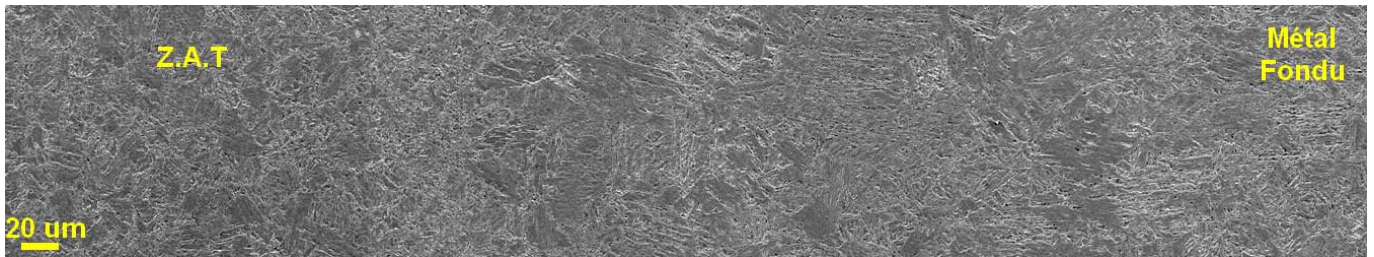
**Fig. V.4** – Microstructure à travers un Joint Soudé de Grade 91 (1060°C/6h + 770°C/4h + 760°C/1h) (CHANDRAVATHI et al., 2001)

#### V.2.4 D'après des observations au microscope électronique à balayage

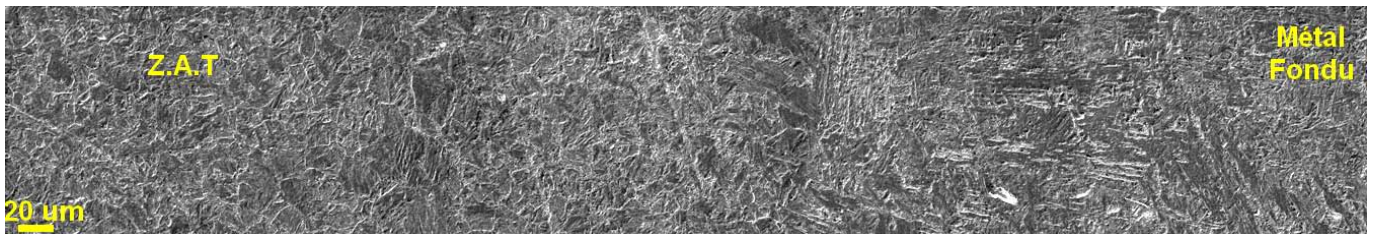
Les figures V.5 et V.6 présentent la microstructure dans le sens travers du joint dans les zones haute et basse du second tiers d'épaisseur de la tôle de Joint Soudé. Ces clichés mettent en évidence le changement de microstructure comme évoqué sur la figure V.3 dans le sens travers T. Le lecteur pourra se référer à l'annexe B.1 qui présente une succession de clichés SEM de la zone de Métal Fondu jusqu'au Métal de Base Détensionné. En revanche, dans le sens de l'épaisseur S, peu de différences entre le haut et le bas de la zone du deuxième tiers de la tôle de Joint Soudé peuvent être notées. Ces observations confortent l'idée d'une microstructure homogène dans la zone d'extraction des éprouvettes de fluage. Ces images permettent de voir la transition entre le Métal Fondu et la ZAT. Plus précisément, il est possible d'appréhender les limites entre la CGHAZ et le Métal Fondu et entre l'ICHAZ ou la FGHAZ et le Métal de Base. Dans la suite de ce mémoire, il a été fait le choix de ne pas distinguer la FGHAZ et l'ICHAZ, sauf mention contraire.



Leur microstructure est assez similaire et ces deux zones ne jouent pas un rôle critique vis-à-vis de la rupture du Joint Soudé par fluage à 500°C.



**Fig. V.5** – Evolution de la microstructure dans le sens travers du joint, partie haute du second tiers d'épaisseur



**Fig. V.6** – Evolution de la microstructure dans le sens travers du joint, partie basse du second tiers d'épaisseur

## V.3 Détails sur la microstructure du Joint Soudé

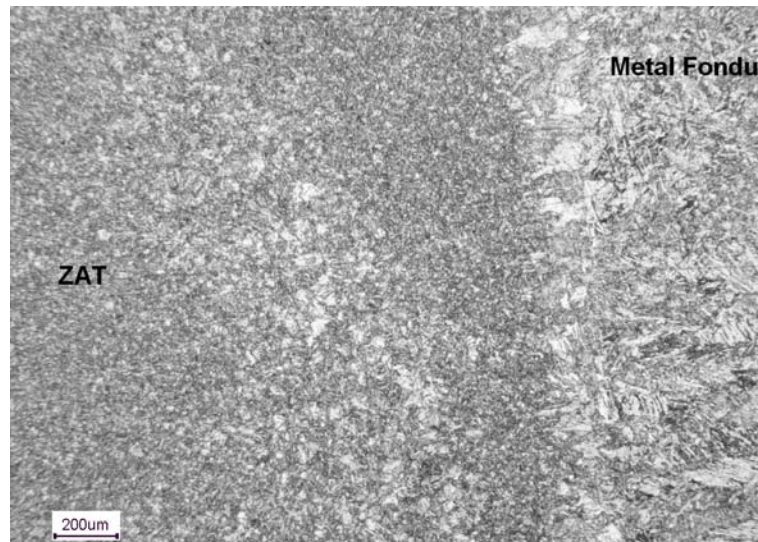
### V.3.1 Zone Affectée Thermiquement

Comme il l'a été mentionné ci-dessus, la ZAT est composée de différentes microstructures. ALBERT rappelle que les zones ICHAZ et FGHAZ sont des zones reconnues pour la rupture de type IV après une sollicitation de type fluage pour des températures entre 600 et 650°C (ALBERT et al., 2003). A priori, la rupture de type IV n'est pas le mode de rupture de fluage à 500°C pour le Grade 91 soudé (cf. chapitre VI). Ces zones de ZAT ont une influence sur les propriétés de résistance au fluage du Grade 91 soudé. Il est clair que le comportement mécanique des différentes zones de la ZAT est différent d'une zone à l'autre puisque la microstructure est différente. Cette variation de microstructure est également mise en évidence par la variation de dureté ; la fin de ce chapitre y sera consacrée (cf. section V.5).

Pour mémoire, les températures de transformation austénitique sont rappelées ci-dessous, elles sont extraites de la littérature. Ces niveaux de températures expliquent bien que la température vue par le matériau au cours du soudage engendre une microstructure différente selon la distance à la zone de fusion.

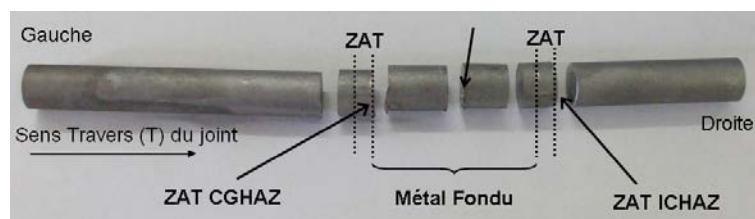
- $Ac_1 = 815^\circ\text{C}$  ;  $Ac_3 = 865^\circ\text{C}$  (Di GIANFRANCESCO et al., 2001)
- $Ac_1 = 820^\circ\text{C}$  ;  $Ac_3 = 910^\circ\text{C}$  (CAMINADA et al., 2004)
- $Ac_1 = 830^\circ\text{C}$  ;  $Ac_3 = 870^\circ\text{C}$  (RAJU et al., 2007) pour T9 austénitisé à 1050°C 15 min

La figure V.7 illustre les observations réalisées au microscope optique dans la zone d'interface entre le Métal Fondu et la ZAT. La frontière entre les deux zones est la ligne de fusion. Cette ligne de fusion se traduit par une zone de transition entre liquide et solide (cf. schéma V.3). Cette figure montre des zones sombres et des zones claires qui sont directement liées à la taille des grains de la microstructure observée.



**Fig. V.7** – Zone de transition entre Métal Fondu et ZAT, microscope optique, attaque Villela

Afin d'étudier la microstructure des différentes zones de ZAT, des barreaux dénommés ZU100 ont été extraits par électro-érosion au fil puis attaqués au Villela et au perchlorure de fer pour repérer la ZAT et le Métal Fondu. Enfin, les découpes ont été effectuées comme indiquées sur la figure V.8. Les faces observées sont indiquées par une flèche sur cette même figure. Elles ont été polies et légèrement attaquées chimiquement au réactif Villela. Des répliques extractives ont ensuite été réalisées en vue d'observations aux microscopes électroniques à balayage et en transmission.

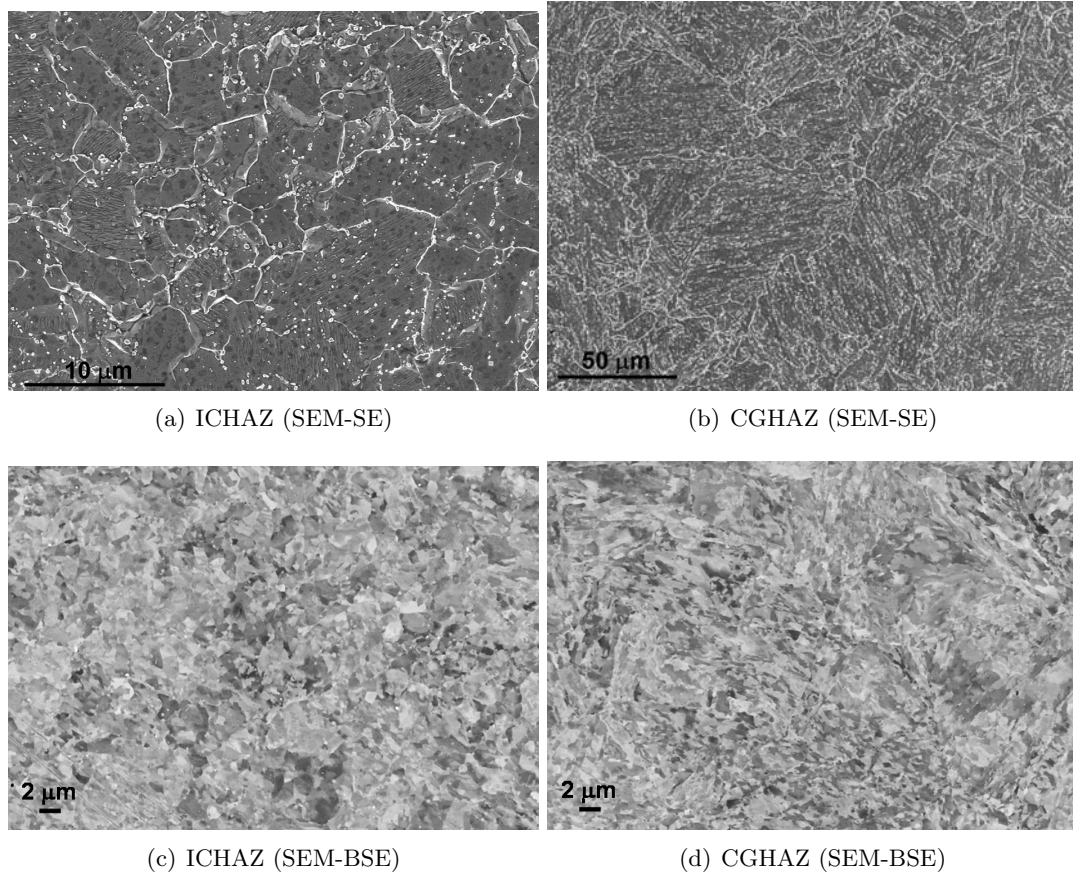


**Fig. V.8** – Découpes d'un barreau ZU100 usiné dans le sens travers du joint

#### a) Observations SEM sur échantillons massifs

La figure V.9 présente la microstructure observée au SEM des faces polies et attaquées au Villela des zones ICHAZ et CGHAZ. Une attention particulière doit être portée sur la différence d'échelle entre les deux clichés en raison de la différence des tailles de grains. La zone ICHAZ a une structure globalement équiaxe assez fine dont la taille de grains austénitiques est de l'ordre de 5 à 10  $\mu\text{m}$ . La zone CGHAZ possède également une structure globalement équiaxe mais de dimension caractéristique de l'ordre de 40 à 60  $\mu\text{m}$ .

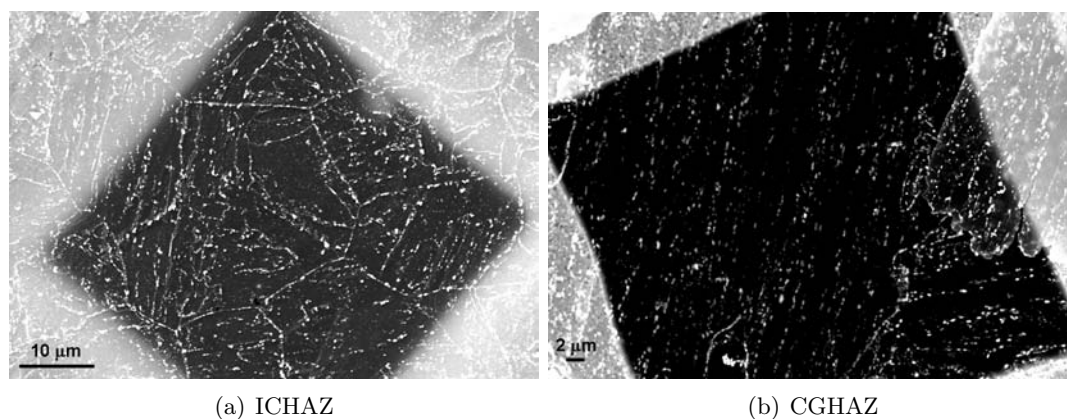
Des clichés complémentaires peuvent être trouvés en annexe B.2. Pour mémoire, la taille moyenne d'un ex-grain austénitique dans le Métal de Base Détensionné est de 20 à 40  $\mu\text{m}$ .



**Fig. V.9** – Microstructures de l'ICHAZ et de la CGHAZ sur échantillons massifs (SEM-SE, SEM-BSE)

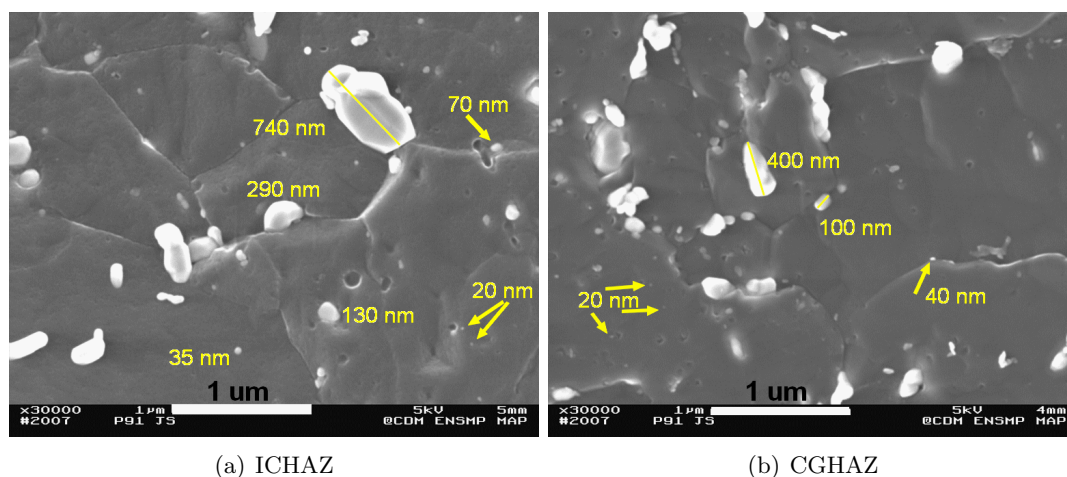
## b) Observations SEM sur répliques extractives

La figure V.10 présente la microstructure observée au SEM de répliques extractives réalisées sur les zones d'ICHAZ et de CGHAZ. Ces clichés mettent également en lumière la différence de microstructure en termes de taille de grains. Les observations sur répliques, plus que sur les faces polies et attaquées, permettent plus facilement de distinguer la sous-structure à l'intérieur des grains. Sur le cliché de gauche, l'ICHAZ est constituée de paquets, de blocs et de lattes; tandis que le cliché de droite montre essentiellement des joints de lattes ou de blocs de la CGHAZ.



**Fig. V.10** – Microstructure de l'ICHAZ et de la CGHAZ sur répliques extractives (SEM-SE)

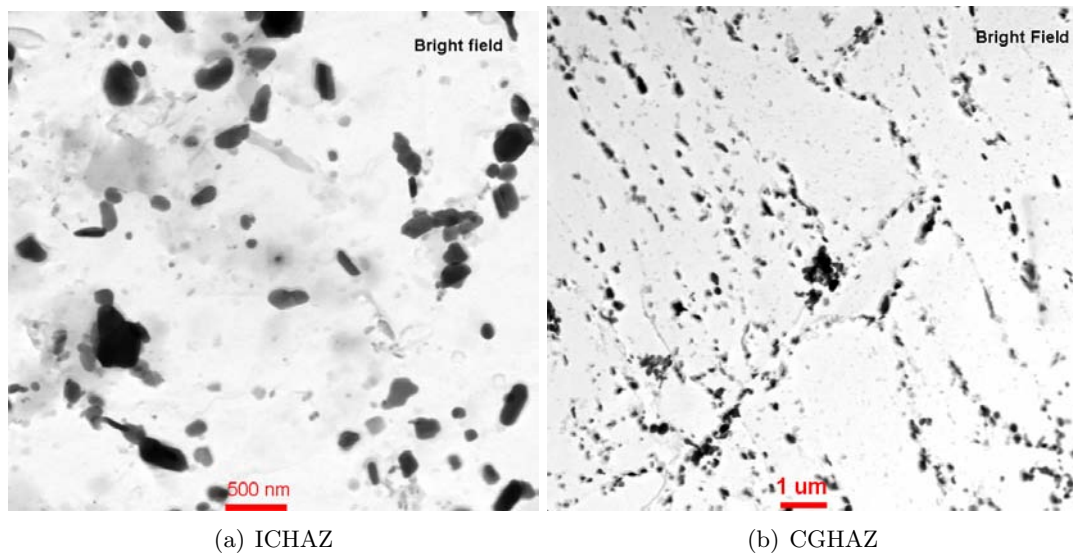
Des observations à plus fort grandissement ont été effectuées pour déterminer une taille moyenne de précipités. Aucune analyse EDX au SEM n'a été réalisée car le rayon du faisceau d'électrons est beaucoup trop grand bien que le volume de matière soit limité. La composition des petits précipités ne serait donc pas accessible; quant aux plus gros précipités, il est admis qu'ils correspondent aux  $M_{23}C_6$ . La figure V.11 présente des clichés SEM de quelques précipités extraits par répliques dans les zones extrêmes de la ZAT. Globalement, peu d'évolution de taille des précipités est à noter même si pour les plus gros d'entre eux, les  $M_{23}C_6$ , atteignent 600 nm et les plus gros des MX atteignent environ 40 nm. Toutefois, il est montré par des trous dans le film carboné que tous les précipités ne sont pas récupérés. Seuls les gros arrivent à être accrochés par le film carboné, en revanche, il est difficile de savoir si les plus petits précipités ont pu être récupérés. Le traitement thermique des nombreuses passes de soudage n'influence pas la croissance des précipités au niveau de la ZAT (contrairement à ce qu'évoquent quelques articles (MYTHILI et al., 2003; LAHA et al., 1995)), ni même la formation de phases de Laves, ce qui confirme les calculs MatCalc. Le matériau même après soudage et traitement PWHT ne contient pas de phases de Laves.



**Fig. V.11** – Tailles de quelques précipités récupérés par répliques extractives (SEM-SE)

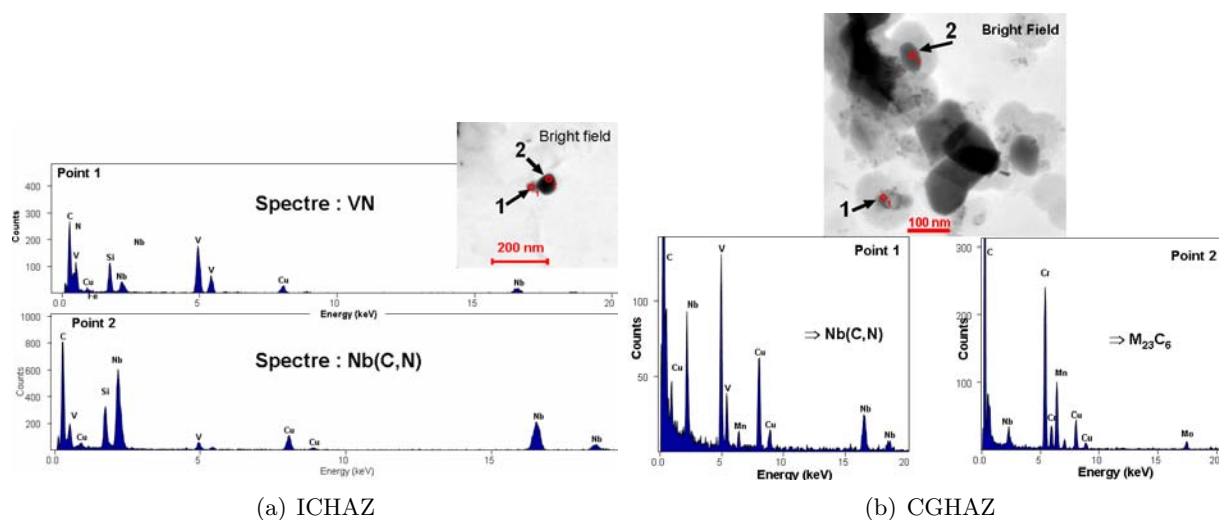
### c) Observations TEM sur répliques extractives

Des observations au TEM en mode STEM couplées à de l'analyse EDX ont complété les précédentes observations afin de caractériser les précipités rencontrés. La figure V.12 présente la microstructure en champ clair des zones d'intérêt de ce paragraphe. Il est possible d'observer des MX de taille inférieure à 20 nm, sans pour autant dire qu'ils sont majoritairement de cette taille. Ces clichés permettent de présenter les  $M_{23}C_6$  comme de gros précipités de forme allongée donc sans doute en forme de disques dans le volume, contrairement aux MX qui seraient plutôt circulaires donc sphériques dans le volume.



**Fig. V.12** – Microstructures observées sur répliques extractives (STEM)

La figure V.13 présente quelques spectres de précipités dans les deux zones extrêmes de la ZAT. Les spectres obtenus sont tout à fait cohérents avec ceux obtenus pour le Métal de Base Détensionné (cf. figure IV.15). Aucun autre type de précipités n'est apparu à la suite du traitement de soudage et post-soudage. L'influence de ces traitements ne semble pas modifier la précipitation des particules de seconde phase. Les VN restent très stables et évoluent peu.

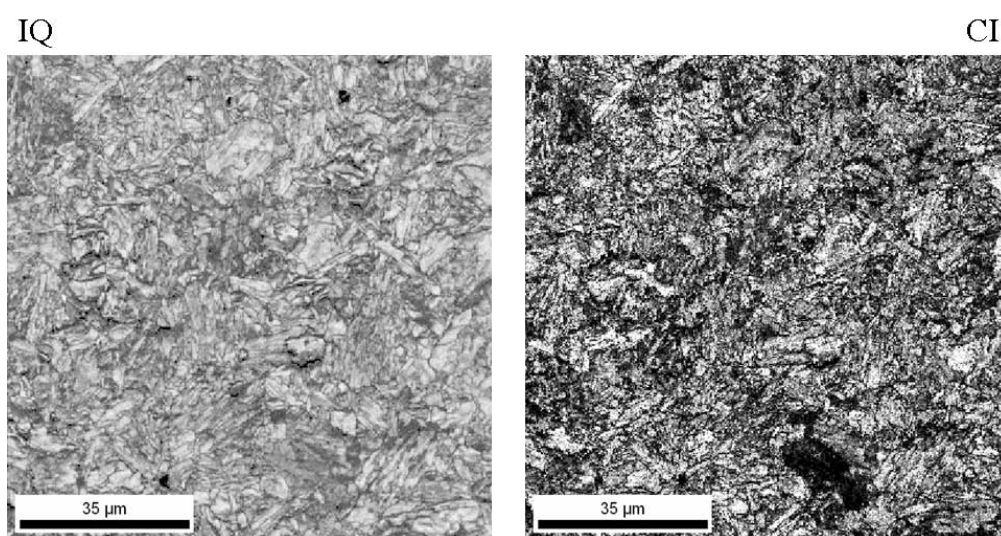


**Fig. V.13** – Analyses EDX sur quelques précipités (répliques extractives, EDX+STEM)

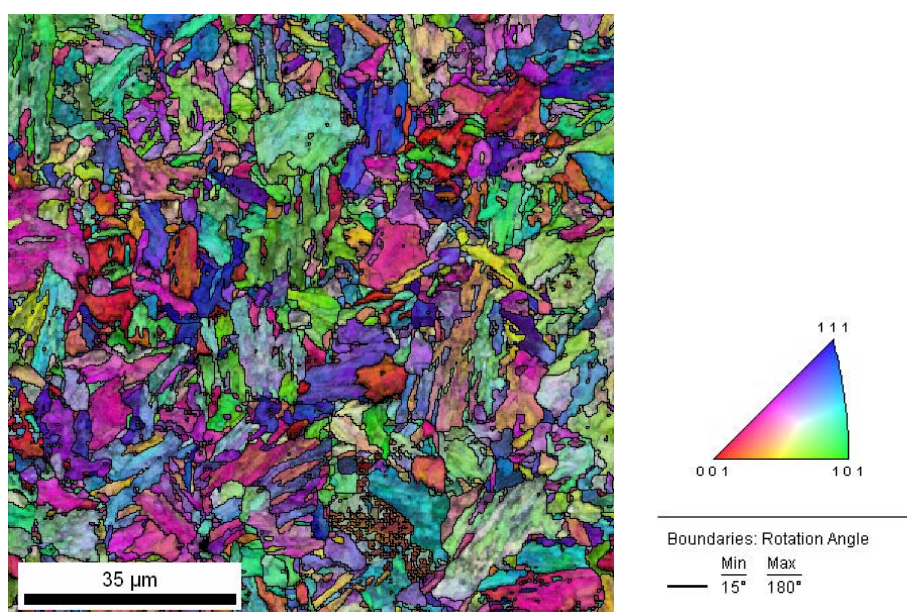
#### d) Analyses EBSD

Une zone de  $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$  avec un pas de  $0.25\ \mu\text{m}$  a été analysée par EBSD dans la zone CGHAZ et la zone ICHAZ. Les figures de V.14 à V.17 présentent les résultats d'analyses pour la microstructure de la CGHAZ et les figures de V.18 à V.22 présentent les résultats d'analyses pour la microstructure de l'ICHAZ.

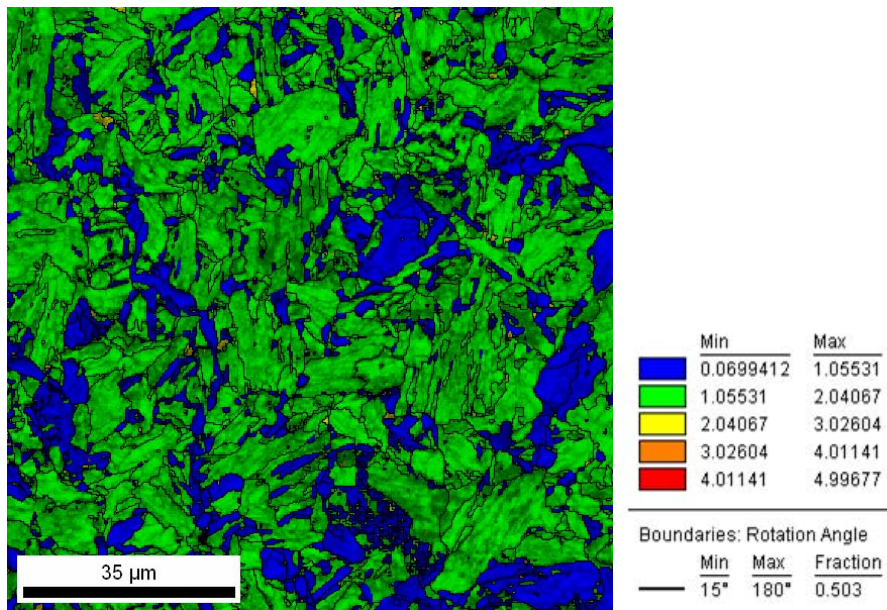
Le cliché d'indice de qualité (cf. figure V.14) présente la microstructure de la CGHAZ avec sa grosse taille de grains, comparativement à celle de l'ICHAZ illustrée par ce type de cliché sur la figure V.18. Les joints de faible désorientation (inférieure à  $15^\circ$ ) colorés en rouge et blanc coïncident avec des joints de lattes. En revanche, les joints de forte désorientation (supérieure à  $15^\circ$ ), colorés en noir, sont des joints d'ex-grains  $\gamma$ , de blocs et de paquets (cf. figures V.15 et V.19). La CGHAZ possède une structure martensitique qui n'a subi qu'un seul revenu effectué par le PWHT, hormis l'influence des passes de soudage successives, contrairement au MBD qui a subi deux revenus. La figure V.15 met donc en évidence des lattes de martensite fraîchement revenus. Toutefois, il est difficile de déterminer une taille de grains austénitiques sur la fenêtre d'observation de cette analyse. Les observations SEM quant elles indiquent plutôt une taille moyenne de  $40\text{-}60\ \mu\text{m}$ . La cartographie V.16 des désorientations internes montre que les sous-structures sont désorientées les unes par rapport aux autres de quelques degrés indiquant probablement que le second revenu du MBD réduit ces désorientations internes. Dans le cas de l'ICHAZ, la figure V.19 met clairement en évidence une microstructure décomposée en petites cellules. Les lattes n'existent plus. Ces cellules peuvent elles-mêmes se décomposer en sous-cellules dont les parois sont des joints de faibles désorientations. La taille de ces cellules, de l'ordre de  $5\ \mu\text{m}$  d'après les analyses EBSD (cf. figure V.21) est cohérente par rapport aux observations exposées ci-dessus (cf. figure III.70). Les nombreux traitements thermiques dues aux différentes passes de soudage et au PWHT engendrent une faible désorientation interne de ces cellules comme le montre la figure V.20. La figure V.17 illustre la présence de joints  $\gamma$  dans la fenêtre d'analyse car la fraction des angles de désorientation de  $20^\circ$  à  $40^\circ$  est supérieure à celle des autres zones d'analyses. De surcroît, cette fraction est bien plus élevée sur la figure V.22 puisque la taille des grains est plus petite.



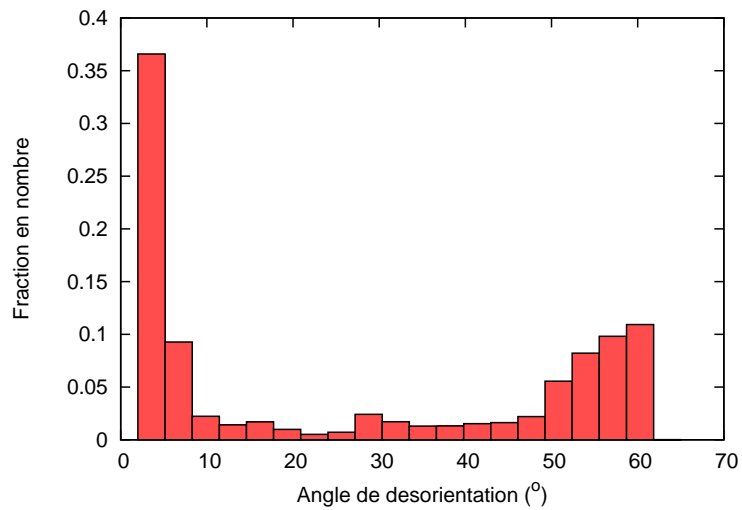
**Fig. V.14** – Indice de la qualité (IQ) et Indice de confiance (IC) des clichés de diffraction EBSD de la CGHAZ



**Fig. V.15** – Cartographie des orientations de la CGHAZ avec la superposition du cliché des indices de qualité

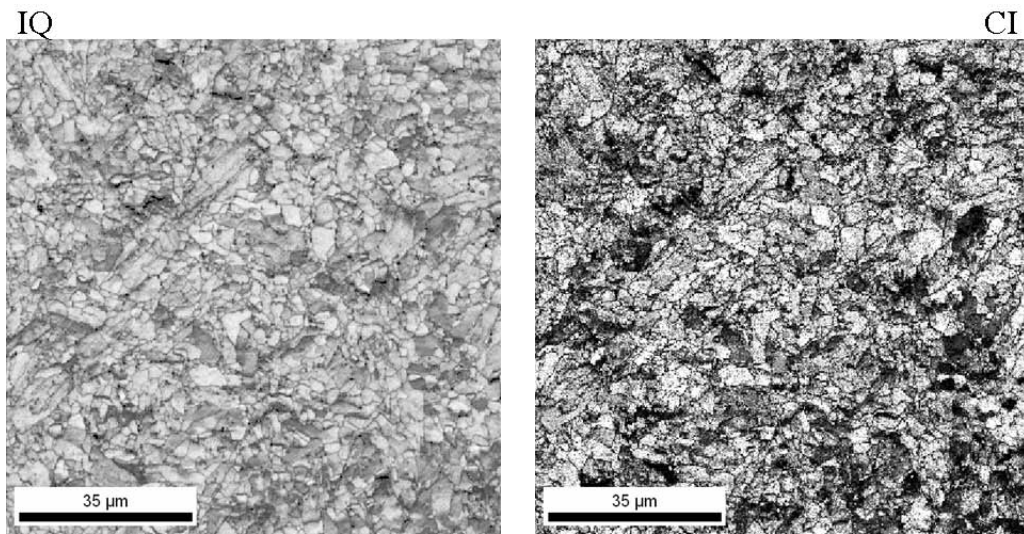


**Fig. V.16** – Cartographie des désorientations internes de la CGHAZ avec la superposition du cliché des indices de qualité

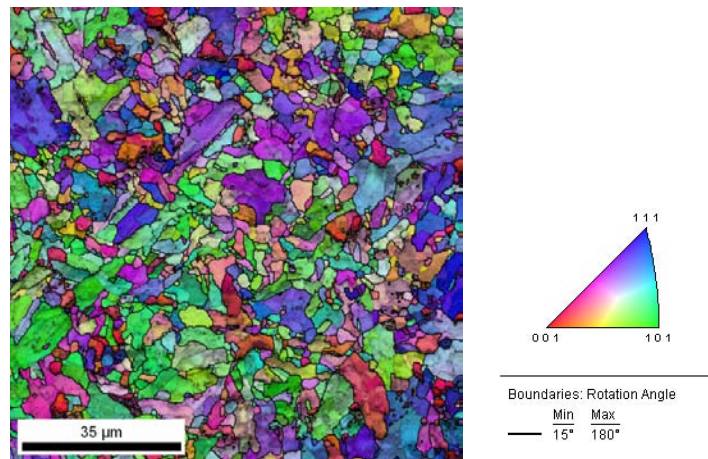


**Fig. V.17** – Distribution de la désorientation dans la CGHAZ

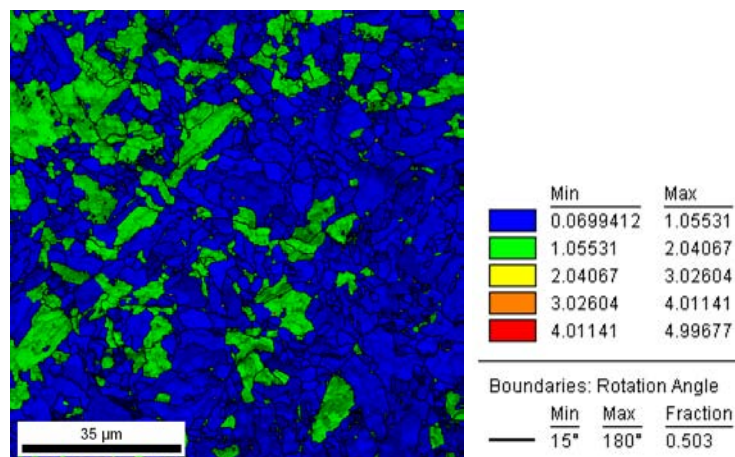




**Fig. V.18** – Indice de la qualité (IQ) et Indice de confiance (IC) des clichés de diffraction EBSD de l'ICHAZ



**Fig. V.19** – Cartographie des orientations de l'ICHAZ avec la superposition du cliché des indices de qualité



**Fig. V.20** – Cartographie des désorientations de l'ICHAZ avec la superposition du cliché des indices de qualité

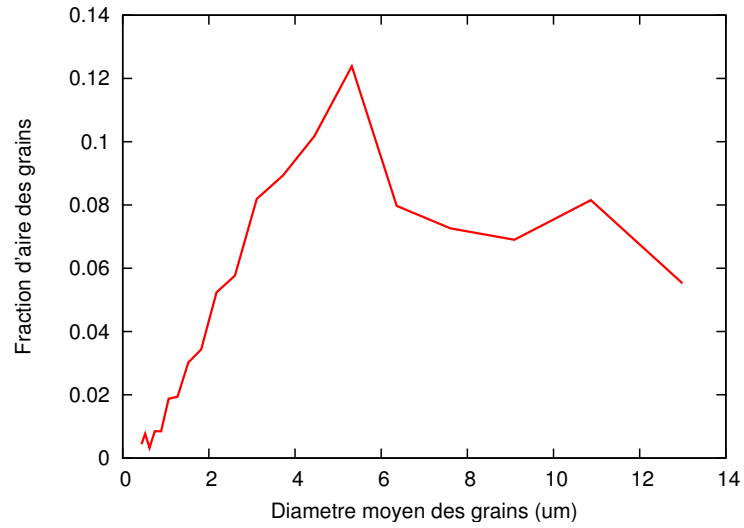


Fig. V.21 – Distribution de la taille de grains dans l'ICHAZ

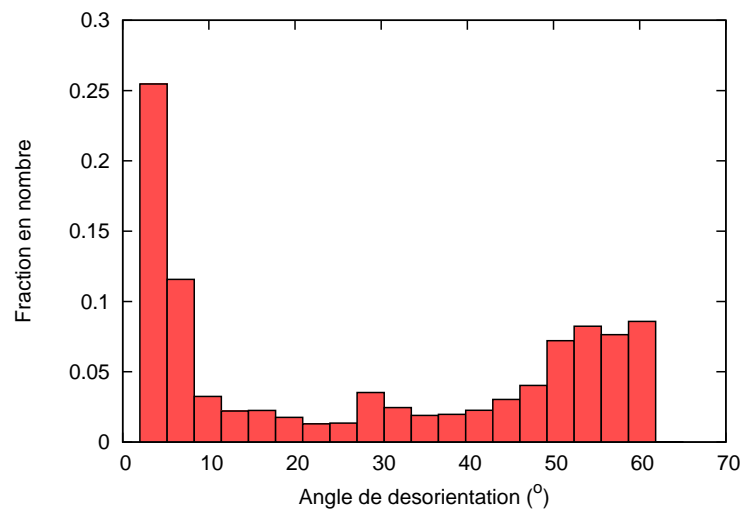


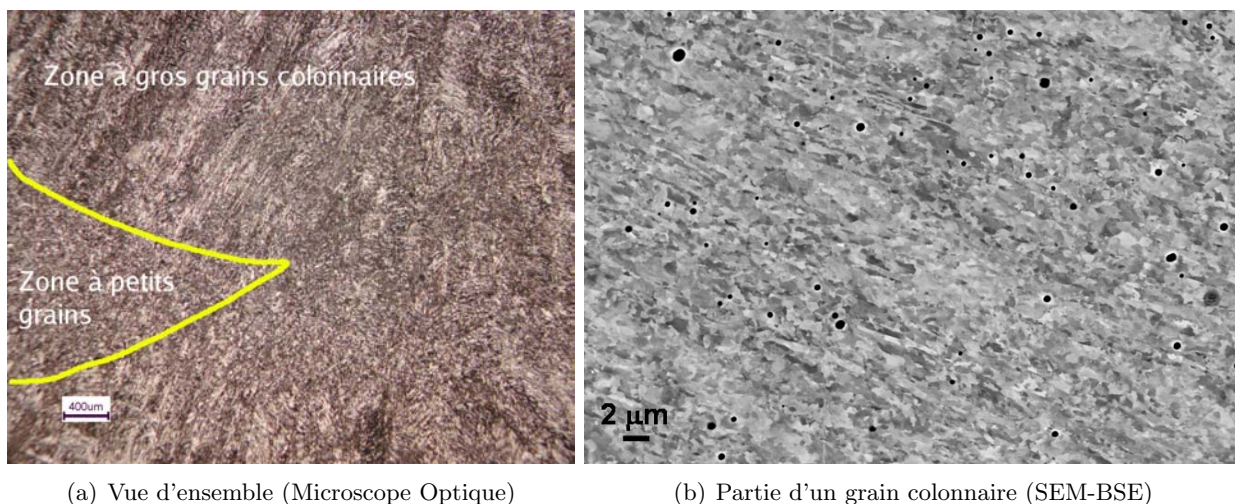
Fig. V.22 – Distribution de la désorientation dans l'ICHAZ

### V.3.2 Métal Fondu

Le Métal Fondu possède approximativement la même composition chimique que le reste du joint (cf. tableau III.10).

#### a) Observations sur échantillons massifs

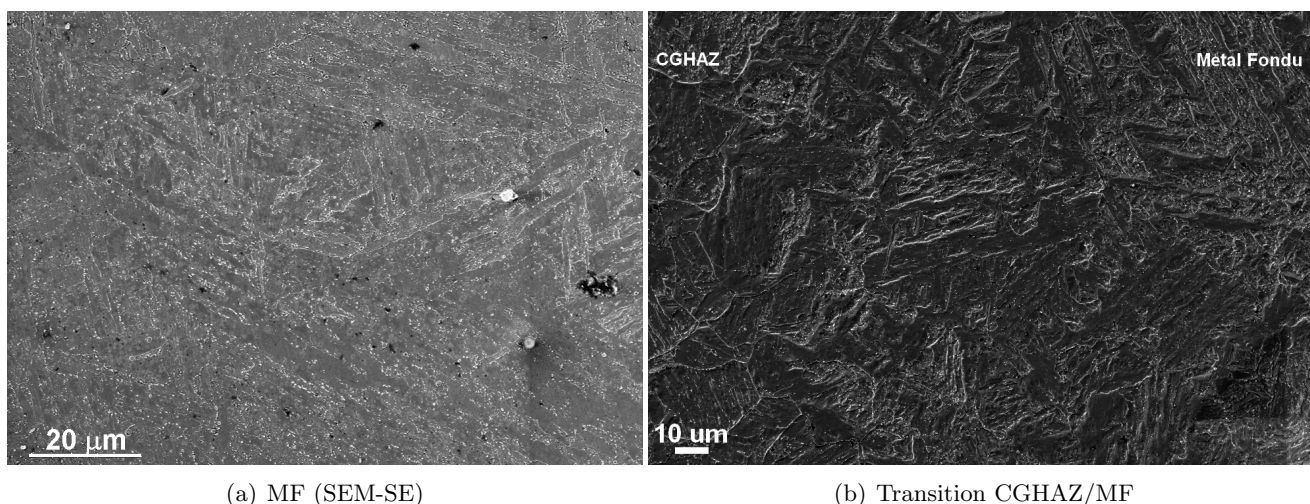
La figure V.23 met en évidence la structure particulière de cette zone du joint. La température élevée de soudage a fait croître des grains colonnaires de taille d'environ 5 mm séparés par une structure plus fine à petits grains. Ces grains colonnaires visibles à l'oeil nu, après attaque chimique au réactif Villela couplé avec du perchlorure de fer, sont appelés zones sombres, alors que les zones à petits grains sont appelées zones claires, comme l'illustre la figure V.23. Ces grains colonnaires permettent de déterminer le nombre de passes de soudage. Ils se solidifient pendant la durée d'une passe. La zone à petits grains apparaît lors de la passe suivante où la microstructure est refondue localement, modifiant une partie de la zone colonnaire. Hormis les différentes passes de soudage, le Métal Fondu subit un seul revenu qui est le PWHT. La macrostructure de la zone du Métal Fondu a été observée au SEM (cf. figure V.24) ainsi que la zone de transition avec la ZAT à gros grains (CGHAZ). Les points noirs sur la figure V.23b) représentent des porosités initiales dues au procédé de fabrication du joint. L'annexe B.2 présente la différence de microstructure entre les zones à gros grains et les zones à petits grains du Métal Fondu. La zone à gros grains colonnaires est constituée de lattes composées de sous-grains allongés. Les porosités apparaissent vraisemblablement aux joints de lattes, la taille maximale de ces porosités est de l'ordre du micromètre. Ces porosités sont appelées soufflures, comme cela a déjà été évoqué dans le mémoire, et sont considérées comme des défauts de fabrication apparaissant lors du soudage. Une explication de leur formation est présentée au paragraphe suivant. Leur distribution dans le Métal Fondu est jugée, d'après la figure V.23b) et nos autres observations faites sur le Métal Fondu, comme étant homogène.



**Fig. V.23** – Microstructure du Métal Fondu

#### b) Les soufflures

Parmi les défauts de fabrication de composés soudés, les cavités comprennent deux types de défauts : les soufflures ou inclusions gazeuses et les inclusions solides. Les soufflures sont des bulles de gaz qui n'ont pas pu se libérer lorsque le Métal Fondu liquide est déposé



**Fig. V.24** – Microstructure du Métal Fondu sur échantillons massifs

par soudage. Ces gaz sont composés principalement d'oxyde de carbone, de gaz carbonique, d'hydrogène, d'oxygène ou d'azote. Ils sont dus également au procédé de soudage; ces soufflures apparaissent notamment dans le procédé SAW qui fait intervenir un gaz inerte. Le Métal Fondu est le siège de réactions chimiques qui peuvent donner naissance à un dégagement gazeux. L'humidité des tôles à assembler, des flux, des enrobages et même des fils nus contribue à introduire des gaz dans le bain de fusion. De la même façon, l'oxydation superficielle des tôles et les traces de corps gras (huile ou graisse) favorisent la mise en solution de gaz dans le Métal Fondu. Au refroidissement, lorsque le bain de fusion se déplace, des bulles de gaz vont apparaître, en raison d'une diminution de solubilité, et vont tenter de s'échapper à l'extérieur du Métal Fondu. C'est ainsi que, même dans la zone à gros grains CGHAZ, des soufflures peuvent être identifiées. La géométrie de ces soufflures est sphérique et leur distribution est homogène et uniformément répartie. Ce constat traduit, d'après des éléments de défautologie (INSTITUT DE SOUDURE, 2007), que la vitesse de déplacement du front de solidification au cours de la soudure est plus rapide que la vitesse de développement d'une bulle de gaz. La solidification rattrape la plupart des bulles et les emprisonne avant qu'elles ne se développent, malgré les différentes passes de soudage. De telles soufflures se regroupent préférentiellement le long des stries de solidifications.

### c) Observations SEM sur répliques extractives

Comme le montre la figure V.25, les répliques extractives reproduisent difficilement la structure colonnaire du Métal Fondu en raison de sa grande dimension caractéristique. Néanmoins, elles permettent de mettre en évidence une taille globalement identique de précipités par rapport aux autres zones du joint (cf. figure V.26), même si cela n'a pas été déterminé avec précision.

### d) Observations TEM sur répliques extractives

Une vingtaine de précipités ont été observés et analysés en mode STEM+EDX. Un exemple de spectres est donné sur la figure V.27. La plupart des précipités identifiés sont des  $M_{23}C_6$  et des VX contenant un peu de Nb. Il n'a pas été identifié de NbX.

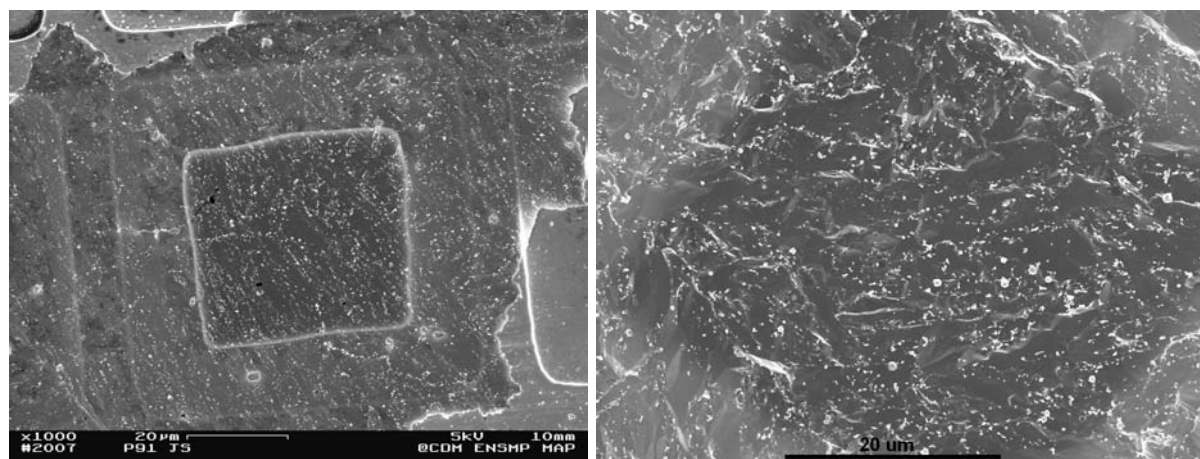


Fig. V.25 – Répliques extractives observées au SEM sur du Métal Fondu

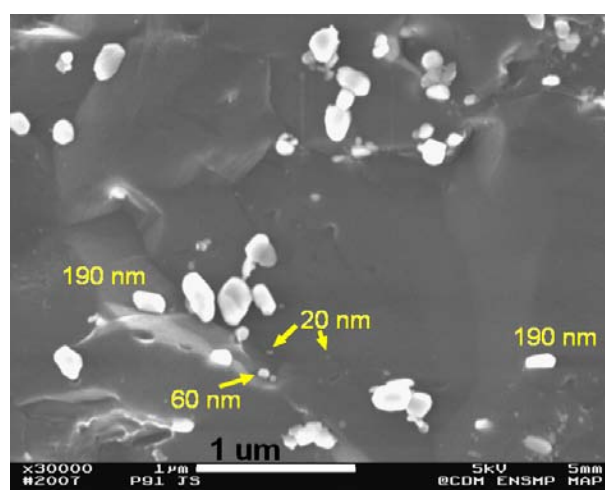
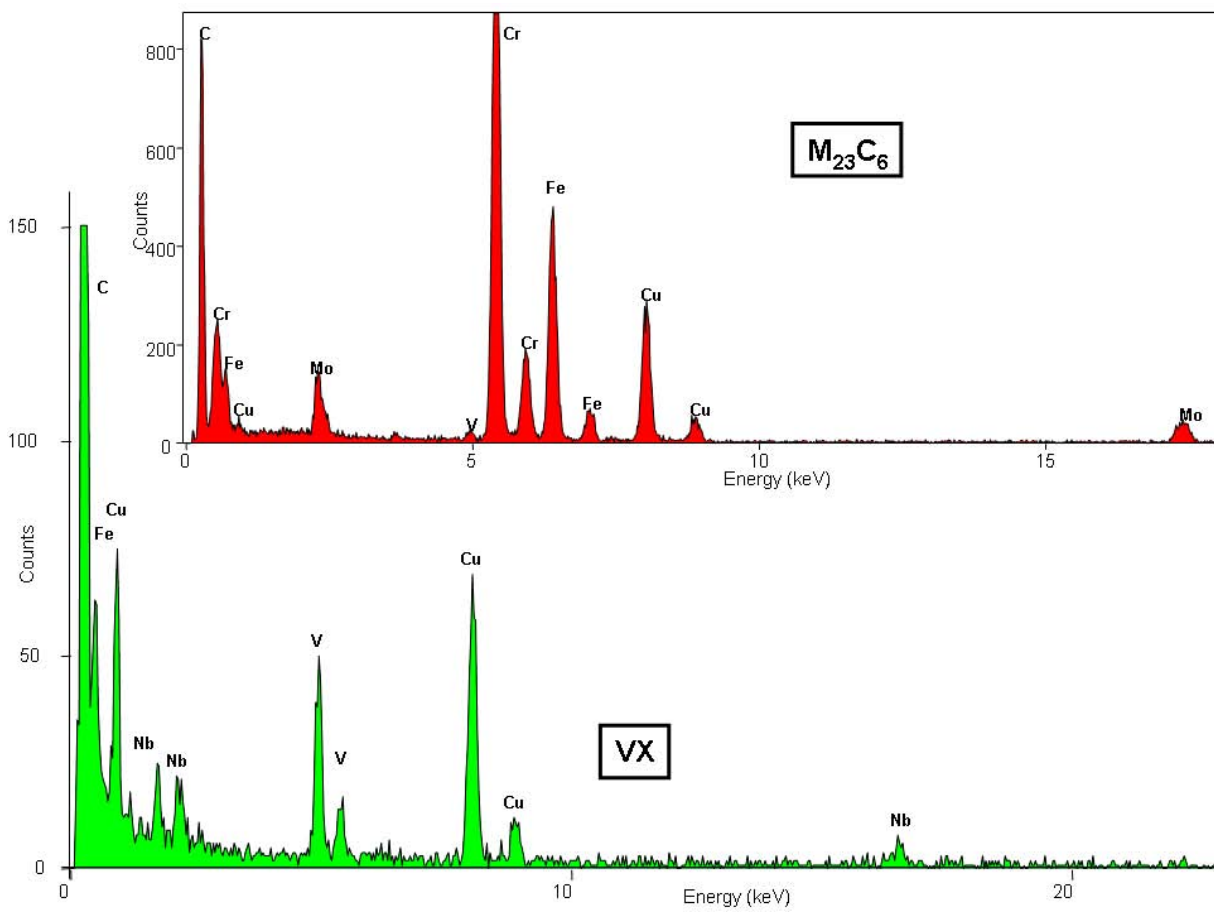


Fig. V.26 – Précipités du Métal Fondu sur réplique extractive (SEM-FEG)



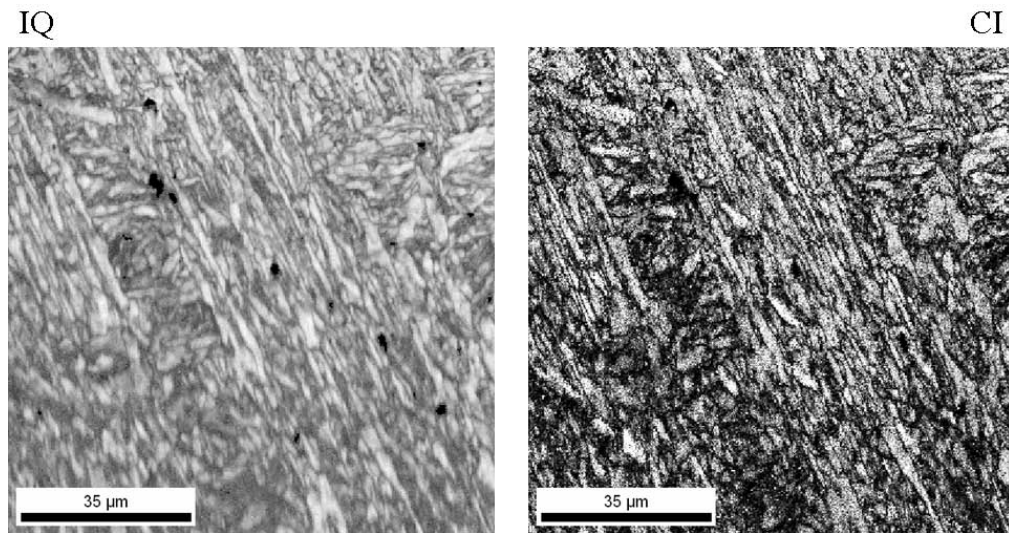
**Fig. V.27** – Analyses EDX sur répliques extractives de Métal Fondu (à remplacer par 2 spectres seulement)

### e) Analyses EBSD

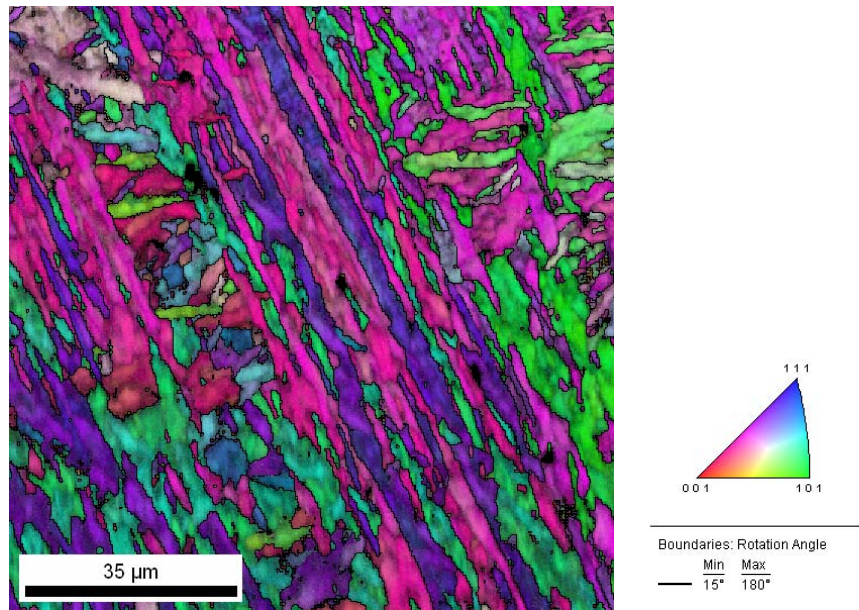
Les analyses EBSD ont été également réalisées sur une zone de  $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$  avec un pas de  $0.25\ \mu\text{m}$ , dont la normale à la surface observée correspond à la direction L de la tôle initiale. L'annexe B.3 présente des cartographies EBSD de cette même microstructure dans le sens travers.

La figure V.29 présente la structure colonnaire de la zone à gros grains du Métal Fondu. Chaque grain colonnaire est constitué de lattes séparées par des joints de forte désorientation. Des désorientations internes existent plus que dans la zone à petits grains puisque ces derniers subissent l'influence des passes successives. Ces zones sont à la frontière entre deux passes ; la zone à gros grains est au cœur d'une passe.

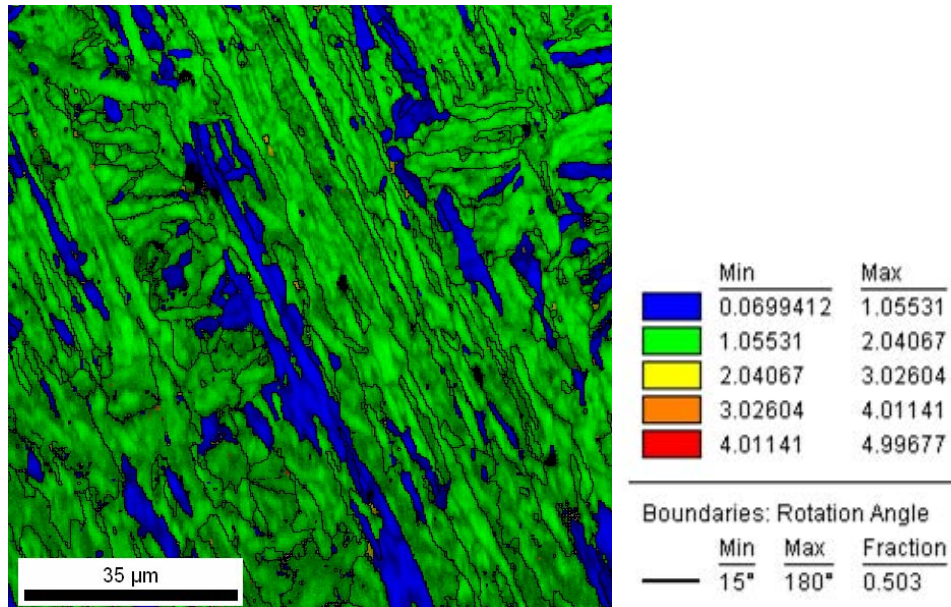
La zone à petits grains entre passes de soudage possède une microstructure plus fine. La figure V.32 rappelle des vestiges de grains colonnaires. Cette zone, constituée du haut d'un grain colonnaire, est recristallisée par le Métal Fondu de la passe suivante.



**Fig. V.28** – Indice de la qualité (IQ) et Indice de confiance (IC) des clichés de diffraction EBSD du Métal Fondu dans la zone à gros grains colonnaires

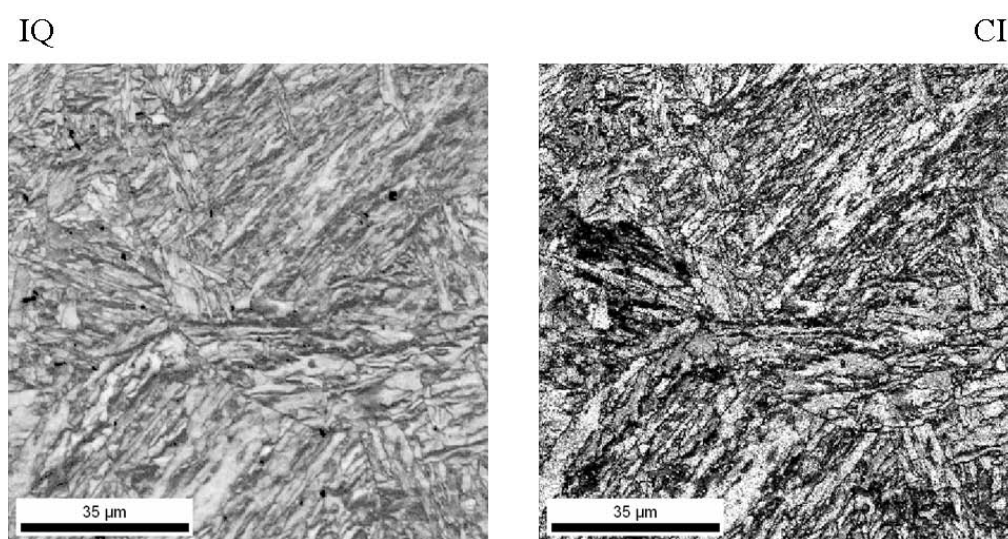


**Fig. V.29** – Cartographie des orientations du Métal Fondu dans la zone à gros grains colonnaires

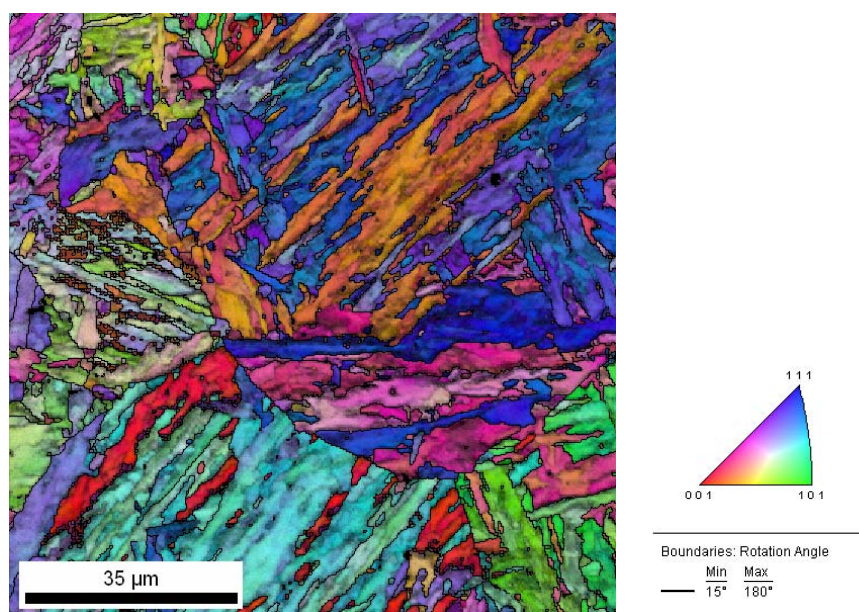


**Fig. V.30** – Cartographie des désorientations du Métal Fondu dans la zone à gros grains colonnaires

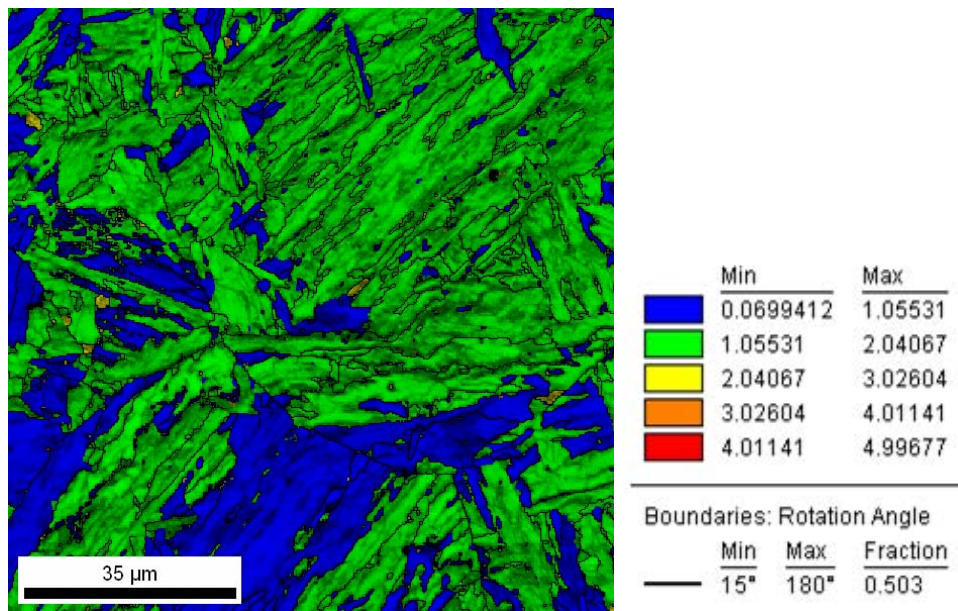




**Fig. V.31** – Indice de la qualité (IQ) et Indice de confiance (IC) des clichés de diffraction EBSD du Métal Fondu dans la zone à petits grains



**Fig. V.32** – Cartographie des orientations de la zone à petits grains



**Fig. V.33** – Cartographie des désorientations de la zone à petits grains

## V.4 Simulation de la microstructure du Joint Soudé

Des modèles permettent de décrire le profil de la température dans le sens travers du joint de la ligne de fusion jusqu'au Métal de Base. De plus, en un point donné par rapport à la ligne de fusion, il est possible de simuler l'évolution de la température vue par ce point au cours du temps en fonction de la vitesse de passe. Ces modèles ont pour base les équations de ROSENTHAL et de RYKALINE (ROSENTHAL, 1935; RYKALINE, 1961) et ont été utilisés notamment dans les thèses d'A.-S. BILAT et de V. GAFFARD (BILAT, 2006; GAFFARD, 2004). Ces équations donnent la température en fonction du temps :

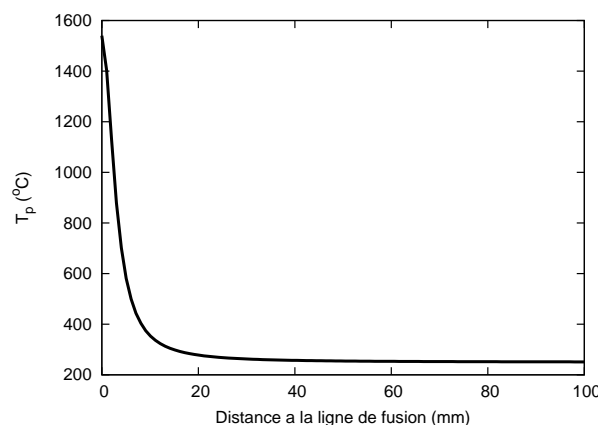
$$T(t) = T_0 + \frac{\theta \Delta t}{t} \exp\left(-\frac{\theta \Delta t}{e(T_p - T_0)t}\right) \quad (\text{V.1})$$

où

- $T_p$  est la température de pic atteint lors du cycle thermique
- $T_0$  est la température de préchauffage (250°C)
- $\theta = \left(\frac{1}{T_1 - T_0} - \frac{1}{T_2 - T_0}\right)^{-1}$
- $\Delta t$  est le temps caractéristique de refroidissement de la température  $T_2$  à la température  $T_1$  (en général, respectivement, 800°C et 500°C).

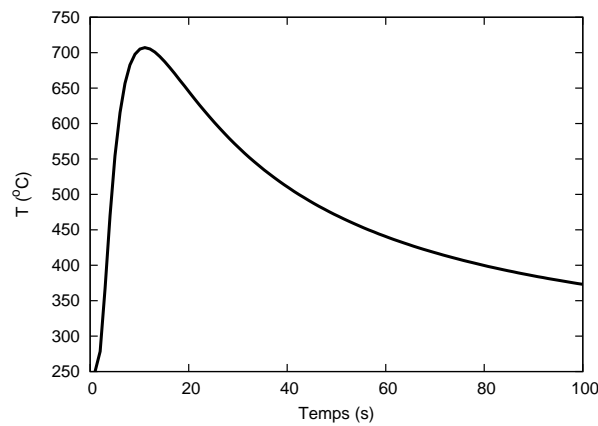
La température de pic est la température maximale vue par le matériau en un point situé entre la zone de fusion et le Métal de Base. Cette température dépend donc de la position de ce point ( $y; z$ ), de la position de la source de chaleur ( $y_a; z_a$ ), des conditions de soudage, de la température de fusion  $T_f$  (1540°C) et de la capacité calorifique massique  $C$  (490 J/kg K) du matériau. La masse volumique du matériau est supposée constante en fonction de la température et est fixée à 7900 kg/m<sup>3</sup>.

$$T_p = T_0 + \frac{1}{\frac{1}{2} \frac{\pi e \rho C}{E} \left( (y + y_a)^2 + (z - z_a)^2 \right) + \frac{1}{T_f - T_0}} \quad (\text{V.2})$$



**Fig. V.34** – Evolution de la température maximale en fonction de la distance à la ligne de fusion

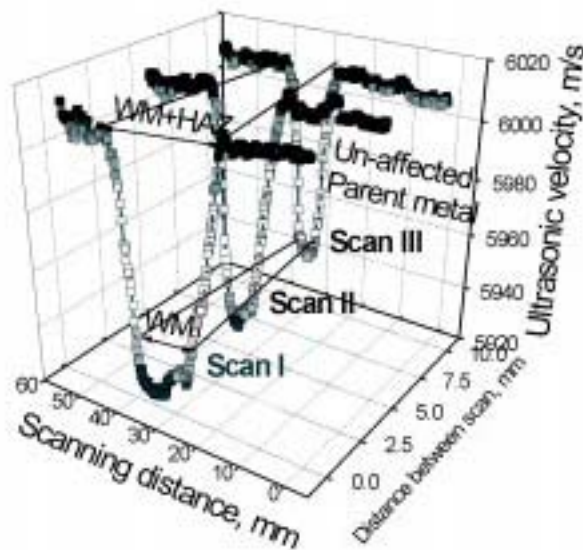
Si on se place à une distance de 4 mm de la ligne de fusion (entre la ZAT et le MBD), le profil de température vu par ce point en fonction du temps est présenté sur la figure [V.35](#).



**Fig. V.35** – Evolution de la température en fonction du temps à 4 mm de la ligne de fusion (limite entre ICHAZ et Métal de Base)

## V.5 Profil de dureté dans le sens travers du Joint Soudé

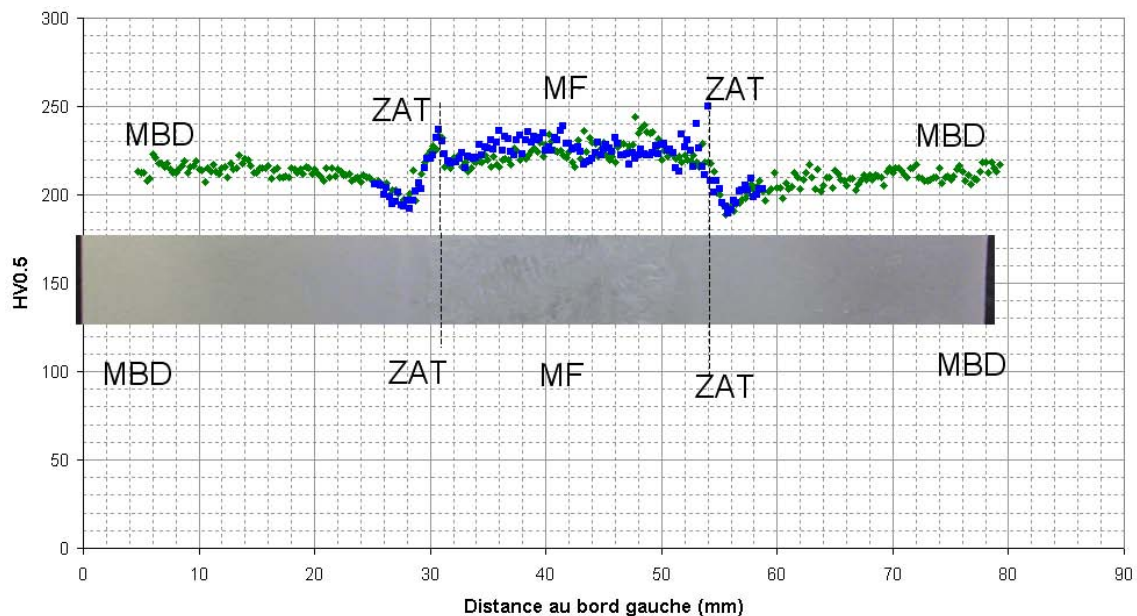
(KUMAR et al., 2003) met en évidence les différentes zones du Joint Soudé (ZAT, Métal Fondu, Métal de Base) au moyen d'une technique expérimentale utilisée en contrôle non destructif. Elle utilise les variations de la vitesse de propagation d'ondes ultrasonores (cf. figure V.36) à 3 épaisseurs différentes (peau supérieure, mi-épaisseur, peau inférieure) de son joint.



**Fig. V.36** – Cartographie des vitesses de propagation des ondes ultrasonores dans le Métal Fondu (KUMAR et al., 2003)

Pour mettre en parallèle les résultats de cette technique expérimentale, un profil et une cartographie de microdureté dans le sens travers du joint ont été réalisés. Les mesures de microdureté ont été effectuées avec une masse de 500g dans le deuxième tiers d'épaisseur de la tôle de Joint Soudé. Dans le cas du profil de dureté, deux séries de mesures ont été effectuées, l'une représentée par des losanges, l'autre, plus restreinte au niveau MF et ZAT, symbolisée par des carrés (cf. figure V.37). Cette figure montre que le Métal Fondu est plus dur que le reste du joint. En moyenne, le Métal Fondu a une dureté de 230 HV0.5,

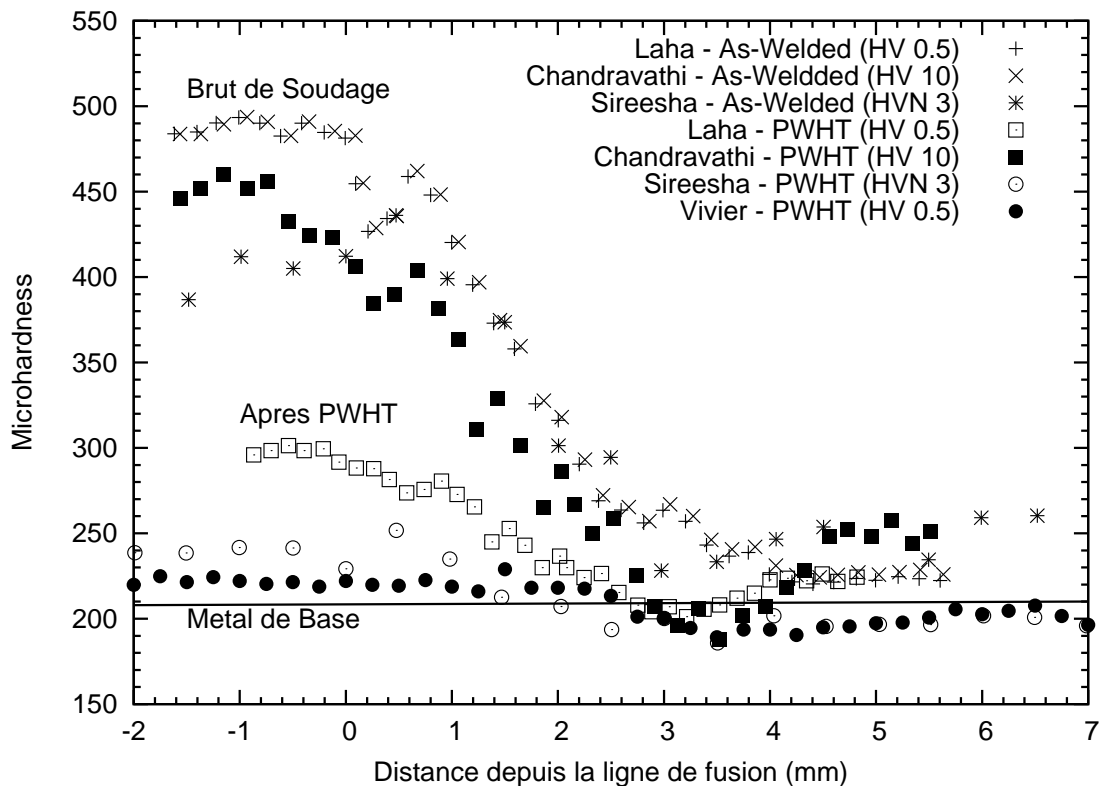
contre 215 HV0.5 pour le Métal de Base MBD dans cette zone (206 HV0.5 pour une moyenne sur toute l'épaisseur de la tôle) et 208 HV0.5 pour le Métal de Base MBND. Ces valeurs pour les métaux de base sont cohérentes, l'écart de 7 HV0.5 est compatible avec les incertitudes de mesures lors de la détermination des diagonales des empreintes de dureté, d'autant plus qu'il s'agit d'une moyenne à une épaisseur donnée de la tôle. D'après la littérature, l'overmatching du Métal Fondu (écart avec la dureté du Métal de Base) du Joint Soudé étudié est assez faible pour un Grade 91 Joint Soudé. Un compromis doit être fait entre une zone fondue assez dure pour éviter d'être un point faible de la structure et une zone fondue qui s'intègre dans l'homogénéité de la structure. Le faible overmatching peut constituer un point faible de ce joint car la littérature rapporte classiquement une plus grande dureté dans le Métal Fondu de manière à éviter toute rupture dans cette zone. A 625°C, par exemple, le point faible de la structure est la zone intercritique ICHAZ de la ZAT. Enfin, la microdureté de la ZAT met en relief l'existence de plusieurs sous-structures avec une dureté assez faible de 190HV0.5 correspondant à la zone intercritique ICHAZ et un pic de dureté de 250HV0.5 pour la zone à gros grains CGHAZ.



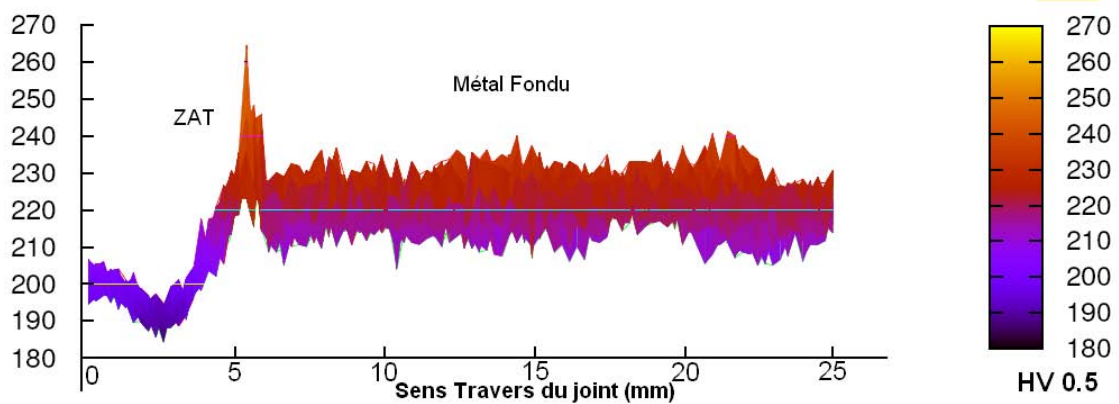
**Fig. V.37** – Profil de microdureté HV0.5 dans le sens travers du joint

La figure V.38 permet de comparer le profil de dureté du joint de l'étude avec des profils extraits de la littérature, mettant en avant l'influence du PWHT d'une part, et du faible overmatching du joint d'étude d'autre part. Le traitement post-soudage annihile bon nombre de dislocations si bien que la dureté du matériau décroît. Dans le matériau étudié, le profil de dureté avant traitement PWHT n'est pas connu.

Il a été évoqué plus haut l'existence dans le Métal Fondu d'une zone à gros grains et d'une zone inter-passes à petits grains. Des observations SEM et des analyses EBSD ont mis en évidence cette différence de microstructure. Il est rapporté ici une différence de dureté. En effet, 2000 indentations ont été réalisées, réparties sur une épaisseur (sens S) de 10 mm à l'interface entre la ZAT et le Métal Fondu. Cette épaisseur est en cohérence avec la taille d'un grain colonnaire de 5 mm observé au microscope optique. Les figures de V.39 à V.41 montrent l'existence d'une zone à faible dureté dans l'ICHAZ, un pic de dureté dans la CGHAZ, une zone à relativement faible dureté dans la zone à petits grains et une zone de dureté relativement élevée dans la zone à gros grains.



**Fig. V.38** – Comparaison de la microdureté du joint avec la littérature (RAJ et al., 2004; LAHA et al., 1995; SIREESHA et al., 2001; CHANDRAVATHI et al., 2001)



**Fig. V.39** – Evolution de la microdureté dans le sens travers du joint

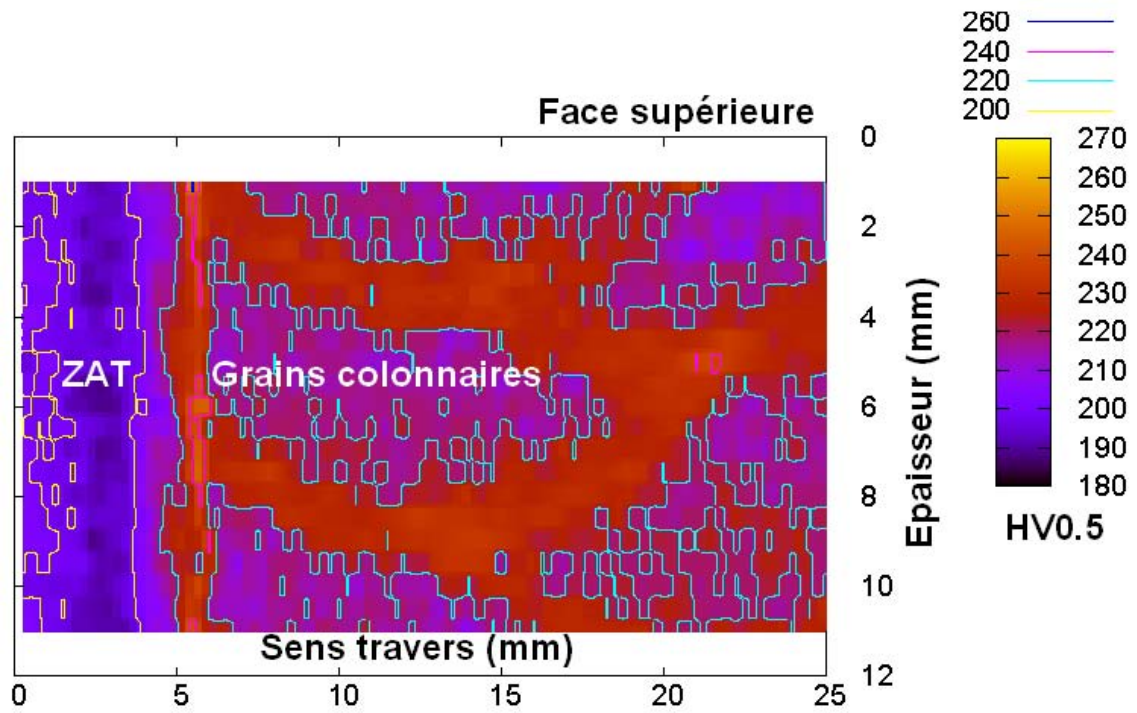


Fig. V.40 – Cartographie de la microdureté dans le plan (T;S)

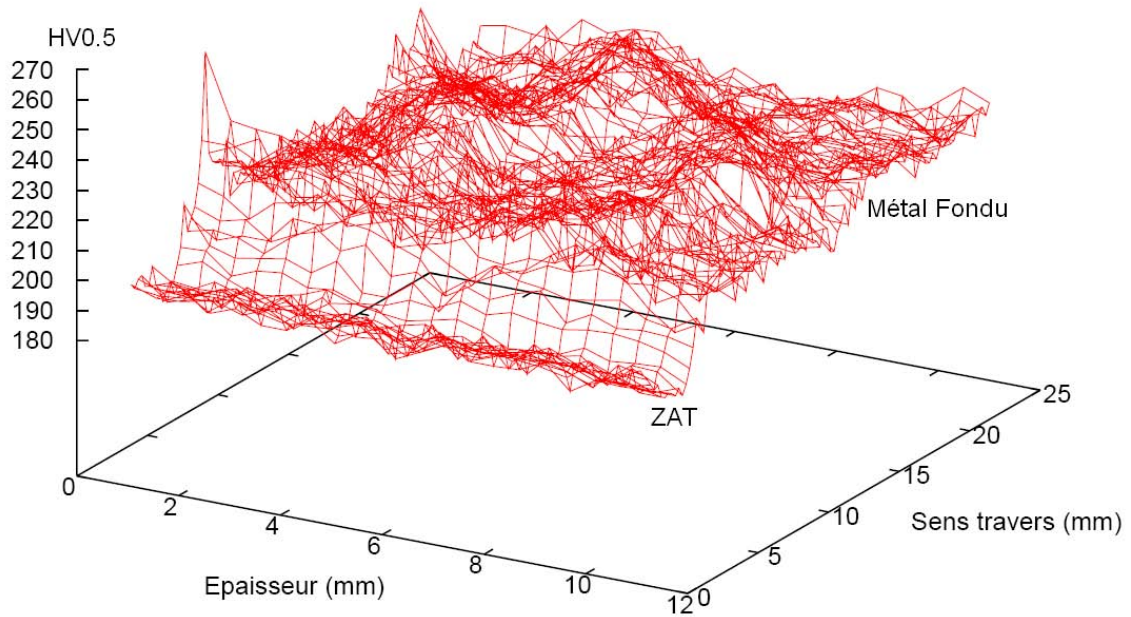
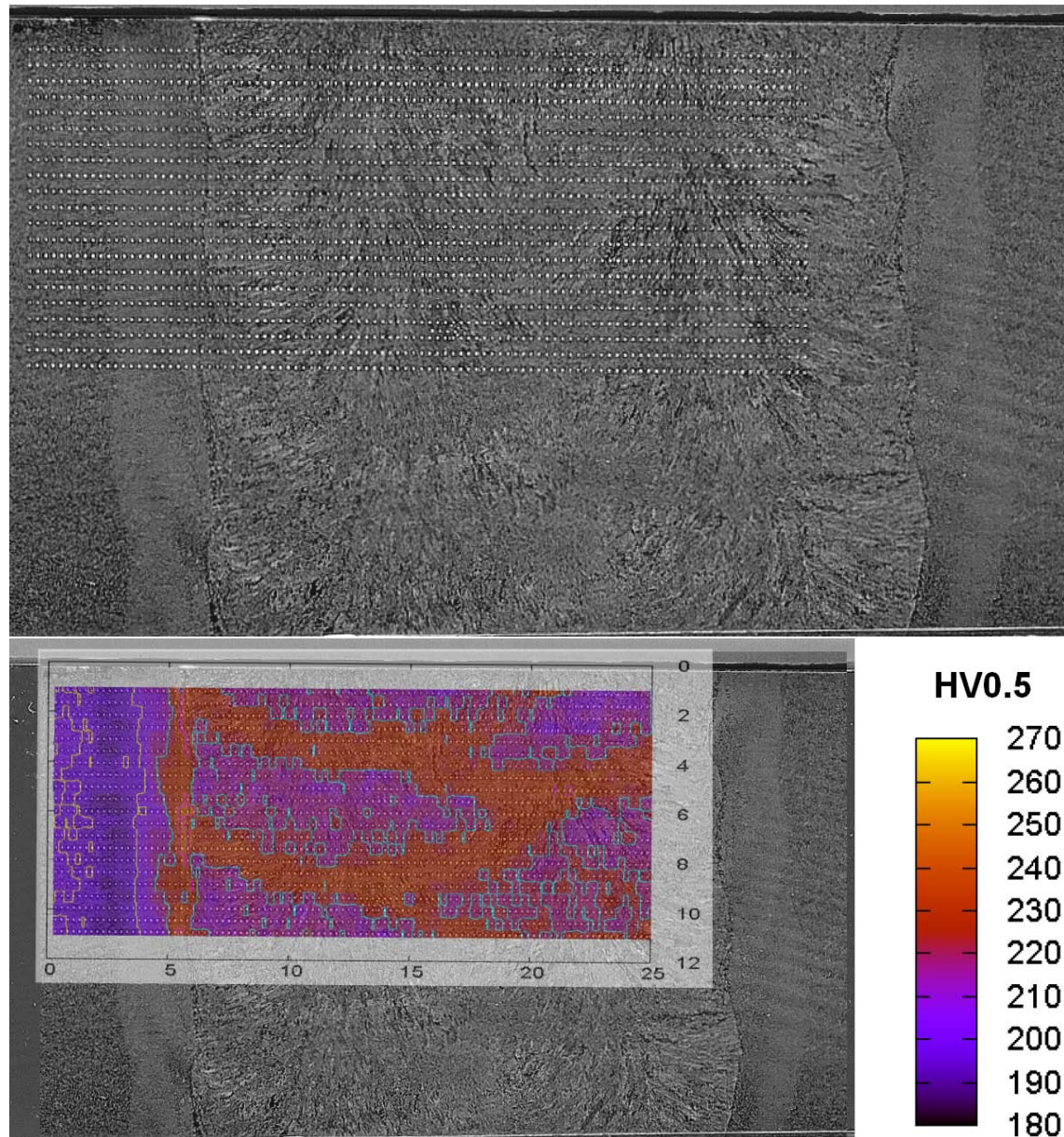


Fig. V.41 – Evolution dans le sens de l'épaisseur et suivant la direction T de la microdureté du joint



**Fig. V.42** – Superposition des points de dureté avec la microstructure et la cartographie de dureté



## V.6 Essai de flexion par choc sur Métal Fondu

Ce chapitre de caractérisation du Joint Soudé se termine par une section concernant la taille caractéristique de la structure et la recherche des plus grosses secondes phases.

### V.6.1 Résistance des joints d'un acier 9Cr

Les aciers 9Cr type Grade 91 possèdent des joints de grains  $\gamma$  très résistants en partie grâce au carbone qui y ségrège, si bien que la rupture, notamment par choc, est toujours transgranulaire quelle que soit la température d'essais. En contrepartie, le phosphore ségrège préférentiellement dans ce type de joint (SONG et al., 2008), favorisant la décohésion des grains, ce qui fragilise l'acier et le rend plus sujet à la rupture intergranulaire. La teneur en phosphore dans le Grade 91 a donc été optimisée pour éviter ce type de rupture fragile. L'objectif est de corroborer les observations faites au SEM et les analyses EBSD pour valider la taille des ex-grains austénitiques du Métal de Base MBD et la taille des grains colonnaires du Métal Fondu. La fissure se propage en général dans le cas de ces aciers dans les plans (100), donc les joints représentent une barrière difficile à accommoder puisque la fissure doit retrouver un plan (100) dans le grain voisin.

### V.6.2 Essai de choc

Un essai de choc sur une éprouvette de Métal Fondu a donc été mis en place après un temps d'immersion dans l'azote liquide pour abaisser la température de test et favoriser une rupture fragile transgranulaire afin d'observer par clivage la dimension de ces structures. Un second objectif est de montrer l'existence d'inclusions responsables de la germination de fissures.

#### a) Eprouvette de Métal Fondu

L'éprouvette utilisée est de plus petite section (6mm  $\times$  4mm). L'entaille de l'éprouvette est décentrée par rapport au Métal Fondu pour éviter la zone d'interface entre les deux passes de soudage et pour essayer de rompre dans une zone à gros grains colonnaires.

Après essai, le profil de l'éprouvette est présenté sur la figure V.43. Une attaque au réactif Villela et perchlorure de fer (cf. figure V.43) permet de révéler entre autres les grains colonnaires du Métal Fondu.

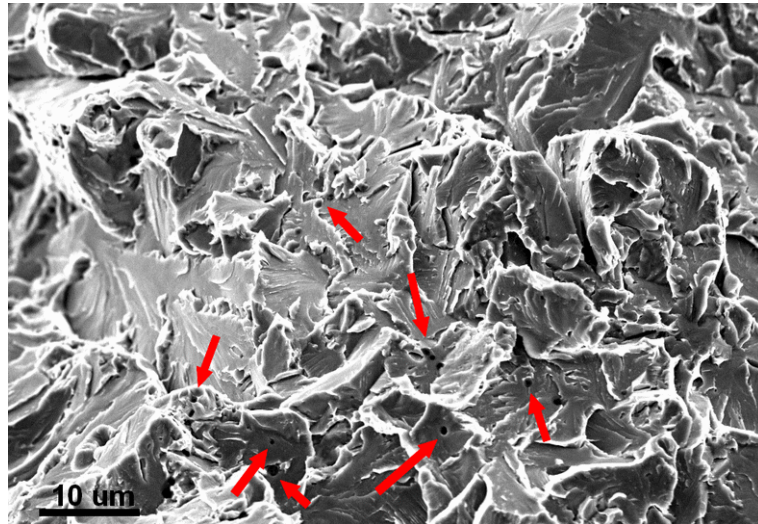


Fig. V.43 – Eprouvette de Métal Fondu testée par choc, Attaque au réactif Villela

**b) Faciès de rupture**

Le faciès de rupture exhibe naturellement une rupture fragile.

La figure V.44 met en évidence la présence de porosités primaires, comme les observations aux électrons rétrodiffusés l'ont montré précédemment, ou de cavités d'inclusions de type  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pour les plus grandes et de type  $\text{MnS}$  pour les plus petites. Aucun spectre d'analyses EDX n'est rapporté ici, d'autres ont été inclus dans ce rapport au chapitre III.



**Fig. V.44** – Porosités sur le faciès de rupture (SEM)

La figure V.45 présente deux clichés SEM illustrant la grande taille caractéristique des facettes de clivage du Métal Fondu, dans sa zone à gros grains colonnaires. Certaines marches peuvent être observées dans le plan de la fissure traversant ce grain colonnaire, probablement du à la présence de joints de lattes qui sont des obstacles au passage de la fissure.

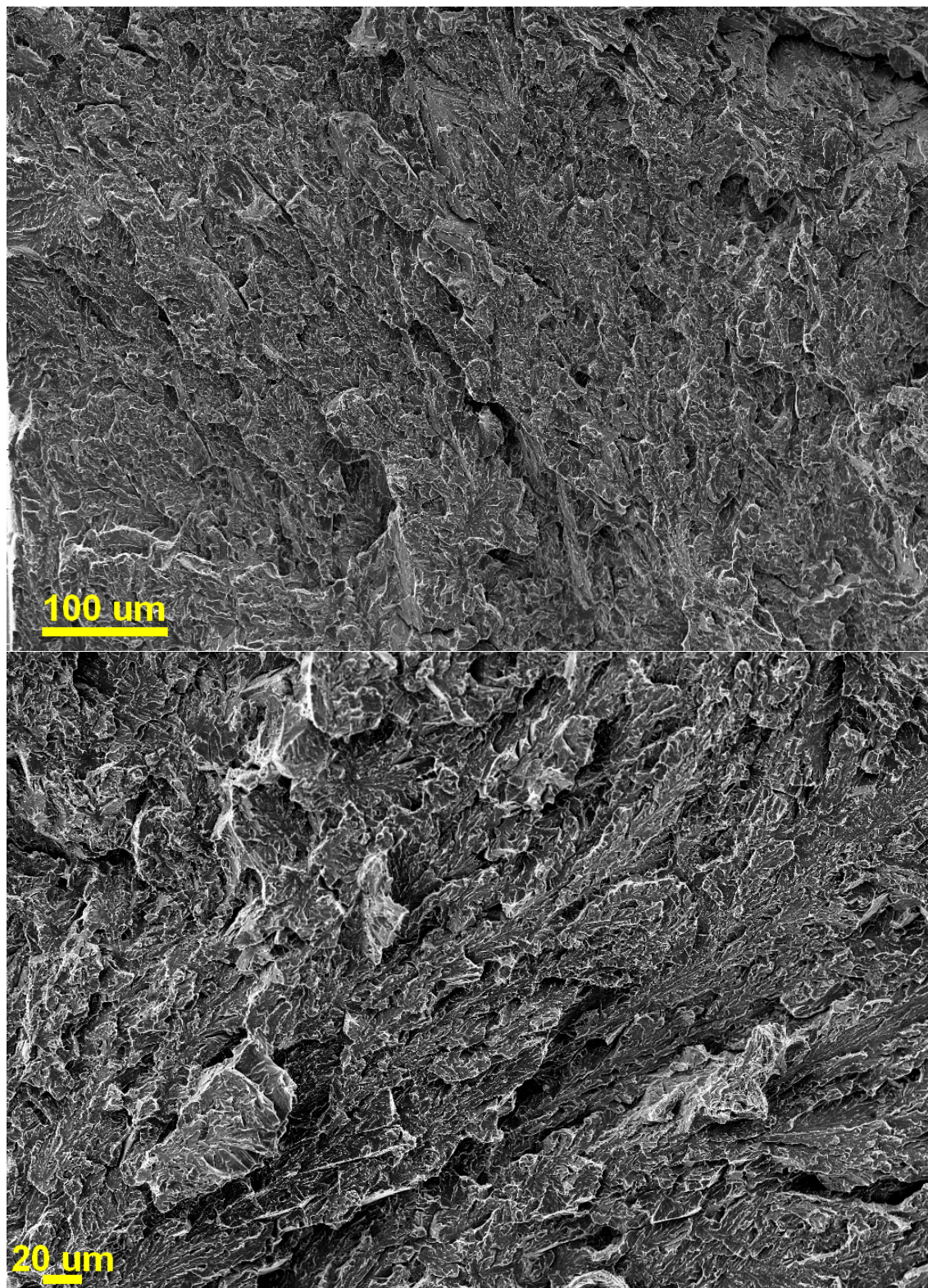


Fig. V.45 – Mise en évidence de la taille caractéristique du Métal Fondu

## V.7 Conclusions sur la microstructure du Joint Soudé

**L**E JOINT SOUDÉ est issu de la même tôle que le Métal de Base Non Détensionné, les deux matériaux ont donc subi le même traitement thermique de normalisation-revenu. Le Joint Soudé a, quant à lui, subi un traitement supplémentaire de détensionnement après soudage (PWHT : 750°C, 20h) afin de relaxer les contraintes résiduelles dues au soudage. Les observations indiquent un large joint : 25 mm de zone fondue et 3 mm de ZAT. La grande largeur du coupon soudé (600 mm) permet d'avoir une multitude de microstructures : du Métal de Base Détensionné jusqu'au Métal Fondu, en passant par la zone intercritique ICHAZ et la zone à gros grains CGHAZ de la ZAT. La FGHAZ a été volontairement écartée dans cette étude en raison de la difficulté de la distinguer de l'ICHAZ. De plus, la zone de rupture intervenant en fluage à 500°C sur ce Joint Soudé ne concerne pas ces zones de ZAT. Le Métal Fondu, quant à lui, présente une zone à gros grains et une zone inter-passes à petits grains.

La composition chimique dans le sens travers du joint reste homogène au Métal de Base, sauf dans la zone fondue qui présente une teneur élevée en Ni et en Mn due à la composition chimique du fil, utilisée dans la technique SAW de soudage. Il est rappelé que la microstructure du Métal de Base Détensionné est peu différente de celle du MBND : la taille d'ex-grains austénitiques atteint 39  $\mu\text{m}$  contre 24  $\mu\text{m}$  dans le cas du MBND, tout en restant dans la gamme 20-40  $\mu\text{m}$ .

La ZAT se découpe majoritairement en une zone intercritique ICHAZ/FGHAZ de taille de grains  $\gamma$  d'environ 5 à 10  $\mu\text{m}$  proche du MBD, et une zone à gros grains CGHAZ de taille de grains  $\gamma$  d'environ 40 à 60  $\mu\text{m}$  proche du Métal Fondu. Leurs deux structures présentent des grains globalement équiaxes, contrairement au Métal Fondu qui présente une structure en grains colonnaires de grande dimension : 5 mm, comprenant des zones équiaxes recuites à grains fins. La dureté du Métal Fondu est assez faible comparativement à la littérature : 230HV0.5 alors que le Métal de Base Détensionné présente une dureté de 215HV0.5 à une profondeur donnée, mais de 206HV0.5 en moyenne sur l'épaisseur du Joint. Le Métal Fondu possède également des variations de dureté en raison de ses zones recuites ou non par les passes successives.

Les observations au SEM et au TEM sur répliques extractives permettent de conclure à une faible augmentation en taille des précipités rencontrés. Les  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ , pour les plus gros, avoisinent 600 nm alors que les plus gros des MX atteignent 60 nm. Les carbures ont une géométrie plutôt en forme de disques alors que les MX se présentent sous forme de sphères. Il n'a pas été observé d'autres précipités que les types évoqués dans la caractérisation du Métal de Base Détensionné.

## V.8 Ce qu'il faut retenir sur le Joint Soudé ...

### 1. MICROSTRUCTURE

- Le Joint Soudé étudié a subi un traitement de normalisation-revenu respectivement à 1070°C (4h) et 760°C (5h) puis un traitement de détensionnement post-soudage de 750°C pendant 20h pour relaxer les contraintes dues au soudage.
- La microstructure du Joint Soudé se décompose en une zone de Métal Fondu (WM) et deux zones affectées thermiquement (ZAT). En raison de la grande largeur de la tôle soudée, le matériau étudié, loin de la zone de fusion, possède également deux zones de Métal de Base Détensionné (MBD). La largeur totale de la tôle est de 600 mm, celle du WM est de 25 mm en moyenne, celle de la ZAT est de 3 mm en moyenne.
- Pour le MBD, le traitement PWHT ne modifie pas la microstructure en termes de précipitation et de dureté. Toutefois, la dimension de la sous-structure a légèrement augmenté dans certains endroits; les sous-grains ont grossi sous l'effet de la température.
- Les observations réalisées dans cette étude ou rapportées depuis la littérature montrent que la ZAT se décompose principalement en deux zones : une microstructure à gros grains CGHAZ martensitique proche du WM; une microstructure à grains fins intercritique ICHAZ recristallisée proche du MBD. Une variation de microdureté traduit également cette évolution de microstructure dans la ZAT.
- Le WM présente globalement une structure grossière en grains colonnaires de grande dimension (environ 5 mm). Toutefois, l'influence de la passe n+1 sur la passe n se traduit par un recuit du haut de la zone à gros grains colonnaire de la passe n. Ainsi, il est possible de distinguer deux zones : une zone à gros grains très orientée et une zone interpasse plus fine ayant une dureté plus faible que la première. Le WM présente également des porosités primaires probablement dues au procédé de soudage et à l'évaporation d'éléments volatiles présents dans le métal d'apport tel que le Mo. Enfin, le WM possède essentiellement des joints de fortes désorientations.

### 2. PRÉCIPITÉS ET INCLUSIONS

- Les précipités sont identiques à ceux observés lors de la caractérisation du Métal de Base Non Détensionné. Les joints de la sous-structure (lattes, blocs, paquets, anciens grains) sont toujours le lieu de ségrégation de précipités riches en Chrome  $M_{23}C_6$ . Les MX de taille légèrement plus grosse que dans le cas MBND sont toujours présents en intralatte.
- Les précipités de type **MX** ont un rôle primordial dans la résistance au fluage du matériau en tant qu'obstacles au mouvement des dislocations. Les analyses EDX mettent en évidence deux compositions chimiques distinctes de MX. Leur composition chimique a un peu évolué en raison de celle du métal d'apport, mais ils se répartissent majoritairement entre Nb(C,N) et VN.
- Des essais de chocs dans le domaine fragile ont montré, hormis une rupture transgranulaire signe d'une excellente résistance des joints, l'existence d'inclusions de type  $Al_2O_3$  d'environ 10  $\mu m$  et de type MnS d'environ 5  $\mu m$  de diamètre moyen.

---

# Chapitre -VI-

## Comportement et microstructure du Joint Soudé

---

**C**e dernier chapitre s'intéresse à l'étude du comportement mécanique du Joint Soudé sous une sollicitation de type traction et en fluage à 500°C. Les essais ont montré que le lieu de rupture n'est pas le même pour les deux types d'essais. Les faciès de rupture sont observés. Dans le cas du fluage, des coupes longitudinales polies sont analysées à l'aide de différentes techniques d'observation et des profils de dureté sont réalisés.

Comme pour le Métal de Base Détensionné, un modèle phénoménologique de comportement en fluage à 500°C du joint soudé entier est proposé. Puis deux méthodes sont proposées pour déterminer les paramètres applicables au comportement du métal fondu seul.

### Sommaire

---

<b>VI.1</b>	<b>Comportement mécanique en traction</b>	<b>201</b>
VI.1.1	Géométrie de l'éprouvette	201
VI.1.2	Lieu de rupture	201
VI.1.3	Courbe de traction	201
VI.1.4	Propriétés mécaniques du Joint Soudé	202
VI.1.5	Conclusions sur le comportement en traction du Joint Soudé	203
<b>VI.2</b>	<b>Comportement mécanique en fluage</b>	<b>205</b>
VI.2.1	Géométrie des éprouvettes	205
VI.2.2	Fluage sur les éprouvettes lisses ZU80	206
VI.2.3	Fluage sur les éprouvettes entaillées ZU40	210
VI.2.4	Fluage sur les éprouvettes amincies ZU20	214
VI.2.5	Bilan des essais de fluage	215

VI.2.6	Observations des faciès de rupture des éprouvettes ZU80 . . . . .	216
VI.2.7	Quantification de l'endommagement . . . . .	216
VI.2.8	Profil de microdureté . . . . .	219
VI.2.9	Observation EBSD sur le Grade 91 Joint Soudé flué . . . . .	221
VI.2.10	Conclusions sur le comportement en fluage du Joint Soudé . . . . .	223
<b>VI.3</b>	<b>Modélisation du comportement en fluage du Joint Soudé . . . . .</b>	<b>223</b>
VI.3.1	Comportement du Joint Soudé entier . . . . .	223
VI.3.2	Comportement du métal fondu - Déduction . . . . .	226
VI.3.3	Comportement du métal fondu - Vérification . . . . .	229
VI.3.4	Synthèse des modélisations sur le Joint Soudé . . . . .	233
<b>VI.4</b>	<b>Conclusions sur le comportement mécanique du Joint Soudé . . . . .</b>	<b>235</b>
<b>VI.5</b>	<b>Ce qu'il faut retenir sur le comportement mécanique et l'évo-</b> <b>lution de la microstructure du Joint Soudé ... . . . . .</b>	<b>237</b>

---

## VI.1 Comportement mécanique en traction

### VI.1.1 Géométrie de l'éprouvette

La géométrie utilisée pour l'essai de traction sur Joint Soudé entier est du type de celle employée pour les essais de fluage sur Joint Soudé entier, dont il est question dans tout ce chapitre. L'objectif de cette section est de réaliser un seul essai de traction à 500°C afin de déterminer principalement le lieu de rupture. Cet essai peut également donner un ordre de grandeur des propriétés de traction du Joint Soudé par rapport au Métal de Base.

Un essai de traction sur une éprouvette de Joint Soudé entier a donc été réalisé au Centre des Matériaux. Les paramètres de l'essai sont : 500°C,  $\dot{\epsilon} = 10^{-5} s^{-1}$ .

La géométrie de cette éprouvette est disponible en annexe. Les dimensions caractéristiques de cette éprouvette sont toutefois rappelées : une longueur totale de 125 mm, une longueur utile de 80 mm et un diamètre de la zone utile de 5 mm.

### VI.1.2 Lieu de rupture

La figure VI.1 présente l'éprouvette de traction de Joint Soudé entier après essai. La rupture intervient dans le Métal de Base Détensionné, à environ 25 mm de la ligne de fusion. Une légère striction dans le métal fondu est présente mais elle n'est pas visible sur la figure VI.1. Néanmoins, la rupture dans le Métal de Base montre que l'entité microstructurale composée du métal fondu et de la zone affectée thermiquement (ZAT) ne constitue pas un point faible de la structure lors d'une sollicitation de type traction à 500°C. Le lieu de rupture est analogue à celui d'éprouvettes testées à 625°C dans le cadre de la thèse de V. GAFFARD (GAFFARD, 2004). Ainsi, le comportement du Joint Soudé de la présente étude semble être conforme à ce qu'on peut attendre. Le fait d'observer une légère striction dans le métal fondu pour une vitesse lente de traction pose toutefois la question du lieu de rupture dans le cas d'un essai de fluage.



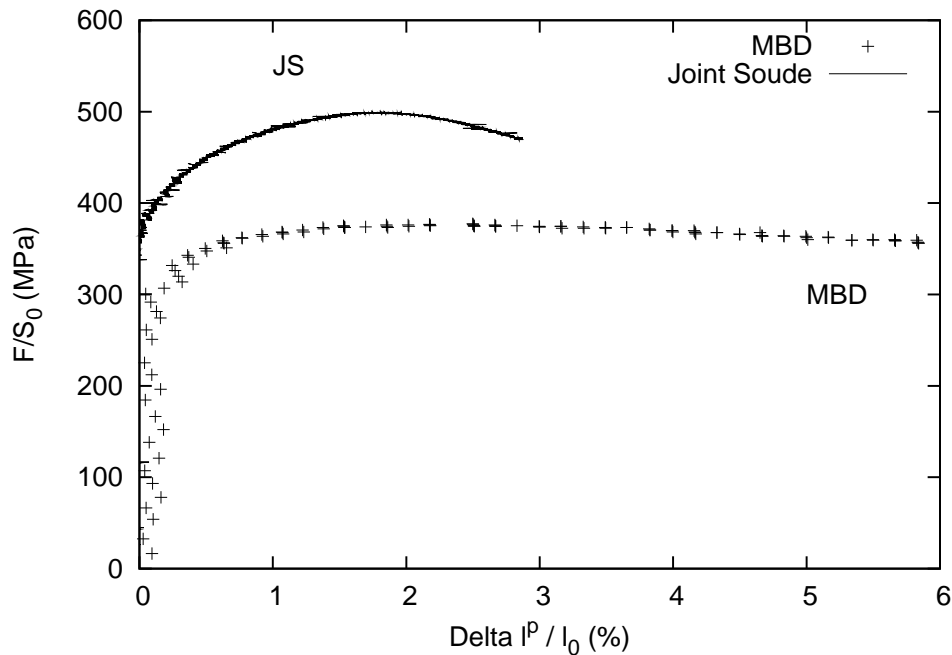
**Fig. VI.1** – Rupture dans le Métal de Base d'une éprouvette de Joint Soudé (500°C,  $\dot{\epsilon} = 10^{-5} s^{-1}$ )

### VI.1.3 Courbe de traction

La courbe de traction correspondante est donnée sur la figure VI.2. Le déplacement pris en compte est celui du vérin. La longueur de référence  $l_0$  est la longueur de la zone utile de l'éprouvette, soit 80 mm (15 mm dans le cas des éprouvettes MBD de traction usinées au CDM). On s'affranchit des raideurs mises en jeu lors de l'essai (machine, éprouvette, ...) en déterminant l'allongement relatif plastique :  $\frac{\Delta l_{\text{verin}}}{l_0} - \frac{F}{S_0 E_{mes}}$  où  $F$  est la charge,  $S_0$  la section initiale,  $E_{mes}$  la pente de la partie élastique de la courbe conventionnelle. La striction a eu lieu largement en dehors de la zone couverte par l'extensomètre en raison de la grande longueur de l'éprouvette.

La figure VI.2 compare pour les mêmes paramètres d'essais (500°C,  $\dot{\epsilon} = 10^{-5} s^{-1}$ ) la courbe de traction du Joint Soudé et celle du matériau de base détensionné. La base de mesure étant différente, l'allongement est différent et n'est donc pas comparable. Le lieu de





**Fig. VI.2** – Courbes de traction à 500°C du Joint Soudé entier et du métal MBD (CDM,  $\dot{\varepsilon} = 10^{-5} s^{-1}$ , 500°C)

rupture ayant lieu dans le Métal de Base, le Rm du Joint Soudé devrait être sensiblement le même que celui du Métal de Base. Rm est une donnée intrinsèque au matériau indépendante de la géométrie. Le Joint Soudé est un multi-matériau constitué de trois matériaux bout à bout en série dans le sens de la sollicitation de traction. Il y a donc transmission des efforts. L'éprouvette de Joint Soudé entier casse dans la zone de Métal de Base, donc la courbe de traction du Joint Soudé devrait être similaire à celle du Métal de Base Dé-tensionné. La figure VI.2 montre que ce n'est pas le cas. Plusieurs arguments peuvent être exposés. Est-ce que la microstructure du métal MBD situé à 25 mm de la ligne de fusion voit un traitement thermique particulier du au passage des torches de soudage? La figure V.35 a montré qu'à 25 mm de la zone de fusion la température imposée au matériau lors du soudage est d'environ 300°C. Ceci ne peut donc pas expliquer l'augmentation de Rm que transmet l'essai de traction sur le Joint Soudé. Un autre argument qui a priori serait plus probable serait l'existence d'un gradient thermique à l'intérieur du four. Il s'agit d'un four à lampe une zone. Le gradient n'a pas été vérifié sur toute la grande longueur de l'éprouvette de Joint Soudé. Le lieu de rupture ne peut pas être considéré comme un point chaud, puisque la courbe de traction est au dessus de celle du Métal de Base. Donc il est vraisemblable que la zone du four coïncidant avec le lieu de rupture dans l'éprouvette soit un point froid, donc que la contrainte maximale soit supérieure à celle du Métal de Base. Cela revient à deux essais à deux températures différentes. En tout état de cause, la courbe de traction du Joint Soudé ne peut pas être valable, contrairement à celle du Métal de Base où deux essais réalisés au CDM et un essai réalisé à EDF Les Renardières donnaient une même courbe.

#### VI.1.4 Propriétés mécaniques du Joint Soudé

Aucune donnée dans la littérature concerne les propriétés mécaniques des différents matériaux qui composent un Joint Soudé de Grade 91. Toutefois, LAHA a réalisé des es-

sais de traction sur des microstructures simulées des différentes zones de la ZAT (LAHA et al., 1995). Ses données concernent un T9 (Fe-9Cr-1Mo) normalisé (950°C, 15 min, ce qui est assez bas en température comparativement au matériau étudié ici mais logique pour éviter la forte croissance des grains  $\gamma$  que rien ne retiendrait) et revenu (780°C, 2h). Un traitement de détensionnement à 700°C pendant 1h est réalisé après simulation thermique. Les éprouvettes testées sont de longueur utile 26 mm et de diamètre 4 mm. La vitesse de sollicitation est plus rapide que dans notre étude :  $\dot{\varepsilon} = 3.10^{-4}s^{-1}$ . Les résultats de LAHA à 500°C sont présentés dans le tableau VI.1 et corroborent nos hypothèses faites sur le comportement à la traction des différentes zones du Joint Soudé.

Matériau	$\dot{\varepsilon}$ ( $s^{-1}$ )	Rm (MPa)	Rp <sub>0.2</sub> (MPa)	A <sub>t</sub> (%)	Z (%)	Sources
JS entier	10 <sup>-5</sup>	499	350	6	77	CDM
MBD	10 <sup>-5</sup>	360	330	20	80	CDM
MBD	3.10 <sup>-4</sup>	453	395	15.7	82	(LAHA et al., 1995)
ICHAZ	3.10 <sup>-4</sup>	424	373	16.3	83	(LAHA et al., 1995)
FGHAZ	3.10 <sup>-4</sup>	510	466	15.8	81	(LAHA et al., 1995)
CGHAZ	3.10 <sup>-4</sup>	542	499	13.8	83	(LAHA et al., 1995)

**Tab. VI.1** – Propriétés mécaniques à 500°C du MBD, du Joint Soudé et des différentes zones simulées de la ZAT d'après (LAHA et al., 1995)

Le tableau VI.1 rassemble les données mécaniques suivantes : le Rm, le Rp<sub>0.2</sub>, l'allongement à rupture A<sub>t</sub> et le coefficient de réduction de section Z. La valeur A<sub>t</sub> n'a de sens que dans le cas des éprouvettes de LAHA qui ont la même géométrie. Cela étant, aucune information n'est donnée sur la réalisation des éprouvettes simulant les zones de microstructure de la ZAT. Il y a une différence entre une réalisation de type Gleeble et juste un traitement thermique dans un four. Le problème se pose en termes de représentativité de la microstructure dans l'éprouvette simulée (gradient thermique du four, température vue par le cœur de l'échantillon). Ne contient-elle pas elle aussi une juxtaposition de microstructures (due au procédé Gleeble) ?

### VI.1.5 Conclusions sur le comportement en traction du Joint Soudé

Le Joint Soudé casse dans le Métal de Base MBD à la suite d'essais de traction à 500°C à une vitesse de sollicitation de  $\dot{\varepsilon} = 10^{-5}s^{-1}$ . Le lieu de rupture est identique à celui d'essais de traction réalisés à 625°C (GAFFARD, 2004). Le fait de souder deux tôles de Grade 91 n'engendre pas de point faible dans la soudure et la tenue du matériau ne dépend que de la tenue du Métal de Base à ces températures.

En revanche, l'essai de traction réalisé sur le Joint Soudé n'est pas concluant en termes de données mécaniques. Un argument probable est un fort gradient thermique dans le four lors de l'essai ce qui a amené un point froid. Ceci explique la forte différence qu'il y a entre les courbes de traction du métal MBD et du Joint Soudé.

Le comportement mécanique du Joint Soudé en traction est lié à la dureté. Le profil de dureté du joint d'étude (cf. figure V.37) a montré un faible overmatching (différence entre la dureté du Métal de Base MBD et celle du métal fondu). Néanmoins, ce faible overmatching est suffisant pour que le métal fondu ne soit pas le maillon faible de la structure. L'ICHAZ est la zone à dureté minimale, mais la rupture a lieu ailleurs. L'ICHAZ est une zone de très petite longueur, comparativement aux dimensions de l'éprouvette, coincée

entre des microstructures plus dures. D'une manière générale, la ZAT n'est pas concernée par la rupture de l'éprouvette de Joint Soudé entier.

En raison des différences de dureté dans l'éprouvette de Joint Soudé entier, les matériaux qui le compose ont des comportements à la traction différents. Considérons chacun de ces matériaux comme seul soumis à une traction uniaxiale. L'ICHAZ, zone la plus molle de l'éprouvette, est une zone qui se déforme plus que toutes les autres zones du Joint Soudé. La CGHAZ, zone la plus dure de l'éprouvette, aura un comportement inverse de celui de l'ICHAZ. Entre ces deux matériaux extrêmes, le métal fondu a un comportement qui va se rapprocher de la CGHAZ, mais sera moins résistant, le Métal de Base qui a une dureté inférieure à celle du métal fondu sera encore moins résistant à la traction, mais plus résistant que l'ICHAZ.

## VI.2 Comportement mécanique en fluage

### VI.2.1 Géométrie des éprouvettes

Les essais de fluage sur Joint Soudé entier ont été réalisés sur trois géométries différentes. Les différents paramètres sont donnés dans le tableau VI.2, l'annexe C.1.2 donne toutes les dimensions. Des essais de fluage ont été menés sur des éprouvettes de géométrie identique à celle pour le Métal de Base MBD : des éprouvettes lisses, cylindriques et englobant les différentes microstructures du Joint Soudé entier ; cette géométrie est dénommée ZU80 pour rappeler sa grande longueur utile. Pour déterminer le comportement du métal fondu seul, une géométrie affinée a été mise au point avec une longueur totale identique à celle des éprouvettes de métal MBD (pour rester dans la plage de réponse linéaire des capteurs LVDT d'allongement) et avec une géométrie amincie uniformément dans le métal fondu pour obtenir un diamètre de section minimale de 4 mm contre 5 mm dans les autres géométries citées jusqu'alors. Cette géométrie est dénommée ZU20 ; la zone utile est centrée sur la zone de métal fondu tout entière. La géométrie ZU20 d'éprouvettes de fluage a été mise au point afin de déterminer le comportement à part entière du métal fondu MF. La volonté est de tester uniquement le métal fondu, donc de disposer d'éprouvettes dont la longueur utile n'est constituée que de métal fondu. La largeur de métal fondu dans la tôle de Joint Soudé est suffisamment grande pour pouvoir réaliser ces éprouvettes. L'objectif aussi est d'avoir une géométrie simple qui ressemble à celle des éprouvettes lisses ZU80. Pour être sûr que la rupture intervienne dans la zone utile, l'éprouvette ZU20 possède un diamètre aminci régulièrement dans la zone utile pour favoriser dans tous les cas la rupture dans le MF. Ces essais ont été menés au laboratoire MMC d'EDF Les Renardières où des essais longue durée se poursuivent encore.

Au Centre des Matériaux, des essais de fluage sur des éprouvettes à double entaille ont été réalisés. Deux entailles de rayon 1.2 mm ont été usinées, l'une dans le métal fondu et l'autre dans la ZAT approximativement centrée dans l'ICHAZ (zone très molle). Cette géométrie est nommée NC1.2-ZU40. Le rayon d'entaille avait été choisi par rapport aux essais de GAFFARD (GAFFARD, 2004). Le choix du rayon d'entaille a été effectué en fonction de la longueur dans l'éprouvette de la ZAT. Les observations donnent une longueur de 3 mm. La géométrie de l'entaille a été voulue en U pour éviter la sévérité d'une entaille en V et pour faciliter l'usinage. GAFFARD avait d'ailleurs montré qu'il n'y avait pas d'influence sur le temps à rupture du rayon d'entaille entre une valeur inférieure à 1.2 mm et une géométrie en V. L'allongement des éprouvettes est mesuré au moyen d'extensomètres qui viennent s'agripper sur les collerettes. La figure VI.3 illustre la géométrie de ces éprouvettes.

En résumé :

- Une géométrie cylindrique lisse de grande longueur utile pour englober tout le métal fondu, ses deux zones de ZAT et une partie du métal MBD (ZU80)
- Une géométrie cylindrique à double entaille, dont l'une est dans la ZAT, l'autre dans le métal fondu (ZU40)
- Une géométrie cylindrique amincie dans la zone utile pour tester le métal fondu (ZU20)

Géométrie	Longueur totale (mm)	Longueur utile (mm)	Diamètre zone utile (mm)	Rayon d'entaille (mm)
ZU80	125	80	5	-
ZU40	74	40	6	1.2
ZU20	81	20	4	-

Tab. VI.2 – Données géométriques des 3 types d'éprouvettes testées de Joint Soudé

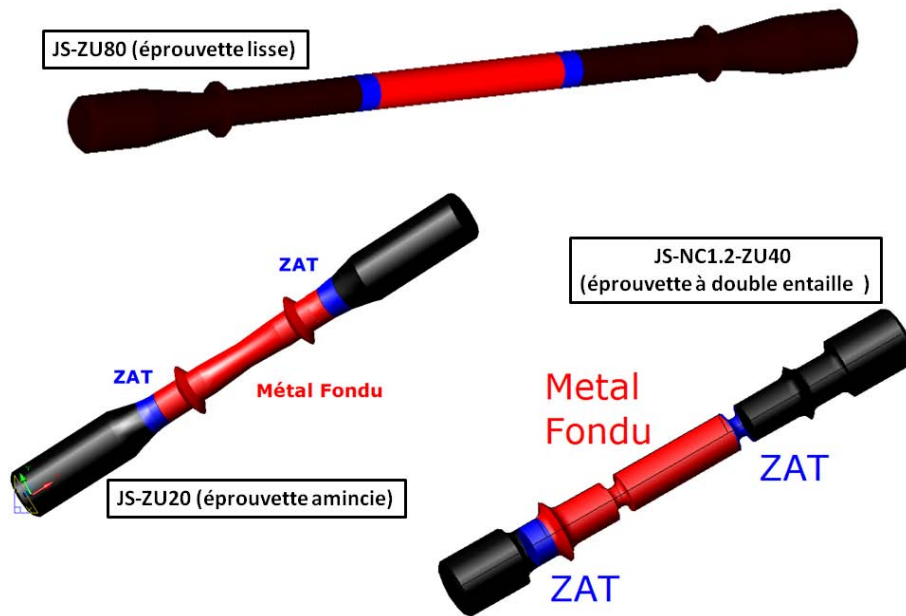


Fig. VI.3 – Schémas des éprouvettes de fluage de Joint Soudé

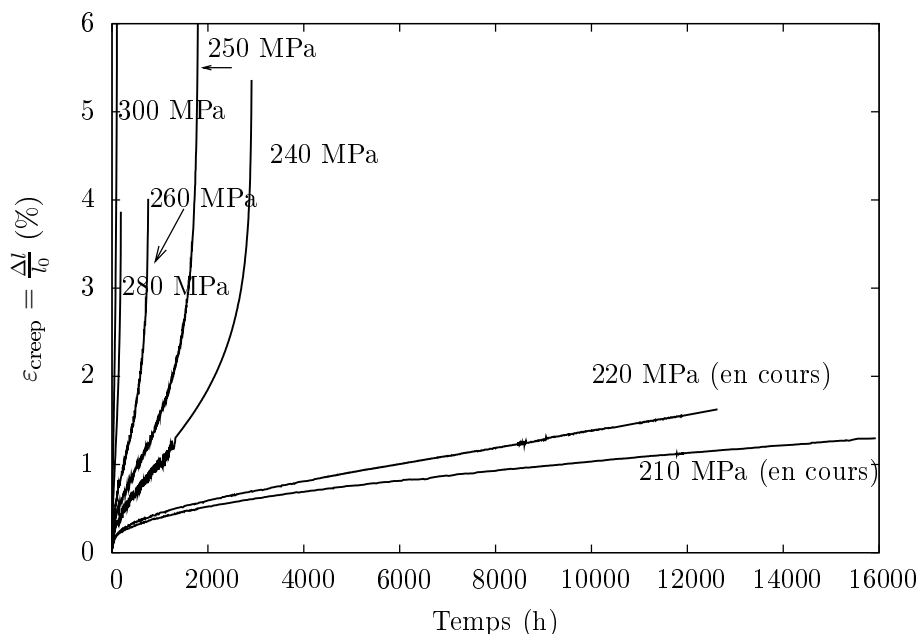
## VI.2.2 Fluage sur les éprouvettes lisses ZU80

### a) Courbes de fluage

La figure VI.4 présente les courbes de fluage de Joint Soudé après essais à 500°C réalisés sur la géométrie lisse de grande longueur utile. L'objectif de ces essais est de déterminer le lieu de rupture dans le joint entier à 500°C. GAFFARD a montré que dans le cas d'essais de 600°C jusqu'à 650°C, la rupture intervenait dans l'ICHAZ de la ZAT (type IV) (GAFFARD, 2004).

Ces courbes mettent en évidence vraisemblablement l'existence de deux régimes différents qui contrôlent la déformation de fluage. Un ensemble de courbes associées aux contraintes de 240 à 300 MPa, les fortes contraintes, ont une durée de vie beaucoup plus courte que les courbes à plus faibles contraintes (210 à 220 MPa). Ces deux essais longue durée (> 12 000h et > 16 000h) sont toujours en cours à EDF Les Renardières. Probablement, le mécanisme activé aux faibles contraintes est essentiellement du fluage diffusion, alors qu'aux contraintes plus élevées, le mécanisme de déformation semble être gouverné par le fluage dislocation (ASHBY et al., 1979). Il s'agit d'une hypothèse où le juge de paix sera la valeur de l'exposant de Norton. Si cette valeur est proche de 1 pour ces faibles contraintes, alors le mécanisme sera diffusionnel; sinon c'est qu'il existe des contraintes internes qui peuvent empêcher le matériau de fluer.

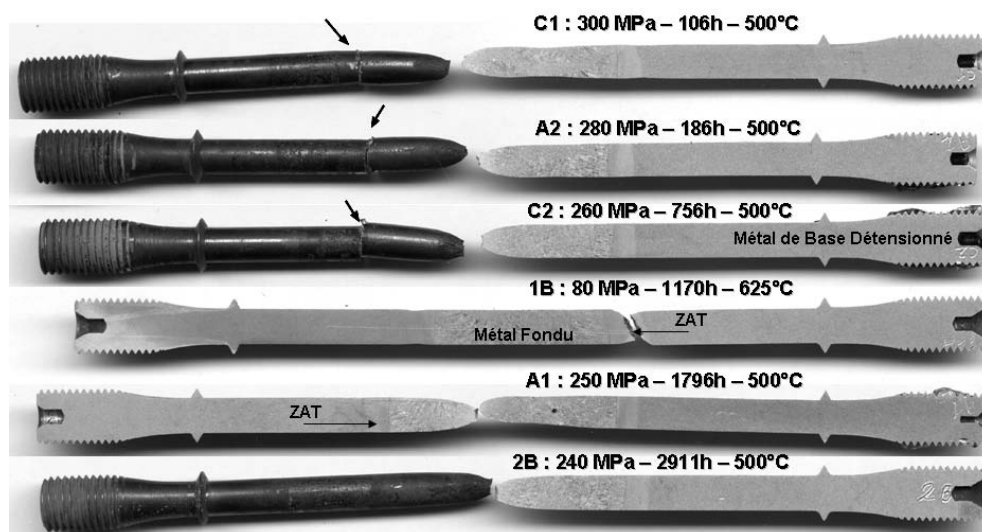
D'autre part, les mêmes remarques formulées sur l'allure des courbes dans le cas du Métal de Base Détensionné MBD s'appliquent également pour l'allure des courbes du Joint Soudé entier. En effet, le stade primaire est assez bien marqué et le stade tertiaire



**Fig. VI.4** – Courbes de fluage sur Joint Soudé entier réalisé sur la géométrie ZU80 à 500°C (EDF Les Renardières)

est largement représenté sur les courbes. La présence du stade secondaire dépend du niveau de contrainte appliquée.

#### b) Lieu de rupture



**Fig. VI.5** – Eprouvetttes ZU80 rompues après fluage à 500°C et 625°C laissées entières ou coupées, polies et attaquées au réactif de Vilella et perchlorure de fer

La figure VI.5 indique le lieu de rupture des éprouvettes lisses de Joint Soudé fluées à 500°C. Quel que soit le niveau de contrainte appliquée, la rupture intervient toujours dans le métal fondu, contrairement à ce qu'observait GAFFARD à 625°C. Ce résultat est une nouveauté par rapport à ce qu'on pourrait attendre. Cela signifie que les mécanismes

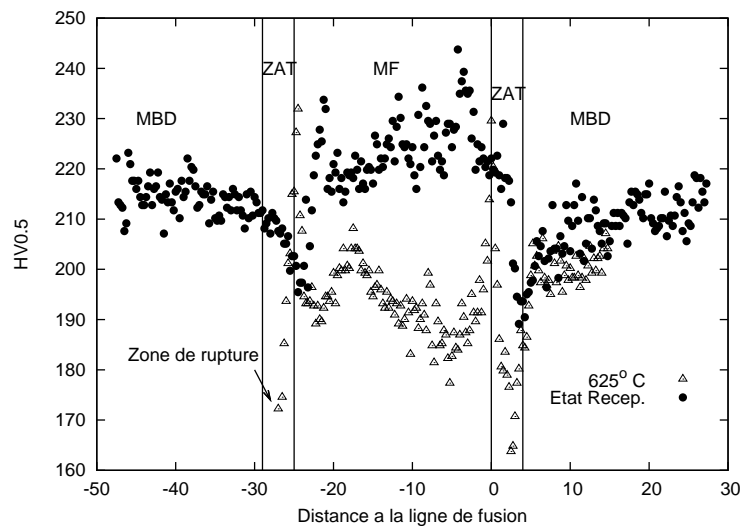
qui contrôlent la déformation puis qui gouvernent la rupture finale sont différents de ceux prédominants à 625°C. Il est à noter que certaines demi-éprouvettes (C1, A2, C2) ont été tronçonnées (voir les flèches) pour observer le faciès de rupture au microscope électronique à balayage.

Aussi, pour valider ce résultat, un essai de fluage à 625°C avec la même géométrie a été mise en place pour un temps à rupture de l'ordre de 1000h.

La figure VI.5 permet de comparer également la zone de rupture du Joint Soudé flué à 625°C (éprouvette 1B) à celle de joints flués à 500°C pour des temps à rupture proches (756h et 1796h à 500°C contre 1170h à 625°C). La rupture à 625°C intervient bien dans la zone ICHAZ suivant le type IV, ce qui permet de valider la conformité du comportement du Joint Soudé en fluage.

De plus, il y a une cohérence avec les résultats que fournit la littérature. (JANDOVA et al., 2006) relate une rupture dans le métal fondu après un essai de fluage à 525°C pour une contrainte de 220 MPa et un temps à rupture de 11 546h. Son matériau est un P91 austénitisé à 1050°C (1.5h), revenu à 750°C (3.5h) et détensionné après soudage à 760°C (2.5h). D'autres références bibliographiques sont présentées dans les lignes suivantes concernant la prédiction.

Une série d'indentations de microdureté a été réalisée sur l'éprouvette fluée à 625°C. Le résultat est présenté sur la figure VI.6 qui est superposé sur le profil de dureté dans le sens travers du joint avant essai (●). Après fluage à 625°C, un fort adoucissement du métal fondu est noté ; la dureté du métal fondu est inférieure à celle du Métal de Base. On parle alors d'undermatching à 625°C. Aucune augmentation drastique de la dureté n'est apparue aux abords du faciès de rupture, comme c'est le cas dans le métal MBD flué (cf. chapitre IV).

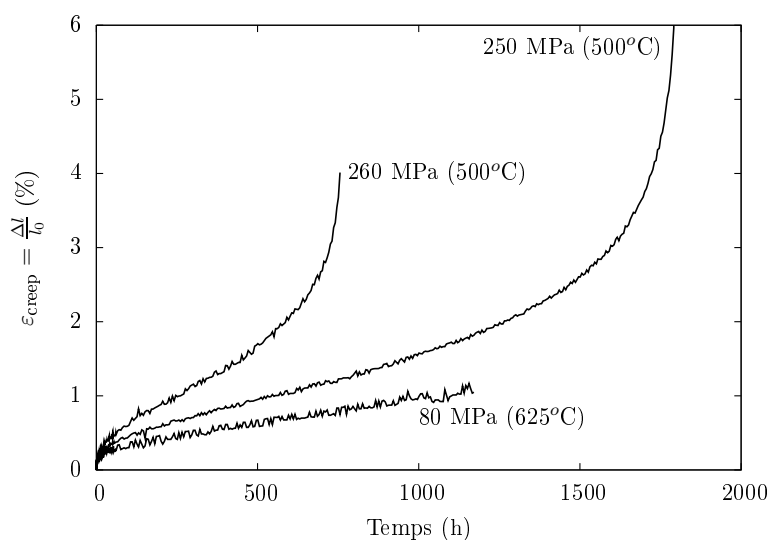


**Fig. VI.6** – Evolution dans le sens travers (direction T) de la tôle mère de la dureté de l'éprouvette fluée à 625°C par rapport à celle du matériau avant essai

La courbe de fluage à 625°C est présentée sur la figure VI.7 où le temps à rupture est de 1170h. Deux courbes de fluage à 500°C sont ajoutées à cette figure ayant des temps à rupture encadrant celui de l'essai à 625°C : 756h (260 MPa) et 1796h (250 MPa). Cette courbe montre que la vitesse de fluage à 625°C (80 MPa) est inférieure à celle mesurée lors des deux autres essais. Le stade tertiaire n'est pas mis en évidence sur la courbe à 625°C en raison probablement d'une rupture brutale. En effet, la rupture de type IV intervient dans l'ICHAZ, zone de faible dureté et de faible longueur par rapport à celle de l'éprouvette.

La déformation de cette zone est plus grande que celles de toutes les autres zones si les microstructures sont testées séparément (cf section précédente), mais l'ICHAZ est encadrée par des microstructures qui s'allongent peu. L'allongement de l'éprouvette est faible. De plus, le coefficient de striction est peu élevé, la dureté à proximité du faciès de rupture est celle de l'ICHAZ, ce qui indique que le mode de rupture ne peut pas être dû à de l'écoulement plastique. Le stade tertiaire est donc inexistant, la rupture intervient dans l'ICHAZ parce que l'essai laisse le temps à la localisation de la déformation dans la microstructure de plus faible dureté. La contrainte dans l'ICHAZ atteint la valeur maximale admissible ce qui mène à la rupture.

La conclusion de cet essai est bien que les mécanismes engendrant la rupture finale du Joint Soudé sont différents à ces deux températures.



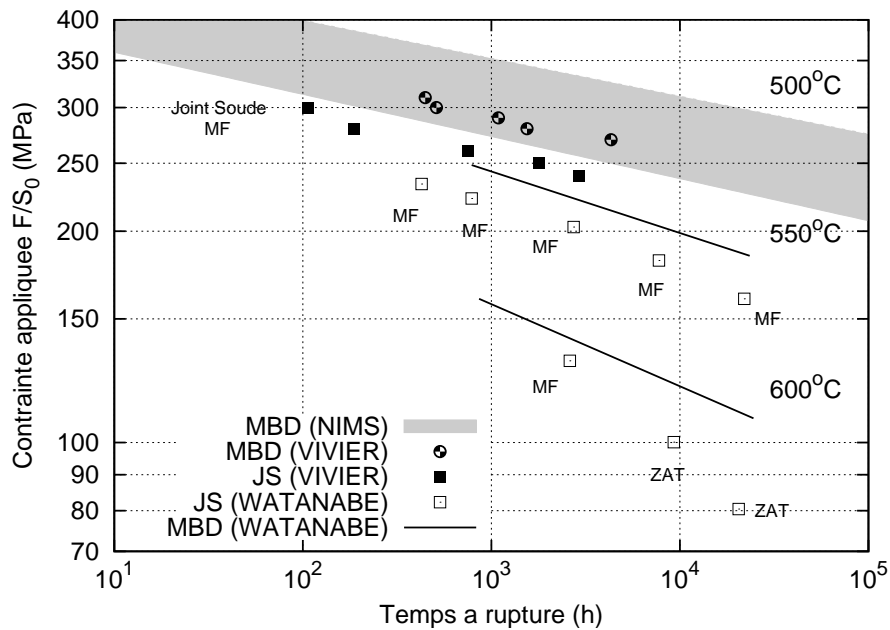
**Fig. VI.7** – Comparaison des courbes de fluage à 500°C et à 625°C pour un temps d'exposition d'environ 1000 h

### c) Prédiction

La littérature est pauvre en données de fluage à 500°C, toutefois l'article de WATANABE (WATANABE et al., 2006) est riche d'enseignements quant à la zone de rupture dans un joint de Grade 91 d'épaisseur 25 mm, ayant subi un traitement PWHT de 743°C (cf. figure VI.8). Les essais évoqués dans cet article ont été réalisés sur une géométrie plate de 17.5 mm d'épaisseur et 100 mm de longueur utile. Les essais de fluage réalisés à 550°C indiquent une rupture dans le métal fondu, quel que soit le niveau de contrainte. A partir de 600°C, le joint rompt soit dans le métal fondu pour les fortes contraintes, soit dans la ZAT pour des temps à rupture compris entre 1000 et 10000 h, valeurs atteintes en partie dans notre étude. D'autre part, suite à une communication personnelle avec WATANABE qui ne dispose pas d'essais de fluage à 500°C sur du Grade 91 Joint Soudé, l'auteur nous a assuré de la rupture dans le métal fondu pour des essais à 550°C jusqu'à au moins 68 000h. Par conséquent, les résultats obtenus à 500°C sont cohérents avec la littérature dans la mesure où les durées d'exposition sont inférieures à celles des essais réalisés par WATANABE.

La figure VI.8 est une version allégée de la figure IV.34 concernant les données de fluage sur le Métal de Base Détensionné à 500°C. Les données du NIMS (YAGI, 2006) et de KIMURA (KIMURA, 2005) sont présentes sous forme d'une zone enveloppe grisée.





**Fig. VI.8** – Courbes contrainte vs temps à rupture de 500 à 600°C avec indication du lieu de rupture dans un joint Grade 91 (YAGI, 2006; KIMURA et al., 2008; WATANABE et al., 2006; KIMURA, 2005; KIMURA et al., 2000)

Concernant le Joint Soudé, cette figure superpose les résultats obtenus à 500°C (●), ainsi que les données de la littérature à 550°C et 600°C obtenus par WATANABE qui rappelle également le profil du comportement (lignes pleines) à ces températures du métal MBD (WATANABE et al., 2006). Cette figure précise enfin la zone de rupture pour toutes les éprouvettes de Joint Soudé.

La figure VI.8 montre que le Joint Soudé résiste moins au fluage que le métal MBD, mais les pentes des courbes pour une température donnée semblent être identiques. C'est peut être moins vrai pour les hautes températures telles que 600°C où les lieux de rupture sont différents, donc les mécanismes mis en jeu sont différents. Ces courbes traduisent que selon les cas soit le métal fondu, soit la ZAT sont les points faibles du Joint Soudé; dans le cas à 500°C, on retiendra que le métal fondu est le point faible de la structure.

### VI.2.3 Fluage sur les éprouvettes entaillées ZU40

Le but de réaliser des essais avec des éprouvettes entaillées est d'augmenter la triaxialité des contraintes, donc de concentrer un champ de contraintes dans la structure afin de contrôler la croissance des cavités dues au fluage. De plus, avec un seul essai, il est possible d'obtenir deux fois plus d'information quant aux mécanismes qui contrôlent la rupture finale ou l'endommagement pendant la déformation (lieu de la seconde entaille qui n'a pas cassé). L'entaille peut avoir deux effets opposés : un effet de renfort du matériau ou un effet de fragilité suivant la géométrie de l'entaille d'une part, et suivant la contrainte appliquée d'autre part qui engendre une durée d'exposition plus ou moins longue (HAYHURST et al., 1978; EGGELER et al., 1992). Les mécanismes physiques mis en jeu par ces essais sont la germination et croissance des cavités aux joints de grains à faibles contraintes et hautes températures. Dans le cas de notre étude, les mécanismes sont différents, car la température d'essai est plus basse, les niveaux de contrainte sont plus élevés et aucun endommagement n'a été constaté sur les éprouvettes fluées jusqu'à 4317 h pour le métal

MBD. On s'attend donc à un mécanisme de renfort, comme cela a été le cas dans l'étude de GAFFARD à 625°C.

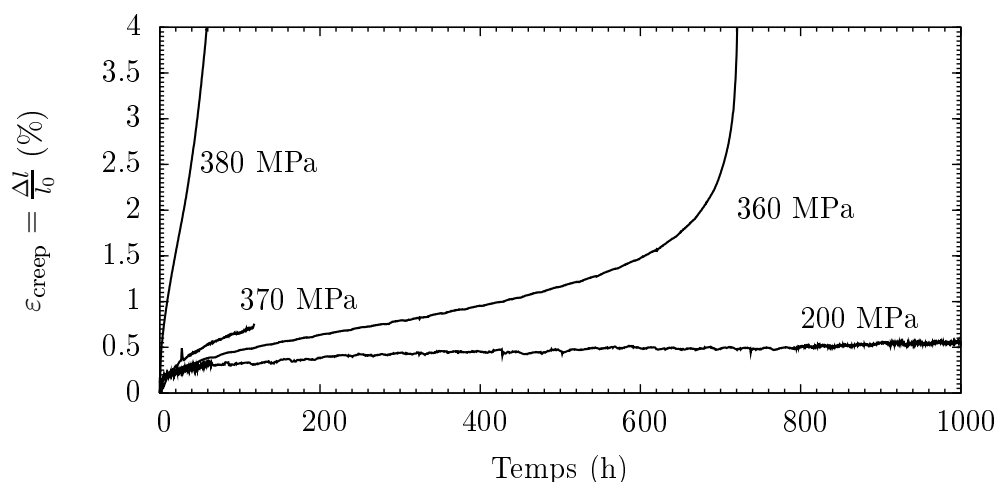
### a) Courbes de fluage

La figure VI.9 présente l'ensemble des courbes de fluage d'essais menés à rupture avec la géométrie ZU40. La contrainte appliquée et le temps à rupture de chaque essai sont résumés dans le tableau VI.3.

L'éprouvette NC1.2-ZU40-1 a subi une contrainte de 200MPa pendant 5690h puis a vu sa contrainte modifiée par l'opérateur à 400 MPa afin de sortir du stade secondaire et provoquer la rupture à 5788h. Le temps à rupture sous une contrainte de 200 MPa aurait été donc supérieure à 5788h. L'essai NC1.2-ZU40-4 où la contrainte appliquée est de 370 MPa a été mené jusqu'à rupture, mais seules les premières heures d'essais sont valables en raison d'une importante variation du gradient thermique du four par la suite qui a conduit à une modification du comportement. On ne peut donc pas donner le temps à rupture correspond à l'essai voulu.

Repère Eprouvette	Contrainte (MPa)	Temps à rupture (h)
NC1.2-ZU40-F	380	82
NC1.2-ZU40-4	370	-
NC1.2-ZU40-D	360	721
NC1.2-ZU40-1	200+400	5788

**Tab. VI.3** – Paramètres des essais de fluage retenus sur la géométrie à double entaille



**Fig. VI.9** – Courbes de fluage à 500°C sur des éprouvettes à double entaille (JS-NC1.2-ZU40, CDM)

### b) Lieu de rupture

Les essais pour cette géométrie à double entaille ont tous présenté une rupture dans le métal fondu, ce qui est cohérent avec les résultats sur les éprouvettes lisses. Les éprouvettes ZU40-2 et ZU40-6 ont été rajoutées sur la figure VI.10 pour apporter d'autres exemples pour d'autres niveaux de contraintes pour renforcer le fait que le lieu de rupture est bien dans le métal fondu MF. En revanche, les courbes de fluage ne sont pas présentées ici. Les

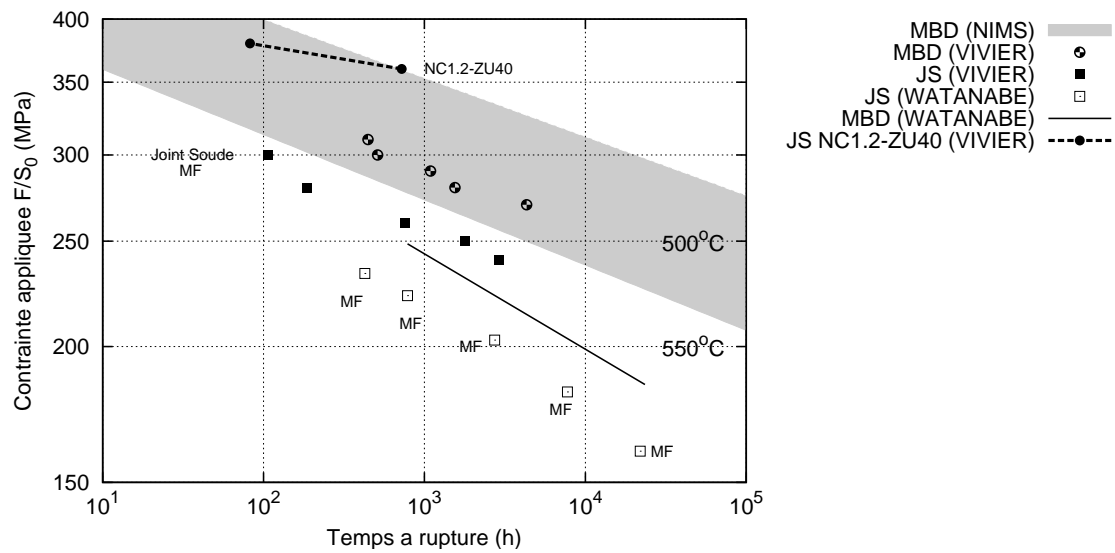
coupes longitudinales de quelques demi-éprouvettes ont été polies jusqu'à la pâte dimantée de granulométrie  $1\ \mu\text{m}$ , puis attaquées au réactif de Villela couplé avec du perchlorure de fer. Cette attaque met très bien en évidence la zone de rupture dans le Joint Soudé entier.



**Fig. VI.10** – Zones de rupture des éprouvettes JS-NC1.2-ZU40 fluées à 500°C (CDM)

### c) Prédiction

Comme cela a été montré dans (GAFFARD, 2004; HAYHURST et al., 1984), on s'attend à un renfort de l'effet d'entaille du matériau. Cet effet atteint une valeur de 30% environ en contrainte pour un même temps à rupture. La figure VI.11 le met bien en évidence où la droite en pointillés correspond à la jonction entre le point à 380 MPa et le point à 360 MPa. La pente de cette droite semble être légèrement plus faible que dans le cas des éprouvettes lisses, mais juste deux points ont servi à la tracer. Donc il y a cohérence quand même avec ces résultats.

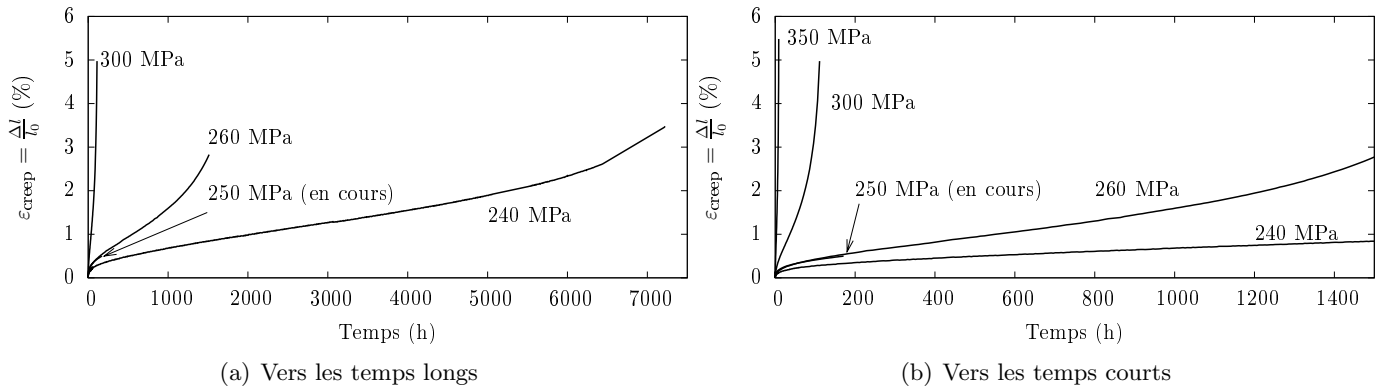


**Fig. VI.11** – Superposition sur la figure VI.8 des données des éprouvettes entaillées

### VI.2.4 Fluage sur les éprouvettes amincies ZU20

#### a) Courbes de fluage

Les courbes de fluage correspondant aux essais sur la géométrie affinée dans le métal fondu sont présentées sur la figure VI.12. Des essais à très court terme ont été réalisés. Les résultats en termes de temps à rupture sont synthétisés dans le tableau VI.4. L'allure des courbes de fluage est toujours la même que celle décrite pour les autres géométries.



**Fig. VI.12** – Courbes de fluage à 500°C avec une géométrie d'éprouvettes JS-ZU20 amincies dans le métal fondu

Repère Eprouvette (EDF)	Contrainte (MPa)	Temps à rupture (h)
2104	350	9
2105	300	111
2107	260	1793
2111	250	(En cours)
2108	240	7222

**Tab. VI.4** – Paramètres des essais de fluage retenus sur la géométrie affinée dans le métal fondu

#### b) Lieu de rupture

Ce n'est pas une surprise que toutes les éprouvettes cassent dans le métal fondu ; la figure VI.13 en donne quelques exemples. Les éprouvettes cassent dans la zone où la section est minimale. Il est vraisemblable aussi que cette zone corresponde à l'espace limitrophe des deux zones de passage des deux torches de soudage. Enfin, il est assez difficile en raison de la forte déformation plastique au lieu de rupture de déterminer la zone rompue dans le métal fondu, soit dans la zone à gros grains colonnaires, soit dans la zone à petits grains. La taille d'un grain colonnaire est de 5 mm, donc on englobe dans une éprouvette ZU20 a priori les deux types de grains dans la zone la plus fine de l'éprouvette qui a un diamètre de 4 mm.

#### c) Prédictions

Dans le diagramme *Contrainte Appliquée* en fonction du *Temps à Rupture*, présenté sur la figure VI.14, il est mis en évidence que les points des éprouvettes amincies s'alignent sur ceux du Joint Soudé entier. Ces deux types d'éprouvettes ont le même comportement.

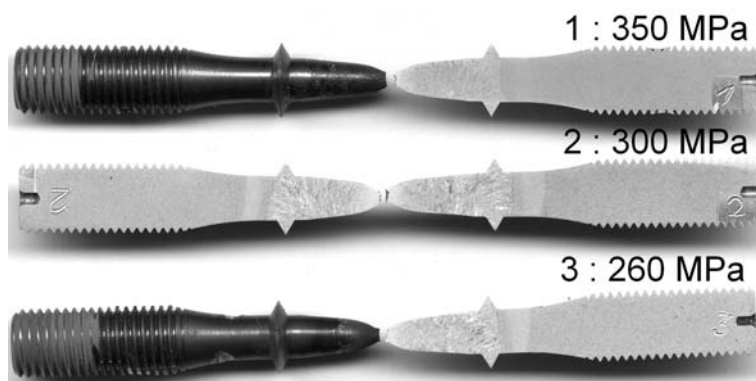


Fig. VI.13 – Zones de rupture des éprouvettes JS-ZU20 fluées à 500°C (EDF)

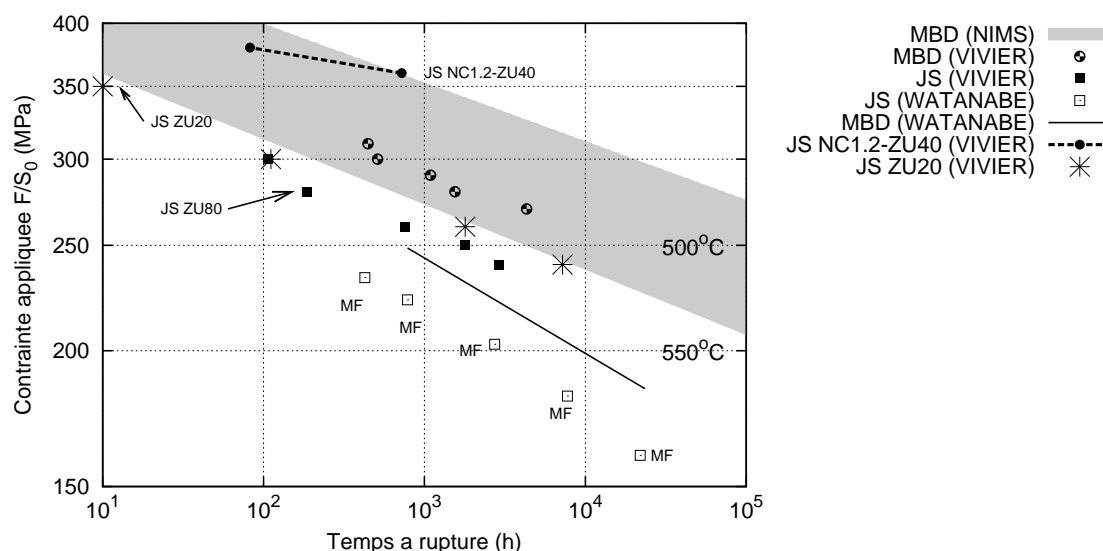


Fig. VI.14 – Superposition sur la figure VI.11 des données des éprouvettes amincies dans le métal fondu ZU20

### VI.2.5 Bilan des essais de fluage

Le tableau VI.5 rassemble toutes les données de ces essais terminés et des essais en cours (à EDF uniquement). Il est précisé dans ce tableau la zone de rupture du joint. Un résultat majeur est que sur une géométrie lisse, le joint casse à 500°C dans le métal fondu, ce qui a conditionné la réalisation des essais sur éprouvettes courtes à zone utile amincie (ZU20) pour tester uniquement la zone de métal fondu. Le résultat sur les éprouvettes entaillées à la fois dans le métal fondu et dans la ZAT corrobore également ce lieu de rupture pour un Joint Soudé de Grade 91 à 500°C. Le coefficient de striction est comparable dans les éprouvettes ZU20 et ZU80; en revanche, dans les éprouvettes entaillées la valeur de  $Z$  augmente avec le taux de triaxialité. Le taux de triaxialité est le rapport entre la contrainte moyenne et la contrainte d'écoulement. En raison de l'entaille, la contrainte moyenne augmente.  $Z$  augmente d'autant plus que le rayon d'entaille diminue. Dans le cas étudié ici, le rayon d'entaille initial est constant. Enfin, la limite d'écoulement d'une éprouvette entaillée est supérieure à celle d'une éprouvette lisse. Plus la contrainte appliquée est grande, plus le taux de triaxialité augmente pour une géométrie d'entaille donnée, et plus le coefficient de réduction d'aire augmente aussi. Les observations des faciès de rupture des éprouvettes fluées le montrent également. L'essai à 200+400 MPa est difficile à interpréter

en raison de la variation de contrainte appliquée.

L'allongement à rupture est déterminé à partir de la mesure de la distance entre les collerettes directement après rupture à l'aide d'un réglet. Il est donné à titre indicatif dans le tableau VI.5. A partir des courbes de fluage, il n'est pas possible d'établir un allongement à rupture en raison de la verticalité des courbes dans le stade tertiaire. De plus, l'allongement dépend de la géométrie, comme plusieurs géométries sont utilisées dans ces essais, cela n'a pas de sens de comparer les valeurs entre elles. Précisons toutefois, qu'il n'y a aucune variation détectable de longueur entre les lèvres de l'entaille dans la ZAT et donc que toute la déformation est localisée dans l'entaille du métal fondu.

Géométrie	Contrainte (MPa)	Durée (h)	A (%)	Z (%)	Zone Rupture
ZU80 (EDF)	300	106	11.5	81	MF
ZU80 (EDF)	280	186	7.3	83	MF
ZU80 (EDF)	260	756	7.2	82.5	MF
ZU80 (EDF)	250	1796	10.5	83	MF
ZU80 (EDF)	240	2910	9.4	92	MF
ZU80 (EDF)	220	> 12630	-	-	-
ZU80 (EDF)	210	> 15930	-	-	-
ZU20 (EDF)	350	9	16.0	85	MF
ZU20 (EDF)	300	111	16.6	85	MF
ZU20 (EDF)	260	1793	20.0	87	MF
ZU20 (EDF)	250	>2327	-	-	MF
ZU20 (EDF)	240	7222	-	-	MF
ZU40 (CDM)	200+400	5788	45.8	69	MF
ZU40 (CDM)	380	82	66.7	80	MF
ZU40 (CDM)	360	721	66.7	76	MF

Tab. VI.5 – Synthèse des données de fluage sur Joint Soudé, EDF et CDM

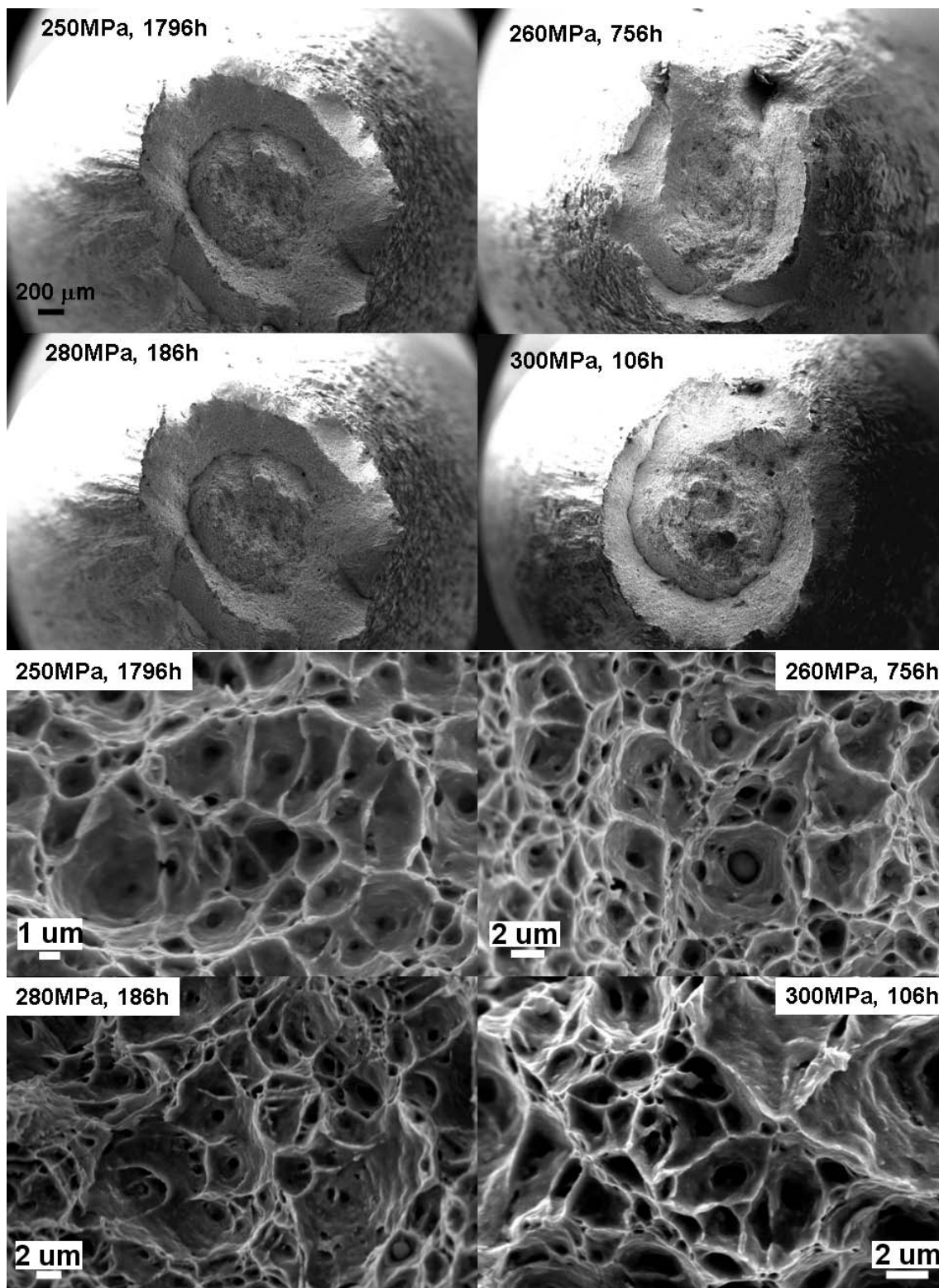
### VI.2.6 Observations des faciès de rupture des éprouvettes ZU80

Des faciès de rupture des éprouvettes cylindriques lisses testées à EDF, de géométrie ZU80, sont fournis sur la figure VI.15. Ils montrent une rupture ductile transgranulaire à cupules, ainsi qu'une légère anisotropie de déformation qui peut s'expliquer par l'hétérogénéité de microstructure (présence de zones molle et dure dans le métal fondu, cf. figure V.41), et une anisotropie de la microstructure (une zone à gros grains colonnaires et une zone à petits). Les faciès de ces éprouvettes de fluage ressemblent aux faciès des éprouvettes de traction tels que le présente la figure IV.26.

Des analyses EDX ont montré que certaines cupules contenaient des inclusions de MnS et Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. D'autres, même de grosse taille, n'ont pu être analysées par le détecteur EDX du SEM-FEG en raison de leur trop grande profondeur dans la cupule. En tout état de cause, les inclusions sont du même type que celles analysées après les essais de traction. Comme ces inclusions sont retrouvées à la fois dans le métal fondu et dans le Métal de Base Détensionné, loin de la zone de fusion, on peut conclure que ces inclusions ne proviennent pas du procédé de soudage, mais plus en amont dans la fabrication de la tôle mère.

### VI.2.7 Quantification de l'endommagement

Les éprouvettes cylindriques lisses ZU80 ont été découpées longitudinalement, puis légèrement attaquées au réactif Villela et au perchlorure de fer, et enfin légèrement repolie



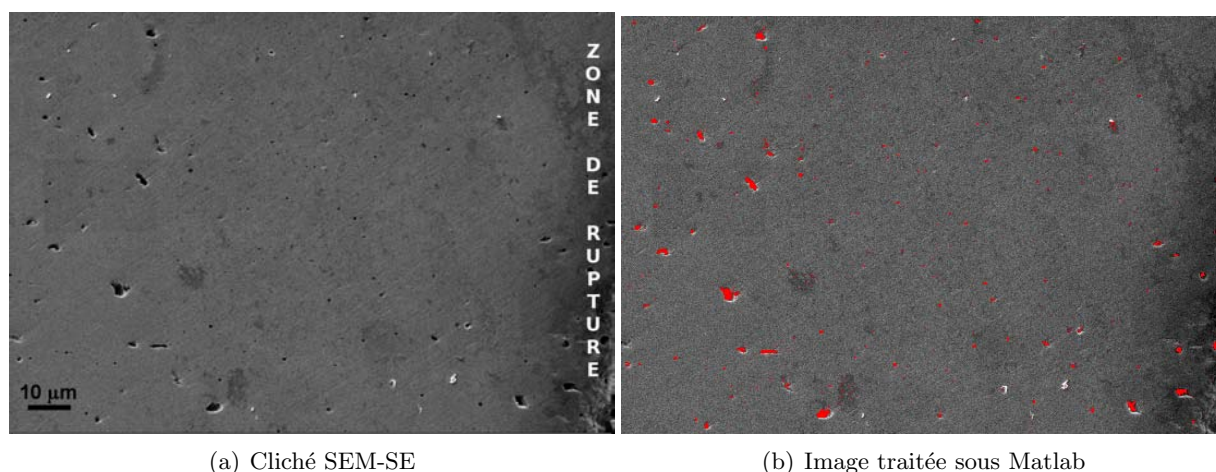
**Fig. VI.15** – Ductilité des faciès de rupture, fluage à 500°C de Joint Soudé sur éprouvettes lisses ZU80, EDF

à la silice colloïdale. Ces surfaces ont été observées au microscope électronique à balayage en mode électrons secondaires et rétrodiffusés. La technique de quantification de cavités a été expliquée en détail au chapitre IV.



La figure VI.16 illustre par un exemple l'endommagement très limité dans une éprouvette ZU80 fluée jusqu'à 1796h. Cet endommagement est majoritairement localisé avant la zone plastique de déformation. La zone de rupture se trouve sur le bord droit des deux clichés. Cette figure illustre également la possibilité d'appliquer la technique de quantification d'endommagement sur des clichés obtenus par imagerie en mode électrons secondaires.

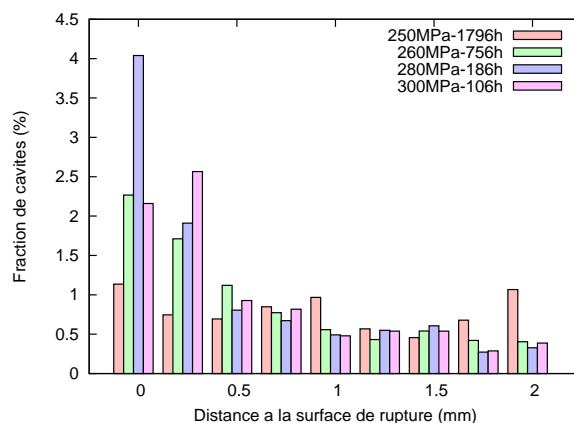
La présence de cavités est majoritaire au centre de l'éprouvette fluée probablement due à la triaxialité (forte réduction de section) et sur quelques centaines de microns dans la direction longitudinale, en partant de la surface de rupture. Comparativement aux éprouvettes fluées de Métal de Base, les cavités sont de moins grande taille. Le temps d'exposition maximal est bien inférieur à celui des essais sur Métal de Base (1800h contre 4400h). Toutefois, l'endommagement reste très limité qu'il s'agisse du métal MBD ou du Joint Soudé. La rupture du matériau ne peut donc pas être attribuée à de la cavitation, mais plus à de l'écoulement viscoplastique. Cette remarque est étouffée par l'apparence des faciès de rupture des éprouvettes de traction qui sont les mêmes que celle des éprouvettes de fluage.



**Fig. VI.16** – Fraction surfacique maximale de porosité sur l'éprouvette de Joint Soudé fluée à 250 MPa pendant 1796 h

De la même manière que ce qui a été fait pour le Métal de Base Détensionné, une fraction surfacique maximale de cavités représentative a été recherchée sur quelques éprouvettes. La figure VI.17 illustre l'évolution de la fraction surfacique de cavités pour une fenêtre d'analyse donnée (mêmes conditions que pour l'étude sur le métal MBD). Il apparaît qu'à partir d'un millimètre du faciès de rupture, la technique utilisée ne permet plus de détecter des cavités. Cette technique est dépendante de la taille de la zone observée (donc du grandissement), on a donc adopté le même protocole pour toutes les éprouvettes. Ceci peut induire des résultats comme une fraction surfacique de cavités dans une éprouvette fluée jusqu'à 186h supérieure à celle d'une éprouvette fluée pendant 1796h. Aussi, cet histogramme n'a pour volonté que de montrer que la valeur de fraction maximale de porosités est faible.

Dans le cas des éprouvettes entaillées, aucun endommagement supérieur à celui des éprouvettes lisses n'a été constaté, alors que l'entaille devrait favoriser la cavitation, comme l'a étudié (AUERKARI et al., 2007) à plus haute température.



**Fig. VI.17** – Evolution de la fraction surfacique de cavités le long de l’axe central d’éprouvettes fluées

### VI.2.8 Profil de microdureté

L’évolution de dureté dans le sens transversal du Joint Soudé, donc dans le sens longitudinal des éprouvettes de fluage a été étudiée uniquement sur la géométrie ZU80 puisque cette géométrie est la seule qui permet d’avoir accès à l’ensemble des microstructures testées dans les mêmes conditions.

Sur quelques éprouvettes fluées rompues de Joint Soudé des lignes d’intendations sous 500g ont été réalisées et sont présentées sur la figure VI.18. La figure VI.19 met en évidence la disparition de l’overmatching entre le métal fondu et le Métal de Base, comparativement à un essai extrait de la littérature (LAHA et al., 1995) pour un essai à 600°C. Il n’est pas possible de comparer les courbes de la présente étude avec celle de LAHA en raison de traitements thermiques différents; néanmoins, l’information capitale est que dans l’essai de LAHA, l’overmatching en dureté existe toujours, même après essai de fluage. Le fluage engendre une diminution d’environ 30HV0.5 de la dureté entre avant et après essai. Dans le cas du matériau de l’étude, cette diminution de dureté est moindre : environ 20HV0.5. Comme dans le cas des éprouvettes fluées de MBD, la zone à proximité de la surface de rupture voit sa dureté fortement augmenter. Ce constat confirme que la rupture dans ses derniers stades qui engendrent la ruine du matériau intervient par écoulement viscoplastique.

Dans le cas de la traction, le lieu de rupture coïncide avec une zone de faible dureté, zone molle de l’éprouvette. Ce qui signifie qu’un matériau ayant une forte dureté, donc une densité de dislocations élevée, sera résistant à la traction. Dans le cas du fluage à 500°C du Grade 91, la rupture intervient dans une zone dure, le métal fondu. On ne peut donc pas dire qu’un matériau ayant une densité de dislocations initiale élevée sera nécessairement résistant au fluage. A ce stade, on comprend bien le compromis qu’il existe entre bonne résistance à la traction et résistance au fluage.

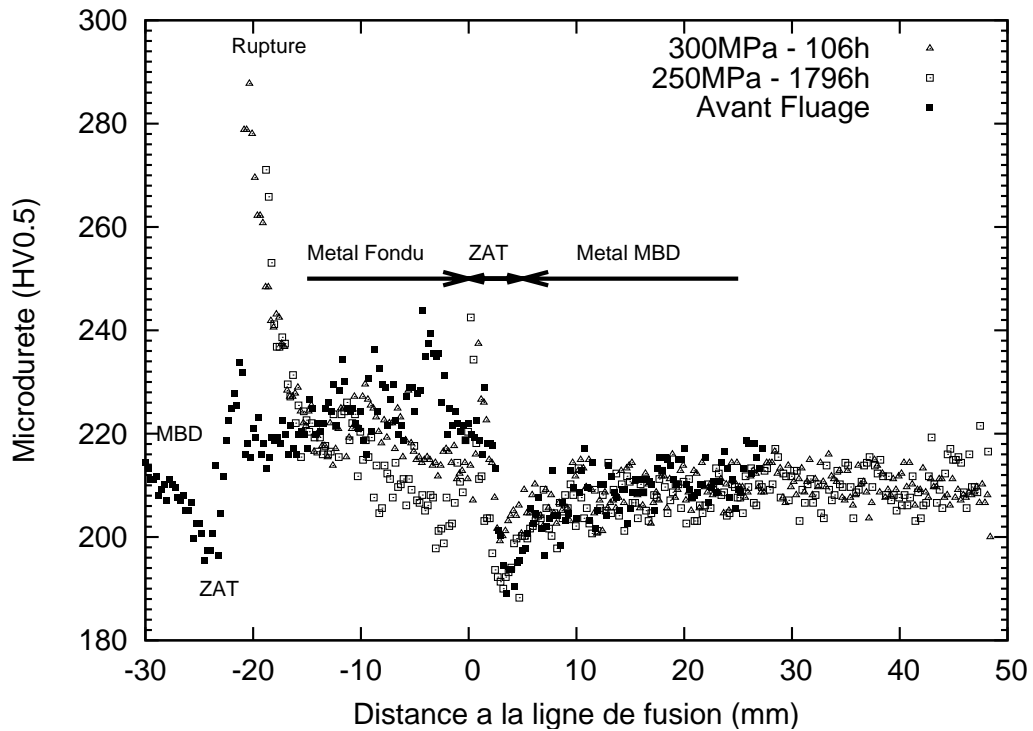


Fig. VI.18 – Disparition de l'overmatching après fluage, éprouvettes ZU80

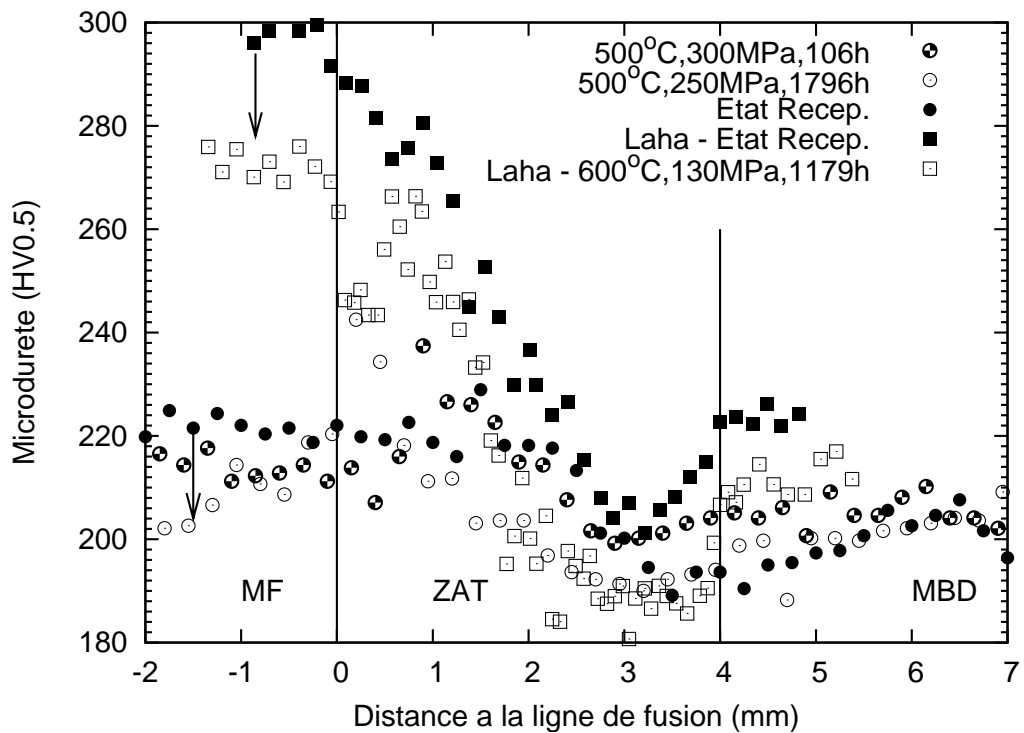


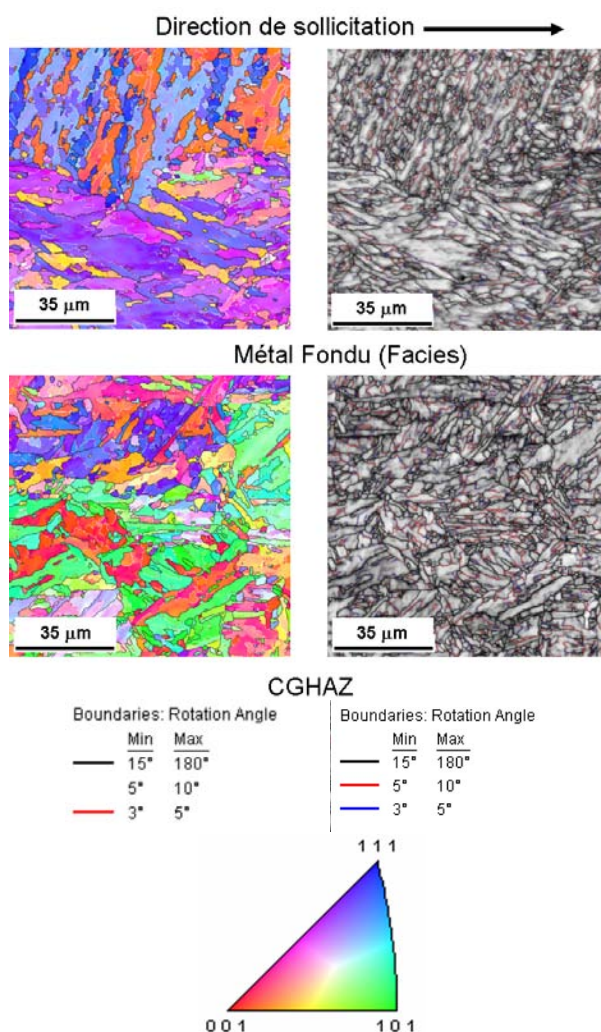
Fig. VI.19 – Comparaison de l'évolution de dureté dans le sens travers joint avec la littérature (LAHA et al., 1995)

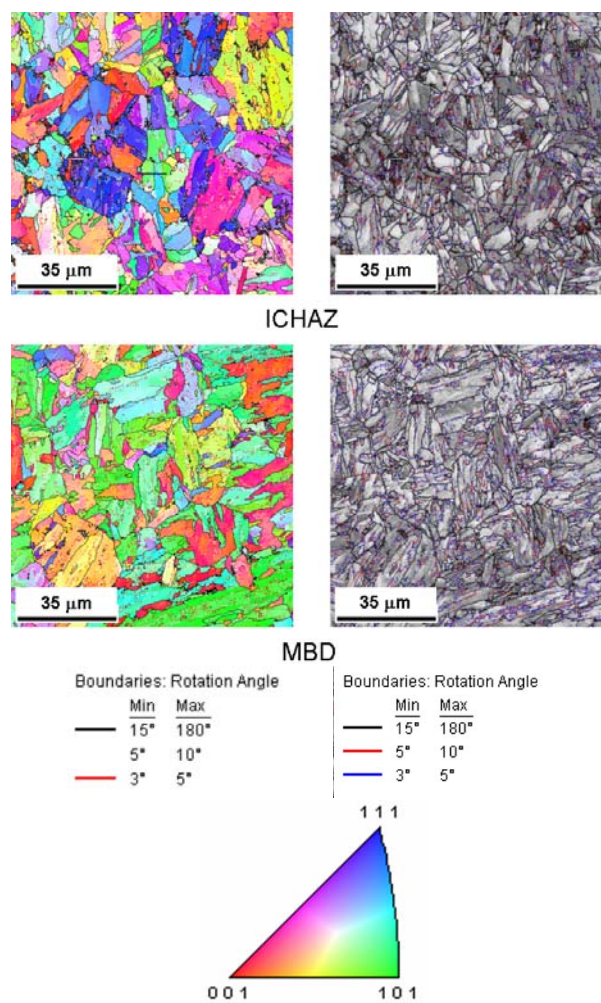
### VI.2.9 Observation EBSD sur le Grade 91 Joint Soudé flué

Concernant l'éprouvette H2B, fluée 500°C, 240 MPa, 2911 h, différentes zones d'analyses par EBSD ont été caractérisées : le métal fondu à proximité du faciès de rupture, la CGHAZ, l'ICHAZ et le métal MBD. L'axe de sollicitation est horizontal comme indiqué sur la figure VI.20.

La figure VI.20 présente les clichés IPF ainsi que les clichés des indices de qualité IQ avec la superposition de joints de très faibles désorientations (3° à 5°), faibles désorientations (5° à 10°) et joints de plus fortes désorientations (supérieures à 15°). Les couleurs du triangle standard sont les mêmes que celles utilisées jusqu'à présent ; la coloration des différents joints est également la même que celle utilisée jusqu'à présent. Les joints de plus fortes désorientations apparaissent en noir sur les clichés IPF et IQ ; les joints de désorientations les plus faibles (inférieures à 5°) apparaissent en rouge sur les clichés IPF et en bleu sur les clichés IQ.

La microstructure dans toutes les zones du Joint Soudé (du métal fondu jusqu'au métal MBD) n'a pas évolué sensiblement par rapport à celle avant fluage. Certaines zones montrent des lattes contenant des sous-grains plus gros, de largeur deux fois plus grande qu'initialement. Les lattes sont beaucoup moins marquées mais sont toujours présentes. On ne peut pas dire que la matrice se restaure de manière évidente après 2911h de fluage à 500 °C.





**Fig. VI.20** – Cartographies EBSD de différentes zones de l'éprouvette fluée à 500°C jusqu'à 2911h

### VI.2.10 Conclusions sur le comportement en fluage du Joint Soudé

Dans le cas des éprouvettes lisses de Joint Soudé entier, le stade tertiaire domine largement les courbes de fluage. Il est possible de mettre en évidence une contrainte d'environ 230 MPa à partir de laquelle le régime de fluage change. La détermination de l'exposant de Norton dans la loi de comportement du Joint Soudé devra statuer sur l'existence soit d'un mécanisme de diffusion contrôlant la déformation de fluage dans le cas des faibles contraintes (210 MPa, 220 MPa), soit l'existence d'une contrainte interne qui s'oppose à la déformation de fluage. C'est l'objectif de la section suivante.

La rupture intervient dans le métal fondu après fluage à 500°C, contrairement à 625°C où elle apparaît dans la ZAT dès 1000h, ce qui est conforme à la littérature.

Les lignes d'indentations dans le sens longitudinal des éprouvettes fluées (sens transversal de la tôle de Joint Soudé) montrent une augmentation drastique de dureté au faciès de rupture, comme dans le cas du métal MBD traité au chapitre IV et une légère diminution de dureté dans le reste de l'éprouvette par rapport à la dureté avant fluage. Les faciès de rupture des éprouvettes sont identiques à ceux déjà observés dans le cas d'essai de traction.

Les analyses EBSD mettent en évidence que la microstructure après fluage évolue peu. Aucun endommagement marqué n'a été révélé par les observations au microscope électronique. La matrice des éprouvettes fluées n'est pas restaurée mais se présente sous forme de lattes de martensite revenue. Initialement, le métal fondu comporte des soufflures dues au procédé de soudage. Ces soufflures se retrouvent dans le matériau flué sans aucune variation de diamètre et ne jouent pas de rôle évident dans la résistance du métal fondu face au fluage. Bien que celles-ci soient nombreuses, la rupture n'est pas due à une coalescence de ces soufflures.

## VI.3 Modélisation du comportement en fluage du Joint Soudé

Le modèle de comportement du Joint Soudé est calqué sur celui du Métal de Base MBD développé au chapitre IV. L'objectif de cette section est de proposer un modèle phénoménologique du fluage du métal fondu, zone de rupture du Grade 91 Joint Soudé à 500°C.

### VI.3.1 Comportement du Joint Soudé entier

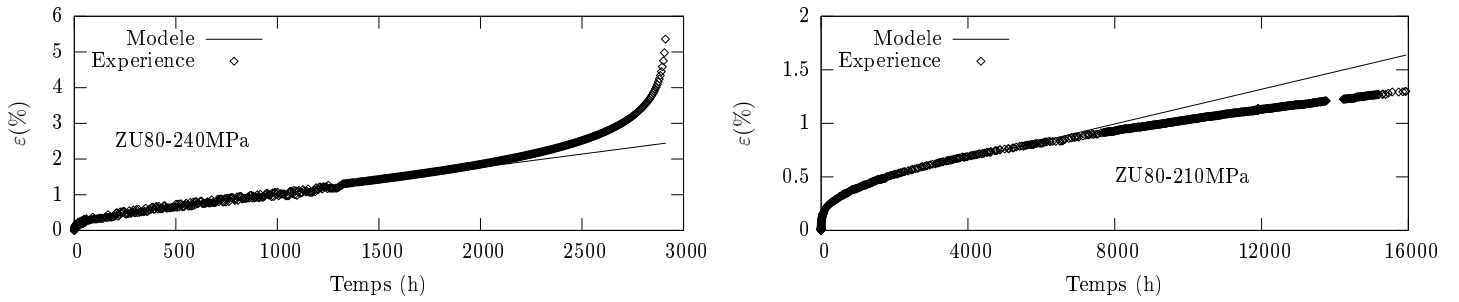
Les étapes du dépouillement des courbes de fluage du Joint Soudé entier (géométrie ZU80) sont identiques à celles évoquées au chapitre IV. Aussi, un ajustement des paramètres  $E_0$ ,  $Q$ ,  $\tau$  et  $\dot{\varepsilon}_{ss}$  de l'équation VI.1 est réalisé pour chaque courbe de fluage. Dans un premier temps, les courbes de fluage des éprouvettes lisses cylindriques ZU80 sont utilisées puisque c'est la seule géométrie qui teste dans les mêmes conditions toutes les microstructures du Joint Soudé entier.

$$\varepsilon(t) = E_0 + Q \left( 1 - \exp \left( -\frac{t}{\tau} \right) \right) + \dot{\varepsilon}_{ss} t \quad (\text{VI.1})$$

Le tableau VI.6 donne les résultats d'ajustement des paramètres  $E_0$ ,  $Q$ ,  $\tau$  et  $\dot{\epsilon}_{ss}$  à partir des courbes de fluage. Un exemple du résultat de cet ajustement est présenté sur la figure VI.21 pour deux contraintes : 240 MPa, où l'essai est terminé et 210 MPa, où l'essai est toujours en cours. La figure VI.22 met en évidence que les stades primaire et secondaire sont bien modélisés. Dans le cas de l'essai à 210 MPa, le temps à rupture n'est pas connu ; on choisit alors comme valeur de  $t_r/2$  la moitié de la durée d'exposition actuelle.

$\sigma$ (MPa)	$t_r$ (h)	$\dot{\epsilon}_{ss}$ (%.h <sup>-1</sup> )	$Q$ (%)	$\tau$ (h)	$E_0$ (%)
300	106	0.0333	0.28	1.8	0.06
280	186	0.0118	0.25	4.3	0.05
260	756	0.0027	0.30	10.3	0.04
250	1796	0.0012	0.31	19.0	0.03
240	2911	0.0007	0.29	24.2	0.00
220	6381	0.0001	0.29	165.0	0.04
210	9646	8.1e-05	0.29	299.0	0.05

**Tab. VI.6** – Ajustement des paramètres  $E_0$ ,  $Q$ ,  $\tau$  et  $\dot{\epsilon}_{ss}$  en fonction des essais de fluage à 500°C



(a) Sous 240 MPa (rompu)

(b) Sous 210 MPa (en cours)

**Fig. VI.21** – Exemples de modélisation des stades primaire et secondaire pour différentes contraintes appliquées

A partir de la détermination de la vitesse secondaire de fluage, il est possible d'ajuster les paramètres  $A_{JS}$  et  $n_{JS}$  de la loi d'écoulement de Norton. Cette loi s'écrit comme précédemment pour le Métal de Base MBD suivant l'équation VI.2.

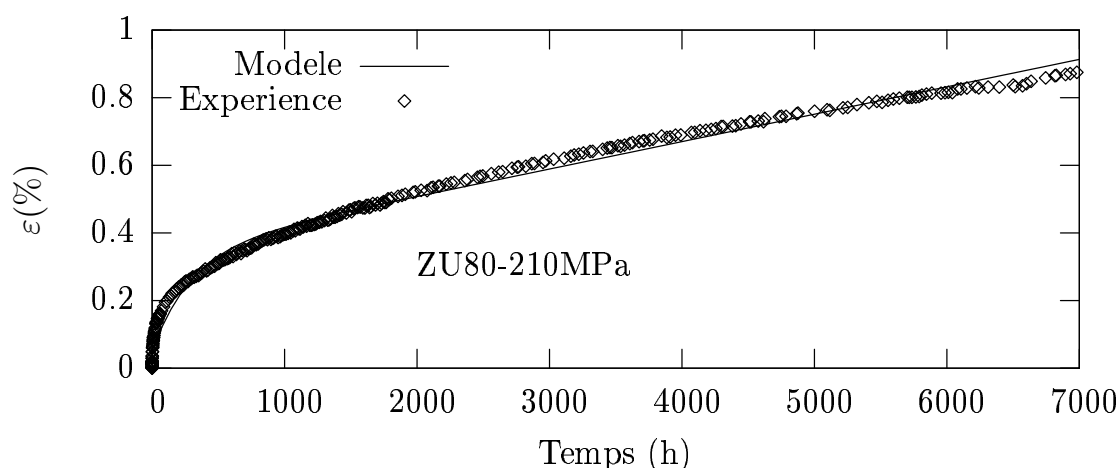
$$\dot{\epsilon}_{ss}^{JS} = A_{JS} \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^{n_{JS}} \quad (\text{VI.2})$$

ou en écriture logarithmique :

$$\ln \dot{\epsilon}_{ss}^{JS} = \ln(A_{JS}) + n_{JS} (\ln \sigma - \ln \sigma_0) \quad (\text{VI.3})$$

Le choix est fait de réaliser cet ajustement sur les 5 essais terminés et de vérifier l'adéquation de cet ajustement avec les deux essais en cours qui sont actuellement en stade secondaire de fluage. Les résultats de l'ajustement sont :

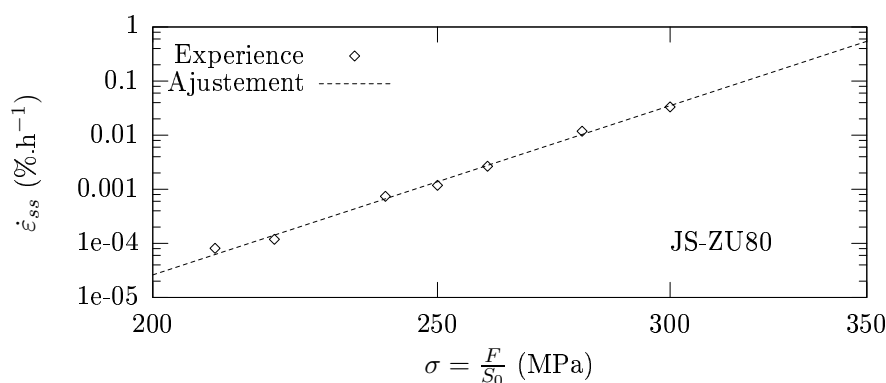
- $A_{JS} = 1.57\text{e-}07$  (%.h<sup>-1</sup>)



**Fig. VI.22** – Comparaison des premières heures de fluage à 210 MPa entre l'expérience et le modèle

- $n_{JS} = 17.8$

L'exposant de Norton est légèrement inférieur à celui du métal MBD ( $n_{MBD} = 19.2$ ). L'exposant de Norton est une donnée intrinsèque du matériau ; la zone de rupture étant dans le métal fondu, le paramètre  $n_{JS}$  est a priori celui du métal fondu. L'objectif de toute la suite de cette section sera de déterminer les paramètres de cette microstructure, point faible du matériau. La figure VI.23 présente le résultat de cet ajustement où sont également superposées les vitesses minimales de fluage des essais en cours. La figure montre la cohérence entre le résultat de l'ajustement et les points expérimentaux, notamment ceux actuellement en cours d'essai.



**Fig. VI.23** – Vitesse minimale de fluage en fonction de la contrainte appliquée (Joint Soudé entier)

Le temps à rupture est prédit comme il l'a été présenté au chapitre IV par la formule suivante où  $\sigma_0$  est une contrainte de référence de 150 MPa :

$$\sigma_n := \sigma_n(t_r) = \sigma_0 (t_r A_{JS} n_{JS})^{-1/n_{JS}} \quad (\text{VI.4})$$

Cette équation permet de prédire le temps à rupture à plus long terme à partir des



résultats expérimentaux obtenus lors de cette étude sur le Joint Soudé entier. L'hypothèse que le temps à rupture peut être déterminé uniquement à partir de la vitesse minimale de fluage est faite. La figure VI.24 présente la courbe de prédiction du temps à rupture pour le Grade 91 Joint Soudé entier, flué à 500°C. Cette courbe donne également les deux points en cours de fluage à EDF pour une contrainte appliquée de 210 et 220 MPa. L'essai mettant en jeu une contrainte de 210 MPa est un essai à long terme où le temps à rupture prédit est d'environ 50 000h (un peu moins de 6 ans d'essais). Le modèle a été légèrement corrigé afin d'améliorer l'adéquation avec les résultats expérimentaux. Un facteur correctif  $\kappa = 2$  est intégré dans la formule donnant la contrainte appliquée en fonction du temps à rupture  $t_r$  pour finalement corriger l'hypothèse que la courbe de fluage ne se réduit pas uniquement à un stade secondaire dans le calcul du temps à rupture. La formule corrigée s'écrit suivant l'équation VI.5. Le facteur correctif  $\kappa$  est déterminé par approche successive par l'opérateur. Les deux points correspondant aux deux essais toujours en cours sont proches de ces droites décrivant le modèle proposé. On peut prédire leur temps à rupture; par exemple, l'essai mettant en jeu une contrainte de 210 MPa se terminera après une durée d'exposition totale d'environ 50 000h.

$$\sigma_n := \sigma_n(t_r) = \sigma_0 \left( \kappa t_r \dot{\varepsilon}_{ss}^{JS} n_{JS} \right)^{-1/n_{JS}} \quad (\text{VI.5})$$

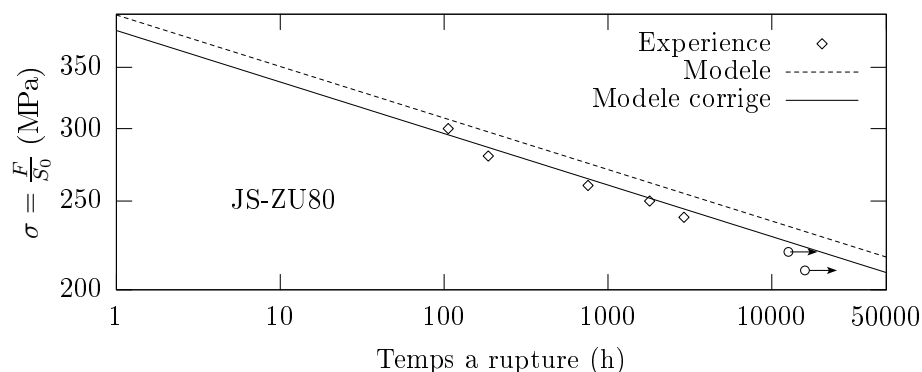
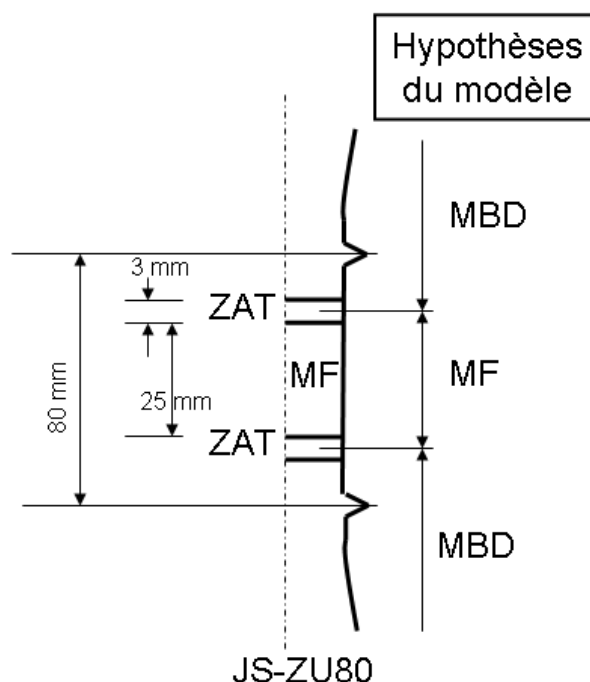


Fig. VI.24 – Prédiction de la durée de vie du Joint Soudé entier

### VI.3.2 Comportement du métal fondu - Déduction

Il a été établi un modèle phénoménologique du comportement du métal MBD. Il vient d'être établi un modèle de comportement du Joint Soudé entier, sur le même schéma que le métal MBD. La rupture en fluage à 500°C a lieu dans le métal fondu MF, il convient donc d'en proposer un modèle de comportement afin de prédire la rupture à plus long terme de cette microstructure.

Le multi-matériau, qu'est le Joint Soudé entier, suit le comportement du métal fondu lors d'une sollicitation de type fluage. A 500°C, la ZAT n'influence pas le comportement de la structure sollicitée sous traction ou en fluage. On considère alors que l'éprouvette de Joint Soudé entier ZU80 n'est constituée que de deux matériaux influents : une partie de métal fondu, une autre partie de Métal de Base MBD, il est possible de déterminer le comportement du métal fondu seul. D'après le profil de dureté du Joint Soudé (cf. figure V.37) la ZAT peut être décomposée en deux parties égales : l'une ayant le comportement du métal fondu, l'autre le comportement du métal MBD, comme le montre la figure VI.25.



**Fig. VI.25** – Illustration de l’hypothèse de décomposition de la ZAT utilisée dans la modélisation du comportement du métal fondu (MF)

Cette décomposition de la ZAT confère la règle additive des longueurs suivante ; la longueur utile  $L_{JS}$  du Joint Soudé entier ZU80 se découpe en deux longueurs (modèle en série à deux matériaux) :

$$L_{JS} = L_{MBD} + L_{MF} = 80 \text{ mm} \quad (\text{VI.6})$$

Les observations de la microstructure donnent en moyenne une largeur de ZAT de 3 mm et une largeur de métal fondu de 25 mm. L’équation VI.7 peut s’écrire alors :

$$80 \text{ mm} = L_{JS} = (L_{MBD}^v + L_{MBD}^{ZAT}) + (L_{MF}^v + L_{MF}^{ZAT}) = (49 + 3) + (25 + 3) \quad (\text{VI.7})$$

$L^v$  est la vraie longueur de matériau considéré dans la zone utile de l’éprouvette ZU80, alors que  $L^{ZAT}$  est la longueur de matériau présent dans la ZAT dont le comportement est assimilé à celui du matériau considéré. L’écriture des vitesses de déformation s’obtient de la façon suivante, à tout instant  $t$  :

$$\begin{aligned} L_{JS} &= L_{MBD} + L_{MF} \\ L_{JS} \dot{\epsilon}_{ss}^{JS} &= L_{MBD} \dot{\epsilon}_{ss}^{MBD} + L_{MF} \dot{\epsilon}_{ss}^{MF} \\ \dot{\epsilon}_{ss}^{JS} &= \frac{L_{MBD}}{L_{JS}} \dot{\epsilon}_{ss}^{MBD} + \frac{L_{MF}}{L_{JS}} \dot{\epsilon}_{ss}^{MF} \\ \dot{\epsilon}_{ss}^{JS} &= x_{MBD} \dot{\epsilon}_{ss}^{MBD} + x_{MF} \dot{\epsilon}_{ss}^{MF} \end{aligned} \quad (\text{VI.8})$$

Les quantités  $x$  sont connues, elles représentent la fraction volumique des matériaux considérés en indice dans la zone de longueur utile de l’éprouvette ZU80, avec l’hypothèse de décomposition de la ZAT faite ci-dessus. Ce qui est recherché dans cette section est une détermination de la vitesse minimale de fluage du métal fondu MF ; il vient donc avec la loi de Norton si on considère que ces deux matériaux sont en fluage secondaire :

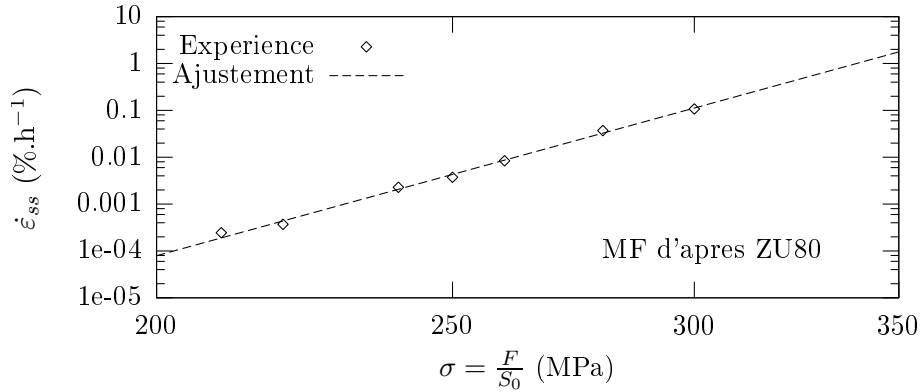
$$\begin{aligned}\dot{\varepsilon}_{ss}^{MF} &= \frac{1}{x_{MF}} \dot{\varepsilon}_{ss}^{JS} - \frac{x_{MBD}}{x_{MF}} \dot{\varepsilon}_{ss}^{MBD} \\ A_{MF} \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^n &= \frac{1}{x_{MF}} A_{JS} \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^{n_{JS}} - \frac{x_{MBD}}{x_{MF}} A_{MBD} \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^{n_{MBD}}\end{aligned}\quad (\text{VI.9})$$

Les paramètres  $A_{MBD}$ ,  $n_{MBD}$  ont été déterminés au chapitre IV ; les paramètres  $A_{JS}$ ,  $n_{JS}$  du Joint Soudé entier ont été déterminés dans la section précédente ; reste à déterminer les paramètres  $A_{MF}$ ,  $n_{MF}$  du métal fondu MF. En écriture logarithmique, l'équation VI.9 devient :

$$n_{MF} (\ln(\sigma) - \ln(\sigma_0)) + \ln A_{MF} = \ln \left( \frac{1}{x_{MF}} \dot{\varepsilon}_{ss}^{JS} - \frac{x_{MBD}}{x_{MF}} A_{MBD} \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^{n_{MBD}} \right) \quad (\text{VI.10})$$

L'ajustement concerne alors les paramètres  $A_{MF}$ ,  $n_{MF}$  du métal fondu MF à partir des données déterminées ci-dessus de  $\dot{\varepsilon}_{ss}^{JS}$  et des paramètres connus  $A_{MBD}$ ,  $n_{MBD}$  du métal MBD. Les résultats de cet ajustement sont donnés ci-dessous et illustrés sur la figure VI.26. L'exposant de Norton est identique à celui obtenu dans le cas du Joint Soudé entier, ce qui est attendu puisque le métal fondu est le lieu de rupture du Joint Soudé entier flué à 500°C et que les fractions  $x_{MF}$  et  $x_{MBD}$  ne sont pas trop différentes.

- $A_{MF} = 4.60\text{e-}07$  (%.h<sup>-1</sup>)
- $n_{MF} = 17.9$



**Fig. VI.26** – Vitesse minimale de fluage en fonction de la contrainte appliquée - Ajustement : Métal Fondu déduit des essais sur Joint Soudé entier - Experience : points du Joint Soudé entier ZU80

De la même façon que pour le Joint Soudé entier, le temps à rupture est déterminé par la formule où un facteur correctif  $\kappa$  de 0.8 est intégré dans la formule comme dans le cas du Joint Soudé entier, afin d'améliorer l'adéquation entre résultats expérimentaux et courbes simulées. Une forte hypothèse sur la structure de l'éprouvette de Joint Soudé est faite dans cette partie pour déterminer le comportement du métal fondu seul. La figure VI.27 présente la courbe de prédiction du temps à rupture du métal fondu seul, flué à 500°C.

$$\begin{aligned}\sigma_n &= \sigma_0 (t_r A_{MF} n_{MF})^{-1/n_{MF}} \\ \sigma_n &= \sigma_0 (\kappa t_r A_{MF} n_{MF})^{-1/n_{MF}}\end{aligned}\quad (\text{VI.11})$$

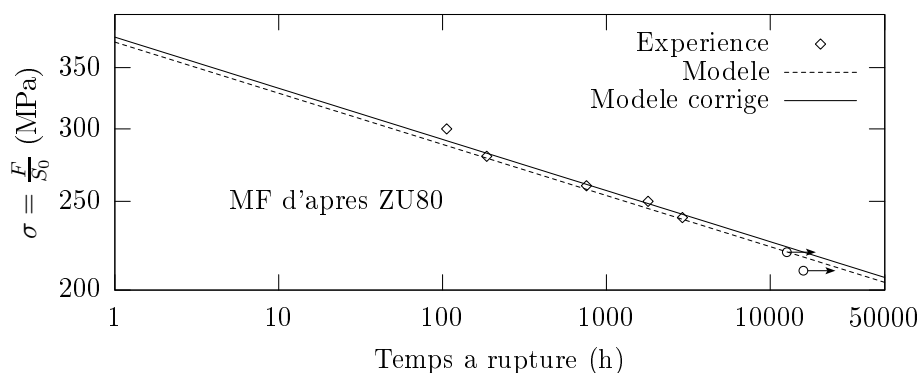


Fig. VI.27 – Prédiction de la durée de vie du métal fondu

### VI.3.3 Comportement du métal fondu - Vérification

Une deuxième façon de déterminer le comportement du métal fondu est d'utiliser les courbes expérimentales de fluage des éprouvettes de géométrie ZU20. Cette géométrie permet de s'assurer de la rupture dans le métal fondu. La zone utile est amincie régulièrement pour atteindre un diamètre de section minimale de 4 mm dans une géométrie cylindrique lisse de diamètre initial de 5 mm. La zone utile est entièrement constituée de métal fondu. Le schéma VI.28 présente la géométrie des éprouvettes ZU20.

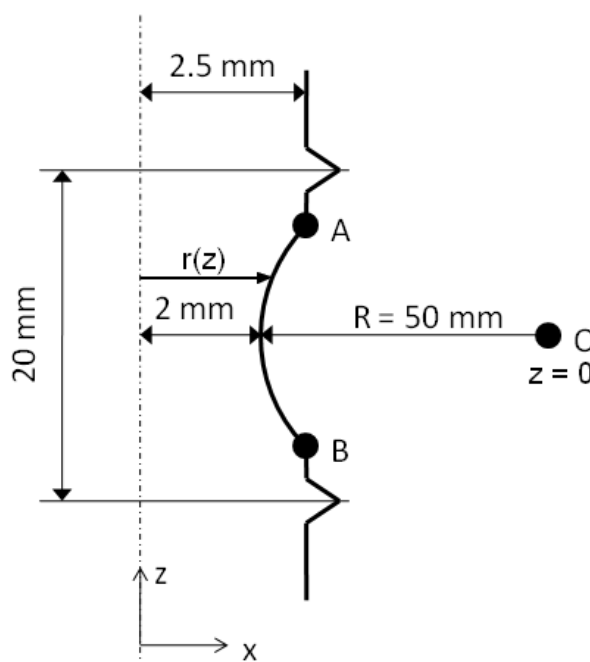


Fig. VI.28 – Schéma illustrant la géométrie des éprouvettes ZU20

Le but de cette section est de valider les paramètres du modèle phénoménologique du métal fondu. En raison de la géométrie de l'éprouvette, la contrainte dans l'éprouvette varie avec l'altitude  $z$ . Il convient dans un premier temps d'établir l'équation du cercle qui a permis de créer la géométrie affinée dans le métal fondu. Cette équation conduira alors à la détermination de la cote des points A et B. Le point O est le centre de ce cercle et vérifie l'équation VI.12 en deux dimensions. L'origine du repère  $(x,z)$  coïncide avec le centre de l'éprouvette.

$$\begin{aligned}(x - x_O)^2 + (z - z_O)^2 &= R^2 \\ (x - 52)^2 + (z - 0)^2 &= 50^2\end{aligned}\quad (\text{VI.12})$$

Grâce à l'équation VI.12, les coordonnées du point A sont  $(2.5; z_A)$  où  $z_A = 7.05$  mm. La contrainte nominale définie par  $\sigma_n = F/S_0$  tient compte de la section minimale de l'éprouvette,  $S_0$  est donc la section de l'éprouvette de diamètre 4 mm. La contrainte dans l'éprouvette varie avec l'altitude  $z$  en fonction de l'inverse de  $S(z)$ , donc la vitesse de déformation varie également avec  $z$ .  $S(z)$  est la section de l'éprouvette à l'altitude  $z$ . L'équation VI.15 décrit la vitesse secondaire de fluage du métal fondu en fonction de la section de l'éprouvette dans la zone utile. Il s'agit d'une valeur macroscopique, c'est la vitesse de déformation de l'éprouvette déterminée entre les collerettes. Pour éviter de surcharger les écritures, l'exposant de Norton  $n_{MF}$  du métal fondu sera nommé  $n$  dans ce qui suit, sauf indication contraire. La longueur utile de l'éprouvette est nommée  $l$ .

On fait l'hypothèse que chaque section  $S(z)$  est en traction simple, donc que  $\varepsilon_{eq}^{MF}(z) = \varepsilon_{zz}^{MF}(z) = \varepsilon_{ss}^{MF}(z)$  et que  $\sigma_{eq}(z) = \sigma_{zz}(z) = \sigma(z)$ . La vitesse de déformation dans l'éprouvette de métal fondu s'écrit :

$$\dot{\varepsilon}_{ss}^{MF}(z) = A_{MF} \left( \frac{\sigma(z)}{\sigma_0} \right)^n \quad (\text{VI.13})$$

La prise en compte de la variation de section est sous-jacente à l'écriture de  $\sigma(z)$  :

$$\begin{aligned}\dot{\varepsilon}_{ss}^{MF}(z) &= A_{MF} \left( \frac{F}{S(z)\sigma_0} \right)^n = A_{MF} \left( \frac{F}{S_0\sigma_0} \frac{S_0}{S(z)} \right)^n \\ \dot{\varepsilon}_{ss}^{MF}(z) &= A_{MF} \left( \frac{\sigma_n}{\sigma_0} \right)^n \left( \frac{S_0}{S(z)} \right)^n\end{aligned}\quad (\text{VI.14})$$

Or, la vitesse de déformation globale  $\dot{\varepsilon}_{ss}^{mes}$  de l'éprouvette est connue puisque c'est elle qui est déterminée à partir des courbes de fluage. Cette vitesse moyennée sur l'ensemble de l'éprouvette (entre les collerettes) s'exprime :

$$\begin{aligned}v &= \int_{-l/2}^{l/2} \dot{\varepsilon}_{ss}^{MF}(z) dz \\ v &= A_{MF} \left( \frac{\sigma_n}{\sigma_0} \right)^n \int_{-l/2}^{l/2} \left( \frac{S_0}{S(z)} \right)^n dz \\ \dot{\varepsilon}_{ss}^{mes} &= \frac{v}{l} = A_{MF} \left( \frac{\sigma_n}{\sigma_0} \right)^n \frac{1}{l} \int_{-l/2}^{l/2} \left( \frac{S_0}{S(z)} \right)^n dz\end{aligned}\quad (\text{VI.15})$$

On pose  $\frac{1}{I_n} = \frac{1}{l} \int_{-l/2}^{l/2} \left( \frac{S_0}{S(z)} \right)^n dz$ . Il est à noter que  $\frac{1}{I_n} < 1$  puisqu'on intègre une fraction dont la valeur est inférieure à 1. On reconnaît également dans l'équation VI.15 la composante de la vitesse de déformation dans la section minimale de l'éprouvette  $\dot{\varepsilon}_n$ . Il vient donc l'écriture suivante :

$$\dot{\varepsilon}_{ss}^{mes} = \frac{\dot{\varepsilon}_n}{I_n} \quad (\text{VI.16})$$

On cherche à déterminer la vitesse minimale de fluage dans la section minimale, là où la rupture intervient. Aussi :

$$\dot{\varepsilon}_n = I_n \dot{\varepsilon}_{ss}^{mes} \quad (\text{VI.17})$$

Cette équation VI.17 montre que  $\dot{\varepsilon}_n > \dot{\varepsilon}_{ss}^{mes}$ . Ce cheminement mathématique permet de se ramener à une détermination d'une vitesse de fluage secondaire dans une éprouvette cylindrique lisse à partir de la vitesse de fluage secondaire, déterminée par essai, d'une éprouvette de géométrie complexe via un facteur géométrique  $I_n$ . Pour se ramener à la détermination de  $\dot{\varepsilon}_n$  dans la section minimale, une valeur approchée de  $I_n$  doit être calculée.

L'équation d'un cercle est une fonction paire et  $r(z) = 52 - \sqrt{50^2 - z^2}$ . La valeur d' $I_n$  se détermine à partir de celle de  $I_n^*$  où  $I_n = \frac{1}{I_n^*}$  :

$$\begin{aligned}
I_n^* &= \frac{1}{l} \int_{-l/2}^{l/2} \left( \frac{r_0^2}{r(z)^2} \right)^n dz \\
I_n^* &= \frac{2}{l} \left( \int_0^{z_A} + \int_{z_A}^{10} \right) \left( \frac{r_0}{r(z)} \right)^{2n} dz \\
I_n^* &= \frac{2}{l} \int_0^{z_A} \left( \frac{r_0}{r(z)} \right)^{2n} dz + \frac{2}{l} \int_{z_A}^{10} \left( \frac{2}{2.5} \right)^{2n} dz \\
I_n^* &= \frac{2}{l} \int_0^{z_A} \left( \frac{2}{52 - \sqrt{50^2 - z^2}} \right)^{2n} dz + \frac{2}{l} \int_{z_A}^{10} \left( \frac{2}{2.5} \right)^{2n} dz \\
I_n^* &= \frac{2}{l} \int_0^{z_A} \left( \frac{2}{52 - \sqrt{50^2 - z^2}} \right)^{2n} dz + \frac{2}{l} \left( \frac{2}{2.5} \right)^{2n} (10 - z_A) \quad (VI.18)
\end{aligned}$$

On détermine les valeurs approchées de  $I_n = \frac{1}{I_n^*}$  pour différentes valeurs de  $n$  à l'aide d'un logiciel de calcul formel de type Maple. En particulier, pour des valeurs de  $n$  de 7 à 20,  $I_n$  est donné dans le tableau VI.7.

$n$	$I_n^*$	$I_n$
7	0.352	2.843
8	0.326	3.067
9	0.305	3.278
10	0.288	3.475
11	0.273	3.663
12	0.261	3.834
13	0.250	4.002
14	0.240	4.160
15	0.232	4.312
16	0.224	4.460
17	0.217	4.602
18	0.211	4.737
19	0.205	4.871
20	0.200	5.000

**Tab. VI.7** – Valeurs approchées de  $I_n$  pour quelques valeurs de l'exposant de Norton  $n_{MF}$  du métal fondu

Les outils mathématiques afin de déterminer la vitesse minimale de fluage dans la section minimale des éprouvettes ZU20 étant posés, le déroulement des différents ajustements des paramètres du modèle de comportement du métal fondu reste identique à celui déjà vu dans les autres sections.

La modélisation des premiers stades de fluage est donnée par l'équation VI.19 :

$$\varepsilon(t) = E_0 + Q \left( 1 - \exp \left( -\frac{t}{\tau} \right) \right) + \dot{\varepsilon}_{ss}^{mes} t \quad (VI.19)$$

L'ajustement des paramètres  $\dot{\varepsilon}_{ss}^{mes}$ ,  $Q$ ,  $\tau$  et  $E_0$  est obtenu par comparaison avec les courbes de fluage des éprouvettes de géométrie ZU20. Le tableau VI.8 rassemble les valeurs de ces paramètres qui permettent ensuite de tracer la figure VI.29.

$\sigma$ (MPa)	$t_r$ (h)	$\dot{\varepsilon}_{ss}^{mes}$ (%.h <sup>-1</sup> )	$Q$ (%)	$\tau$ (h)	$E_0$ (%)
350	9	0.0333	0.28	1.8	0.057
300	111	0.0217	0.20	2.0	0.018
260	1793	0.0012	0.28	21.7	0.032
250	2482	0.0009	0.30	21.9	0.042

**Tab. VI.8** – Ajustement des paramètres  $E_0$ ,  $Q$ ,  $\tau$  et  $\dot{\varepsilon}_{ss}^{mes}$  pour le comportement du métal fondu flué à 500°C

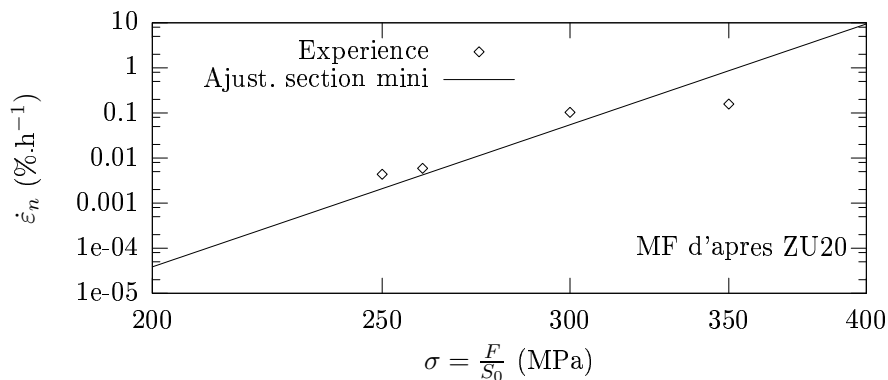
Connaissant donc  $\dot{\varepsilon}_{ss}^{mes}$ , la valeur de  $\dot{\varepsilon}_n$  dans la section minimale est calculée à partir d'une valeur approchée de  $I_n$  en faisant l'hypothèse que l'exposant de Norton est peu différent de 18.

$$\begin{aligned}\dot{\varepsilon}_n &= A_{MF} \left( \frac{\sigma_n}{\sigma_0} \right)^n = I_n \dot{\varepsilon}_{ss}^{mes} \\ \ln \dot{\varepsilon}_n &= \ln A_{MF} + n (\ln \sigma_n - \ln \sigma_0) = \ln I_n + \ln \dot{\varepsilon}_{ss}^{mes}\end{aligned}\quad (\text{VI.20})$$

Les paramètres  $A_{MF}$  et  $n$  de la loi de Norton pour le métal fondu sont ajustés et montrent que l'exposant de Norton est bien de 18, ce qui valide le choix de la valeur d' $I_n$ .

- $A_{MF} = 4.72\text{e-}08$  (%.h<sup>-1</sup>)
- $n = 17.9$

La courbe de vitesse minimale de déformation dans la section minimale est donnée sur la figure VI.29. Le point à 350 MPa est un peu loin de la courbe, néanmoins son temps à rupture est très court (9h) pour un essai de fluage; aux très fortes contraintes un autre régime domine la déformation et le comportement du matériau à ce niveau de contraintes s'apparente à celui d'un comportement en traction sous une sollicitation en charge imposée.



**Fig. VI.29** – Vitesse minimale de fluage en fonction de la contrainte appliquée dans la section minimale (Métal Fondu, ZU20)

En faisant l'hypothèse d'une géométrie lisse (corrigée par le facteur  $I_n$ ) et en ne tenant compte que de la vitesse minimale de fluage, le temps à rupture dans la section minimale

est donnée par la formule VI.21 où  $\kappa$  est un facteur correctif de 0.8. La figure VI.30 présente le résultat de cette modélisation où une bonne cohérence entre les points expérimentaux et les points obtenus par simulation peut être notée. Le lieu de rupture des éprouvettes ZU20 intervient dans la section minimale de l'éprouvette, il doit donc y avoir cohérence entre les points expérimentaux et le modèle de comportement en fluage.

$$\sigma_n = \sigma_0 (t_r \kappa I_n A_{MF} n)^{-1/n} \quad (\text{VI.21})$$

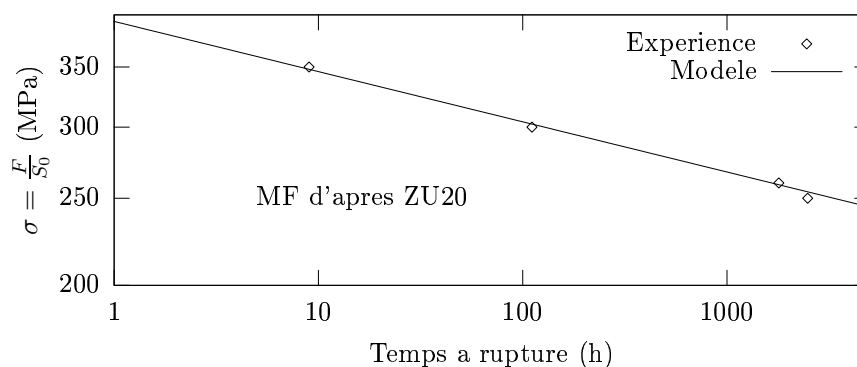


Fig. VI.30 – Prédiction de la durée de vie du métal fondu

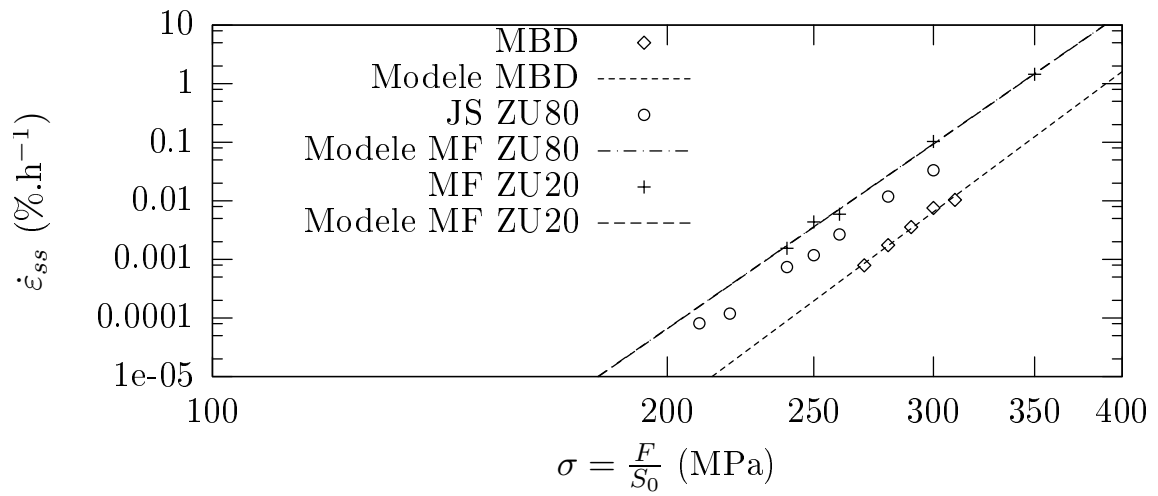
#### VI.3.4 Synthèse des modélisations sur le Joint Soudé

Les figures VI.31 et VI.32 illustrent le comportement mécanique en fluage à 500°C du Métal de Base MBD de Grade 91 ainsi que de son Joint Soudé entier. Grâce à ces informations, il a été possible de déterminer les paramètres du modèle phénoménologique utilisé pour le métal fondu seul. Avec une géométrie adaptée centrée sur le métal fondu, d'autres paramètres du comportement en fluage du Grade 91 métal fondu ont pu être déterminés. Cette section compare les résultats de ces deux déterminations.

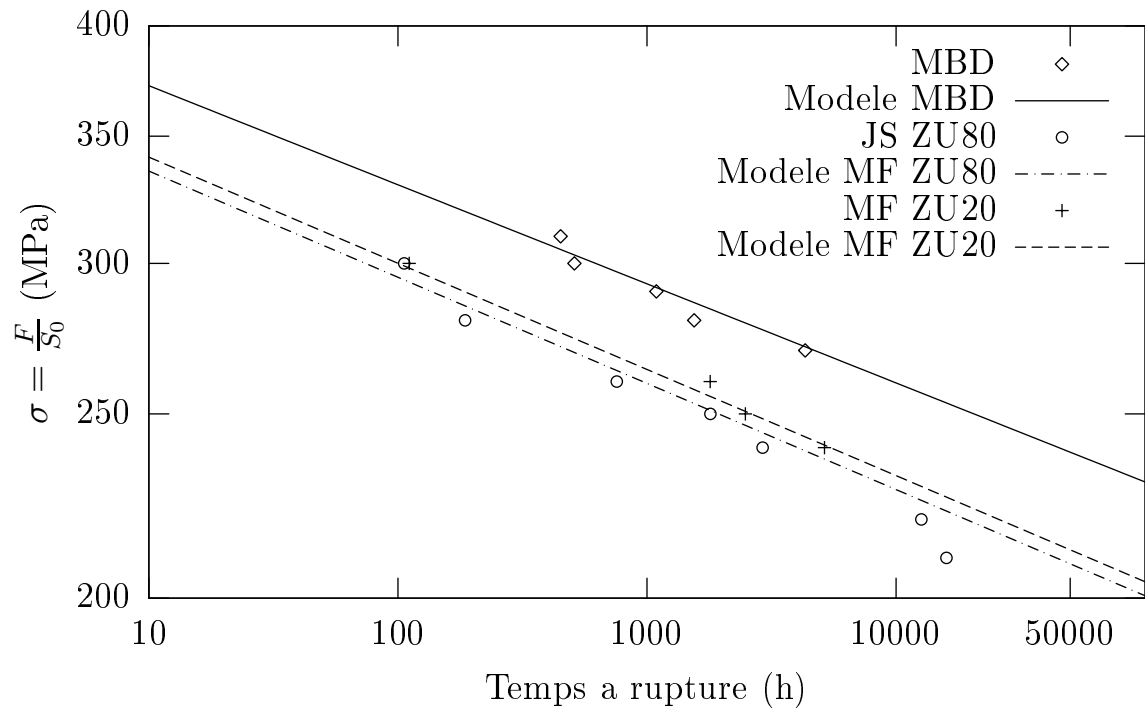
Les paramètres du métal fondu déterminés à partir des essais ZU80 et des essais ZU20 sont cohérents en termes d'exposant de Norton. Des facteurs correctifs  $\kappa$  sont plus ou moins nécessaires pour décaler le modèle vers les points expérimentaux en raison des hypothèses simplificatrices adoptées, même si les résultats sont acceptables sans correction. La dispersion des résultats de fluage n'a pas été étudiée dans cette thèse. La non prise en compte du  $\kappa$  peut être un élément pour illustrer cette dispersion. Le modèle de comportement montre que pour une contrainte appliquée donnée, le matériau d'une éprouvette de métal fondu seul flue plus vite que le Joint Soudé entier.

L'exposant de Norton, obtenu par ces méthodes, est largement supérieur à 1. Ceci indique l'existence d'une contrainte interne dans le matériau, et non un mécanisme diffusif qui serait prédominant aux faibles contraintes.





**Fig. VI.31** – Vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée suivant les ajustements effectués



**Fig. VI.32** – Prédiction de la durée de vie du métal fondu suivant les ajustements effectués

## VI.4 Conclusions sur le comportement mécanique du Joint Soudé

UN ESSAI DE TRACTION à 500°C à  $10^{-5}s^{-1}$  voit l'éprouvette de Joint Soudé rompre dans le Métal de Base Détensionné, large zone molle. Les essais de fluage à 500°C ont mis en évidence une rupture dans le métal fondu, large zone dure. Il y a donc un effet de la vitesse de sollicitation sur le lieu de rupture. Ces deux zones de rupture concordent avec la littérature. A plus haute température, 625°C et 80 MPa, un essai de fluage a été réalisé montrant une rupture dans la ZAT, comme on pouvait s'y attendre. Il y a donc un effet de la température sur le lieu de rupture. L'ensemble de ces informations permet de conclure à la cohérence du comportement mécanique du Joint Soudé d'étude par rapport à d'autres données bibliographiques. Ces différents lieux de rupture traduisent que les mécanismes de déformation qui conduisent à la rupture finale sont différents, sachant qu'aucun endommagement n'a été détecté dans les éprouvettes de fluage.

La microstructure du Joint Soudé présente un faible overmatching par rapport à ce qui est reporté dans la littérature. Après fluage, cet overmatching disparaît et devient même un undermatching qui s'accroît quand la température d'essai augmente. En revanche, la dureté dans la zone de rupture des éprouvettes fluées augmente drastiquement. Les faciès de rupture ont montré la présence d'inclusions, de type MnS ou  $Al_2O_3$  après les essais de traction et de fluage. Les faciès sont également identiques en termes de géométrie (faible anisotropie) et en termes d'apparence (ductile transgranulaire à cupules). De telles observations avaient été formulées dans le cas du Métal de Base MBD.

La microstructure n'évolue pas durant le fluage. Les précipités n'ont pas évolué en termes de nature et n'ont guère grossi, donc la résistance au fluage par précipitation de secondes phases est toujours active. Aucune phase de Laves ni phase Z n'a été mise en évidence dans les différentes microstructures du Joint Soudé flué, donc la résistance au fluage par solution solide est toujours valable. Les coupes longitudinales des éprouvettes, quelle que soit leur géométrie, n'ont pas révélé d'endommagement significatif. La rupture en fluage à 500°C n'est donc pas gouvernée par l'endommagement. Pourtant, la dureté des éprouvettes fluées diminue dans le fût. Il y a donc un adoucissement de la matrice qui peut s'expliquer par une restauration, mais qui n'est pas décelée lors des observations EBSD.

Les observations et analyses de la microstructure conduisent à conclure que la rupture finale intervient par écoulement viscoplastique. Un modèle de comportement en fluage du matériau à 500°C peut donc se réduire à une loi de Norton comme dans le cas du métal MBD. Un modèle phénoménologique du Joint Soudé entier est donc proposé. A partir des paramètres ajustés pour le Joint Soudé entier et de ceux identifiés pour le métal MBD, il est proposé une méthode de détermination des paramètres pour le comportement du métal fondu seul. Une autre méthode est également proposée par ajustement des paramètres du modèle sur des courbes de fluage qui ne concernent que le métal fondu (géométrie ZU20). Dans ces développements, l'hypothèse que la ZAT ne joue pas de rôle dans la perte de résistance au fluage à 500°C est formulée. La ZAT est décomposée en deux parties : l'une ayant le comportement du métal MBD, l'autre le comportement du métal fondu. On se ramène donc à étudier le comportement d'un bi-matériau.

Le Joint Soudé entier et le métal fondu fluent plus vite que le Métal de Base. Les

résultats de la modélisation faite d'après les éprouvettes ZU80 et ZU20 montrent qu'il y a une influence de la géométrie sur les prédictions du temps à rupture. Le comportement du métal fondu déduit des essais sur les éprouvettes de Joint Soudé entier prédit un temps à rupture plus grand que celui obtenu par ajustement sur les courbes d'essais sur le métal fondu seul. L'exposant de Norton est d'environ 18 quelle que soit la méthode adoptée, ce qui argue dans le sens de l'existence d'une contrainte interne et non pas d'un mécanisme prédominant de diffusion contrôlant la déformation, surtout aux faibles contraintes. Un modèle simple phénoménologique permet de modéliser convenablement les deux premiers stades de fluage du Joint Soudé et du métal fondu. Avec quelques hypothèses simplificatrices, le modèle de Norton corrigé et la formule de HOFF permettent de déterminer un temps à rupture cohérent avec la littérature en ne tenant compte que de la vitesse minimale de fluage.

## VI.5 Ce qu'il faut retenir sur le comportement mécanique et l'évolution de la microstructure du Joint Soudé ...

### 1. MICROSTRUCTURE

- La rupture des éprouvettes de Joint Soudé entier ZU80 intervient dans le métal fondu et la rupture en traction a lieu dans le Métal de Base lors d'essais à 500°C.
- Le Joint Soudé entier ne voit pas sa microstructure évoluer après un fluage à 500°C jusqu'à 2910h.
- La nature des précipités est identique à celle avant fluage ; aucune phase de Laves ni de phase Z ne vient affaiblir la résistance par solution solide de la matrice.
- La dureté proche de la zone de rupture des éprouvettes fluées augmente drastiquement, les faciès de rupture sont similaires à celui de l'essai de traction, aucun endommagement n'est décelé dans la microstructure donc la rupture finale est due à de l'écoulement viscoplastique.
- Le coefficient de striction est assez élevé, signe d'un stade tertiaire de structure et non pas dû à de la cavitation comme c'est le cas à plus haute température (à partir de 600°C).
- La dureté dans le fût des éprouvettes est plus faible après fluage qu'avant mais les analyses EBSD n'ont pas mis en évidence de changement dans la microstructure. Il est possible que la matrice se restaure, ce qui expliquerait la diminution de la dureté, sans que les outils utilisés ne le mettent en évidence.

### 2. MODÈLE

- Un modèle phénoménologique de type Norton a été ajusté sur les courbes de fluage du Joint Soudé entier ZU80 ; l'exposant de Norton est de 18.
- En faisant l'hypothèse que le Joint Soudé est un bi-matériau (MBD et MF), un même modèle a été proposé pour déterminer le comportement du métal fondu (MF) déduit des essais sur Joint Soudé entier ZU80. Cette hypothèse conduit à corriger le modèle mais l'exposant de Norton est inchangé.
- A partir des courbes de fluage des éprouvettes amincies de métal fondu seul ZU20, les paramètres du modèle de comportement du métal fondu sont ajustés. Cet ajustement est possible dès lors qu'on se ramène à une géométrie cylindrique lisse à l'aide d'un facteur prenant en compte l'évolution de la géométrie dans le sens longitudinal de l'éprouvette. L'exposant de Norton ainsi déterminé est également proche de 18.
- Un tel exposant de Norton argue pour l'existence d'une contrainte interne ; le mécanisme prédominant qui gouverne la déformation par fluage est le glissement des dislocations.
- Le temps à rupture déterminé à partir de ce modèle phénoménologique est cohérent avec la littérature.



---

**Chapitre -VII-**  
**Conclusions & Perspectives**

---

## VII.1 Conclusions générales de cette étude

L'objectif de cette étude était de répondre à trois questions :

- Comment évolue la microstructure du métal de base et de son joint soudé au cours du fluage à 500°C après 4500h ?
- Quelle est la microstructure qui constitue le point faible du joint soudé entier et qui est le siège de la rupture finale en fluage à 500°C ?
- Un modèle simple de comportement en fluage de la microstructure, point faible du joint, peut-il être proposé, afin de prédire le temps à rupture à plus longue durée d'exposition ?

Pour répondre à ces objectifs, cette étude avait à sa disposition un coupon épais de métal de base non détensionné et une large tôle épaisse de joint soudé détensionné. Ces deux matériaux de réception sont issus de la même tôle mère, normalisée et revenue. Une caractérisation de la microstructure de ces matériaux de référence a été réalisée.

La microstructure du Grade 91 normalisé-revenu se compose de lattes de martensite de largeur d'environ 0.5  $\mu\text{m}$ . Cette martensite est plus revenue si le matériau subit un traitement thermique de détensionnement comme dans le cas de la tôle de joint soudé. Les observations à différentes échelles montrent que ces lattes se réunissent en blocs. Un ensemble de blocs constitue un paquet. Un ancien grain austénitique, de diamètre moyen d'environ 30 microns, renferme plusieurs paquets. Cette hiérarchisation de la microstructure est mise en évidence grâce aux précipités qui sont révélés par attaque chimique au réactif de Villela et qui décorent les joints et sous-joints. Ces précipités sont identifiés par EDX et sont principalement riches en chrome ; il s'agit de M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, responsables de la stabilisation de certains joints de la microstructure. Leur diamètre maximum est d'environ 300 nm. A l'intérieur des lattes, des analyses sur répliques extractives ont permis de mettre en évidence l'existence de fins précipités de type MX. La grande majorité de ces MX se décompose en deux classes : ceux qui ont une teneur riche en V (VN) et ceux riches en Nb (Nb(C,N)). Une troisième population de MX a été identifiée essentiellement dans le métal de base non détensionné : des V-Wings qui possèdent un cœur en NbC et des ailes de VN. Le diamètre maximal observé de tous ces MX est d'environ 50 nm. Ces précipités ne sont pas cohérents avec la matrice. Des calculs de thermodynamique et de cinétique chimiques ont confirmé que leur diamètre était supérieur à 10 nm, la condition de cohérence avec la matrice étant d'être inférieur à 10 nm. Ces MX contribuent à la résistance au fluage du Grade 91.

Le soudage de la tôle de joint soudé est réalisé par le procédé SAW à l'arc submergé. Le soudage engendre l'apparition d'une zone affectée thermiquement (ZAT) d'une largeur de 3 mm. En raison de nombreuses passes de soudage, la microstructure du métal fondu présente des zones à gros grains colonnaires (d'environ 5 mm) et des petites zones recuites entre passes à petits grains. Ces zones présentent une dureté inférieure à celle des zones à grains colonnaires. La largeur du métal fondu est de 25 mm en moyenne. Dans cette étude, la ZAT est assimilée à une succession de seulement deux microstructures bien identifiées dans les observations au MEB. La première, proche du métal fondu, est la zone à gros grains CGHAZ de taille de grain austénitique allant jusqu'à 60 microns. La seconde, proche du métal de base, englobe la zone à petits grains ou à grains fins et la zone intercritique, nommée ICHAZ, de taille de grain austénitique d'environ 10 microns. Comme la ZAT n'intervient pas explicitement dans le comportement mécanique du joint soudé entier à 500°C, sous une sollicitation de type traction ou fluage, cette simplification de deux microstructures est acceptable. Une cartographie de la microdureté du joint soudé

permet de mettre en évidence les variations de microstructures dans la ZAT et dans le métal fondu. Le métal fondu présente des nids de soufflures, de diamètre maximal d'environ 1 micron. Ces soufflures sont des défauts de fabrication liés au procédé de soudage mais leur diamètre est trop petit pour qu'elles puissent faire chuter la résistance au fluage. Ces défauts ne remettent donc pas en cause la conformité de la microstructure du joint soudé étudié. Quelles que soient les zones du joint soudé, les observations n'ont pas permis de détecter de nouvelles particules de secondes phases. Les précipités dans le joint soudé sont les mêmes que ceux observés dans les métaux de base. La taille des précipités ne dépend pas de la zone de joint analysée.

Pour étudier les comportements du métal de base et du joint soudé entier, des essais de fluage et de traction ont été réalisés à 500°C. La durée maximale d'exposition en fluage dans le cas du métal de base est de 4317h ; elle est de 2911h dans le cas du joint soudé entier, pour une géométrie cylindrique lisse. Les éprouvettes fluées de joint soudé cassent dans le métal fondu à 500°C et dans la ZAT à 625°C. Dans le cas de la traction, le joint soudé casse dans le métal de base à 500°C. Tous ces résultats en termes de lieu de rupture sont cohérents avec la littérature. Pour la température d'étude, la ZAT ne joue pas de rôle apparent dans la résistance mécanique. Les faciès de rupture des éprouvettes de fluage sont similaires à ceux des éprouvettes de traction. La dureté du fût des éprouvettes est inférieure à celle des matériaux de référence avant fluage contrairement à celle de la zone proche de la rupture qui augmente drastiquement. Un très faible endommagement de fluage a été constaté le long de l'axe des éprouvettes sur les premiers millimètres à partir de la zone de rupture. Cet endommagement par cavitation n'est pas le mécanisme qui conduit à la ruine finale des éprouvettes de fluage. Un fort taux de réduction de section  $Z$ , similaire à celui des éprouvettes de traction, a été mesuré. L'allure des faciès de rupture, la donnée de  $Z$  et du profil de dureté le long de l'axe des éprouvettes fluées indiquent que le comportement en fluage est de type viscoplastique pour une température d'essai de 500°C. Les observations au MEB et au STEM, couplées à des analyses EDX de répliques extractives sur des éprouvettes fluées de métal de base et de joint soudé n'ont pas mis en évidence de nouvelles secondes phases, telles que des phases de Laves ou des phases  $Z$ . La microstructure dans le fût des éprouvettes n'a pas notablement évolué. Ceci signifie donc que la résistance au fluage par précipitation (MX notamment) et par solution solide est inchangée pour les matériaux flués à 500°C. En revanche, la diminution de dureté peut s'expliquer par une légère restauration de la matrice, donc une diminution de la densité de dislocations. Les observations EBSD n'ont pas permis de mettre en évidence cette restauration.

Au vu des observations de la microstructure du métal de base et du joint soudé après fluage à 500°C, un modèle phénoménologique est proposé. Un écoulement viscoplastique sans endommagement étant mis en évidence, le modèle suit une loi de Norton. L'ajustement des paramètres de ce modèle est réalisé sur les courbes obtenues expérimentalement sur une géométrie cylindrique lisse pour le métal de base et le joint soudé entier. Un exposant de Norton de 19 a été déterminé pour le métal de base et de 18 pour le joint soudé entier. Ces valeurs élevées indiquent l'existence d'une contrainte interne, bien marquée surtout pour les essais à faible contrainte. Ces valeurs de l'exposant de la loi puissance de Norton permettent de conclure également sur le mécanisme de glissement de dislocations qui gouvernerait la déformation par fluage à 500°C.

Le lieu de rupture des éprouvettes fluées de joint soudé étant le métal fondu, le comportement en fluage de cette zone peut être ajusté à partir des données expérimentales



concernant le joint soudé entier. Comme la ZAT n'intervient pas ou peu dans la résistance au fluage à 500°C, elle a été arbitrairement décomposée en deux parties ; l'une suit le comportement du métal fondu, l'autre celui du métal de base. Cette hypothèse de simplification de la microstructure permet, par une décomposition linéaire du comportement du joint soudé entier, de déterminer les paramètres d'ajustement du modèle du métal fondu. L'exposant de Norton déterminé par cette méthode est de 18. Une autre méthode consiste à utiliser les résultats de fluage sur éprouvettes à géométrie amincie contenant uniquement du métal fondu (géométrie ZU20). Via un paramètre  $n$  qui tient compte de la variation de géométrie, on se ramène à une géométrie cylindrique lisse où un modèle de Norton peut être ajusté. L'exposant de Norton est également de 18. Les résultats de ces différentes modélisations permettent de déterminer un temps à rupture à plus long terme. Cette prédiction est cohérente avec des résultats récents publiés par le CEA, alors qu'elle ne prend en compte que la vitesse minimale de fluage et non l'endommagement par cavitation aux interfaces qui pourrait intervenir pour les temps longs.

## VII.2 Pour la suite ...

Cette étude a porté sur le comportement mécanique (traction, fluage) d'un Grade 91, métal de base et joint soudé à 500°C. Les matériaux se présentaient sous la forme d'une plaque de forte épaisseur (140 mm pour le métal de base, 70 mm pour le joint soudé). On sait aujourd'hui que le Grade 91 ne sera pas utilisé en tant qu'acier de cuve pour équiper le VHTR de la Génération IV. Mais d'autres applications sont possibles, y compris en composants soudés, dans le domaine des températures proches de 500°C. En effet, hors VHTR, ce matériau est activement étudié pour la filière RNR. Les données acquises au cours de cette étude peuvent donc être utilisées pour les études concernant cette filière. Les données rassemblées dans ce mémoire permettent de compléter la base de données internationales sur le comportement de cet acier, de forte épaisseur, à 500°C. Nos données sont cohérentes avec celles accessibles dans la littérature, y compris sur les joints soudés. En général, dans la littérature, les seules données ouvertes concernent des plaques ou des tubes d'épaisseur bien inférieure à 70 mm. Les propriétés obtenues ici peuvent sans doute être transposables pour ce matériau mais pour des épaisseurs plus faibles. Il sera intéressant de voir comment nos données peuvent être utilisées, notamment pour des applications de tuyauteries et d'échangeurs de chaleur, composés soudés de faible épaisseur.

Cette étude a permis également de mettre en lumière avec les outils à notre disposition l'absence d'évolution significative de la microstructure après des essais de vieillissement statique (jusqu'à 12 208h) et de fluage (jusqu'à 4317h) à 500°C. Après fluage, les observations ont montré que le durcissement de solution solide et le durcissement par précipitation étaient toujours actifs et inchangés, par rapport à la microstructure avant essai. En revanche, une légère diminution de dureté a été révélée dans le fût des éprouvettes de fluage ou dans les échantillons vieillis. D'autres analyses sur lames minces devraient être réalisées, notamment au niveau des structures de dislocations, pour mettre en évidence une potentielle restauration de la matrice. Cette restauration est la seule explication plausible qui engendre une diminution de la dureté.

Les essais de fluage mis en place dans cette étude ont eu des durées maximales d'exposition de 4317h et 2911h pour le métal de base et le joint soudé respectivement. A partir de ces données expérimentales un modèle simple de comportement a été proposé pour déterminer un temps à rupture pour des contraintes plus faibles. Ce modèle est a priori

encore valable pour des temps prolongés de fluage. Actuellement, des essais de longues durées de fluage à 500°C sont en cours à EDF Les Renardières. Dès que ces essais seront terminés, il sera intéressant de comparer les courbes de fluage à celles déjà obtenues. Mais aussi, l'endommagement et les faciès de rupture devront être étudiés et les temps à rupture réels devront être comparés à ceux prédits par le modèle. Si un bon accord subsiste entre les résultats expérimentaux et les résultats numériques, cela indiquerait que les paramètres de la loi de Norton sont toujours valables et donc que le mécanisme qui gouverne la déformation par fluage reste le glissement de dislocations à 500°C quelle que soit la contrainte appliquée. De plus, on démontrerait que la rupture interviendrait encore, pour ces temps-là, par instabilité viscoplastique et que l'endommagement par cavitation n'est pas prépondérant à 500°C. On rappelle que d'après la littérature, il n'existe pas de chute de résistance au fluage dans le Grade 91 à long temps d'exposition à 500°C.



# Bibliographie

- ABE, F. (2004). Bainitic and martensitic creep-resistant steels. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 8 :305–311.
- ABE, F. (2006). Metallurgy for long-term stabilization of ferritic steels for thick section boiler components in USC power plant at 650°C. In *Materials for Advanced Power Engineering 2006*. LECOMTE-BECKERS, J. and CARTON, M. and SCHUBERT, F. and ENNIS, P.J.
- ABE, F. (2008). Precipitate design for creep strengthening of 9%Cr tempered martensitic steel for ultra-supercritical power plants. *Science and Technology of Advanced Materials*, 9 :1–15.
- ABE, F., HORIUCHI, T., TANEIKE, M., and SAWADA, K. (2004). Stabilization of martensitic microstructure in advanced 9Cr steel during creep at high temperature. *Materials Science and Engineering A*, 378 :299–303.
- ABE, F., TABUCHI, M., KONDO, M., and OKADA, H. (2005). Suppression of Type IV fracture in welded joints of advanced ferritic power plant steels - Effect of boron and nitrogen. In *Materials at High Temperatures*. DOGAN, B.
- ABE, F., TANEIKE, M., and SAWADA, K. (2007). Alloy design of creep resistant 9Cr steel using a dispersion of nano-sized carbonitrides. *Int. J. Press. Vessels and Piping*, 84 :3–12.
- ALBERT, S. K., MATSUI, M., WATANABE, T., HONGO, H., KUBO, K., and TABUCHI, M. (2003). Variation in the type IV cracking behaviour of high Cr steel weld with post weld heat treatment. *Int. J. Press. Vessels and Piping*, 80 :405–413.
- ANDERSON, P., BELLGARDT, T., and JONES, F. L. (2003). Creep deformation in a modified 9Cr-1Mo steel. *Materials Science and Technology*, 19 :207–213.
- ARAV, F. and VAN WORTEL, J. C. (1995). Properties and application of modified 9Cr creep-resistant steels. In *Baltica III*, Helsinki. Int. conf. on plant condition and life management.
- ASHBY, M. F., GANDHI, C., and TAPLIN, D. M. R. (1979). Fracture-mechanism maps and their construction for f.c.c. metals and alloys. *Acta Metallurgica*, 27 :699–729.
- ATW, Nuclear Espana and Revue Générale Nucléaire, editor (2004-2005). *European Nuclear Features* (<http://www.euronuclear.org/library/public/enf.htm>), volume 3. European Nuclear Society.
- AUERKARI, P., HOLMSTROM, S., VEIVO, J., and SALONEN, J. (2007). Creep damage and expected creep life for welded 9-11%Cr steels. *Int. J. Press. Vessels and Piping*, 84 :69–74.
- BARNES, A. M. (2000). 9-12%Cr Chromium steels : application limits and potential for further deveopment. In *Advanced materials for 21st Century turbines and power plant*, Cambridge, UK. STRANG, A. and others.

- BARON, M.-P. (1998). *Etude du comportement des interfaces austénite/martensite et martensite/martensite de deux alliages à effet mémoire de forme : le CuZnAl et le CuAlBe*. PhD thesis, INSA Lyon.
- BILAT, A.-S. (2006). Brittle fracture in heat-affected zones of girth welds of modern line pipe steel (X100). In *16th European Conference of Fracture*, Alexandroupolis.
- BILLOT, P. and BARBIER, D. (2004). Very High Temperature Reactor (VHTR) - The French Atomic Energy Commission (CEA) R&D program. In *2nd International Topical Meeting on High Temperature Reactor Technology*, Beijing.
- BILLOT, P., HITTNER, D., and VASSEUR, P. (2006). Outlines of the french R&D programme for the development of high and very high temperature reactors. In *3rd International Topical Meeting on High Temperature Reactor Technology HTR2006*, Johannesburg.
- BOOKER, M. K., SIKKA, V. K., and BOOKER, B. L. P. (1981). Comparison of the mechanical strength properties of several high-chromium ferritic steels. In *Ferritic Steels for High-Temperature Applications*, Warren, Pennsylvania. ASM International Conference, KHARE, A K.
- BOUCHARD, J. (2008). The GEN IV roadmap : The way towards sustainable development of nuclear energy. In *International Energy Agency Workshop on Energy Technology Roadmaps*, Paris.
- BROWN, A. M. and ASHBY, M. F. (1980). On the power-law creep equation. *Scripta Metallurgica*, 14 :1297–1302.
- BRUNA, G. (2007). Réacteurs du futur. In *20ème congrès mondial de l'énergie*, Rome. IRSN.
- BUCKTHORPE, D., COUTURIER, R., VAN DER SCHAAF, B., RIOU, B., RANTALA, H., MOORMANN, R., ALONSO, F., and FRIEDRICH, B.-C. (2001). Materials for the High Temperature Reactor (HTR). In *Transactions, SMiRT 16*, volume 1943, pages 1–7, Washington DC.
- CADEK, J., SUSTEK, V., and PAHUTOVA, M. (1997). An analysis of a set of creep data for a 9Cr-1Mo-0.2V (P91 type) steel. *Materials Science and Engineering A*, pages 22–28.
- CAMINADA, S., CUMINO, G., CIPOLLA, L., and DI GIANFRANCESCO, A. (2004). Long term creep behaviour and microstructural evolution of ASTM Grade 91 steel. In *Advances in Materials Technology for Fossil Power Plants*, Hilton Head Island, South Carolina.
- CARRE, F. (2006). Le Forum Generation IV : un cadre de coopération multilatéral pour le nucléaire du futur. In *Ministère de l'Ecologie et du Développement Durable*, Paris. [www.gedeon.prd.fr/ATELIERS/29\\_30\\_mai\\_2007/exposes/CARRE\\_RNR\\_Gen\\_IV\\_ADS\\_29.pdf](http://www.gedeon.prd.fr/ATELIERS/29_30_mai_2007/exposes/CARRE_RNR_Gen_IV_ADS_29.pdf).
- CARRE, F. (2007). Le Forum Generation IV et la stratégie de la R&D en France sur le nucléaire du futur. In *Réacteurs rapides de Generation IV et de type ADS - Atelier GEDEPEON*, Aix en Provence. [www.ecologie.gouv.fr/IMG/pdf/Frank\\_CARRE.pdf](http://www.ecologie.gouv.fr/IMG/pdf/Frank_CARRE.pdf).
- CEA (2007). *Systèmes nucléaires du futur - Génération IV*. Clefs CEA n°55.
- CERJAK, H., HOFER, P., and SCHAFFERNAK, B. (1999). The influence of microstructural aspects on the service behaviour of advanced power plant steels. *ISIJ International*, 9 :874–888.
- CERRI, E., EVANGELISTA, E., SPIGARELLI, S., and BIANCHI, P. (1998). Evolution of microstructure in a modified 9Cr-1Mo steel during short term creep. *Materials Science and Engineering A*, 245 :285–292.

- CHANDRAVATHI, K. S., LAHA, K., RAO, K. B. S., and MANNAN, S. L. (2001). Microstructure and tensile properties of modified 9Cr-1Mo steel (Grade 91). *Materials Science and Technology*, 17 :559–565.
- CIPOLLA, L. and GABREL, J. (2005). New creep rupture assessment of Grade 91. In *1st International Conference - Super-High strength steels*. [www.msm.cam.ac.uk/phasetrans/2005/LINK/162.pdf](http://www.msm.cam.ac.uk/phasetrans/2005/LINK/162.pdf).
- COCKS, A. C. F. and ASHBY, M. F. (1982). On creep fracture by void growth. *Progress in Materials Science*, 27 :189–244.
- COHN, M. J., HENRY, J. F., and NASS, D. (2005). Fabrication, construction, and operation problems for Grade 91 fossil power components. *Journal of Pressure Vessel Technology*, 127 :197–203.
- COHN, M. J., PATERSON, S. R., and COLEMAN, K. (2004). Creep rupture properties of Grade 91 weldments. In *Advances in Materials Technology for Fossil Power Plants*, Hilton Head Island, South Carolina. VISWANATHAN, R. and GANDY, D. and COLEMAN, K.
- COLEMAN, K. K. and NEWELL Jr, W. F. (2007). P91 and Beyond - Welding the new-generation Cr-Mo alloys for high-temperature service. *Welding Journal*, pages 29–33.
- COUDREUSE, L. (2006). Fabrication d'une tôle en nuance X10CrMoVNb9-1 (9%Cr) en épaisseur 140 mm. Technical report, INDUSTRIEL.
- COUTURIER, J. (2007). Note de synthèse - Réacteurs de quatrième génération IRSN-2007/91. Technical report, IRSN.
- COZZI, L. (2008). World Energy Outlook and the World Energy Model. In *IEW 2008*, Paris. [www.iea.org/Textbase/work/2008/iew/Tuesday/Cozzi.pdf](http://www.iea.org/Textbase/work/2008/iew/Tuesday/Cozzi.pdf).
- CRAFTS, W. (1939). *Metals Handbook*, chapter Constitution of Iron-Chromium-Carbon Alloys, pages 407A–407B. American Society for Metals.
- DANIELSEN, H. K. and HALD, J. (2004). Z-Phase in 9-12%Cr steels. In *Advances in Materials Technology for Fossil Power Plants*, Hilton Head Island, South Carolina. VISWANATHAN, R. and GANDY, D. and COLEMAN, K.
- DANIELSEN, H. K. and HALD, J. (2007). A thermodynamic model of the Z-phase Cr(V,Nb)N. *Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry*, 31 :505–514.
- DANON, A., SERVANT, C., ALAMO, A., and BRACHET, J.-C. (2003). Heterogeneous austenite grain growth in 9Cr martensitic steels : influence of the heating rate and the austenitization temperature. *Materials Science and Engineering A*, 348(1-2) :122–132.
- DAS, C. R., ALBERT, S. K., BHADURI, A. K., SRINIVASAN, G., and MURTY, B. S. (2008). Effect of prior microstructure on microstructure and mechanical properties of modified 9Cr-1Mo steel weld joints. *Materials Science and Engineering A*, 477 :185.
- DE CARLAN, Y. (2007). Note d'essai - LA2M//NE/2007-25. Technical report, CEA Saclay.
- Di GIANFRANCESCO, A., CIPOLLA, L., CIRILLI, F., et al. (2005). Microstructural stability and creep data assessment of Tenaris Grades 91 and 911. In *Super-High Strength Steels*, Rome. Associazione Italiana di Metallurgia.
- Di GIANFRANCESCO, A., MATERA, S., and TASSA, O. (2001). Properties and microstructure of modified 9%Cr steels. *La revue de métallurgie - CIT*, pages 117–123.

- DIMMLER, G., WEINERT, P., and CERJAK, H. (2004). Analysis of steady state creep behaviour of 9-12% chromium ferritic-martensitic steels. *Materials Science and Technology*, 20 :1525.
- 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*, 51 :341.
- EGGELER, G., TATO, W., JEMMELY, P., and DEMESTRAL, B. (1992). Creep rupture of circular notched p91-specimens : Influence of heat treatment and notch geometry. *Scripta Metallurgica and Materiala*, 27 :1091–1096.
- ENDO, T., MASUYAMA, F., and PARK, K. S. (2003). Change in Vickers Hardness and substructure during creep of a mod. 9Cr-1Mo steel. *Materials Transactions*, 44 :239–246.
- ENNIS, P. J. (2004). Creep strengthening mechanisms in 9-12% Chromium steels. In *Advances in Materials Technology for Fossil Power Plants*, Hilton Head Island, South Carolina. VISWANATHAN, R. and GANDY, D. and COLEMAN, K.
- ENNIS, P. J. and QUADAKKERS, W. J. (2000). 9-12%Cr Chromium steels : application limits and potential for further development. In *Advanced materials for 21st Century turbines and power plant*, Cambridge, UK. STRANG, A. and others.
- FAERBER, J. (2004). *Microscopie électronique à balayage, Microanalyse X par sonde électronique*. Institut de Physique et Chimie des Matériaux de Strasbourg.
- FOUGERES, R. (1975). *Etude de la microplasticité des martensites d'aciers au carbone par des essais de fluage au voisinage de la température ambiante*. PhD thesis, INSA Lyon.
- FOURNIER, B. et al. (2008a). Creep-fatigue-oxidation interactions in a 9Cr-1Mo martensitic steel (Part III). *International Journal of Fatigue*, 30(10-11) :1797–1812.
- FOURNIER, B. et al. (2008b). Creep-fatigue-oxidation interactions in a 9Cr-1Mo martensitic steel (Parts I and II). *International Journal of Fatigue*, 30(4) :649–676.
- FRAJTAG, P., CHARIT, I., and MURTY, K. L. (2007). Structural materials for the next generation nuclear reactors - An overview. In *ICAPP*, Nice. [www.inspi.ufl.edu/icapp07/MONDAY/KN-B/7315Gen](http://www.inspi.ufl.edu/icapp07/MONDAY/KN-B/7315Gen)
- FURTADO, H. C., DE ALMEIDA, L. H., and LE MAY, I. (2003). A TEM study of precipitates in ferritic 9Cr-1Mo steel submitted to creep testing. *Acta Microscopica*, 12. Supplement C, XIX Congress of the Brazilian Society for Microscopy and Microanalysis.
- FURTADO, H. C., DE ALMEIDA, L. H., and LE MAY, I. (2007). Precipitation in 9Cr-1Mo steel after creep deformation. *Materials Characterization*, 58 :72–77.
- GAFFARD, V. (2004). *Etude expérimentale et modélisation du comportement, de l'endommagement et de la rupture en fluage à haute température de joint soudés en acier 9Cr-1Mo-NbV*. PhD thesis, Ecole des Mines de Paris.
- GANDY, D. and COLEMAN, K. (2002). Performance review of P/T91 steels. Technical report, EPRI.
- GAUTIER, J.-C., BRINKMANN, G., COPSEY, B., and LECOMTE, M. (2004). ANTARES : The HTR/VHTR project at Framatome ANP. In *2nd International Topical Meeting on High Temperature Reactor Technology*, Beijing.
- GIELEN, D. (2008). Tracking industrial energy efficiency and CO<sub>2</sub> emissions. In *Workshop on International Comparison of Industrial Energy Efficiency*, Beijing.

- GIF IV (2002). *A Technology Roadmap for Generation IV Nuclear Energy Systems*. gif.inel.gov/roadmap/pdfs/gen\_iv\_roadmap.pdf.
- GODIN, C. (2000). *Guide de prévention soudage-coupage*. www.aspme.org/upload/pdf/soudage.pdf.
- GOLPAYEGANI, A., ANDREN, H.-O., DANIELSEN, H., and HALD, J. (2008). A study on Z-phase nucleation in martensitic chromium steels. *Materials Science and Engineering A*, 489 :310.
- GOLUB, V. P. and TETERUK, R. G. (1993). The basis of HOFF's model of ductile failure. *Strength of materials*, 25(2) :96–103.
- GUPTA, G. and WAS, S. (2008). Improved creep behavior of ferritic-martensitic alloy T91 by subgrain boundary density enhancement. *Metallurgical and materials transactions A*, 39A :150–164.
- GUSTAFSON, A. and HÄTTESTRAND, M. (2002). Coarsening of precipitates in an advanced creep resistant 9% chromium steel - quantitative microscopy and simulations. *Materials Science and Engineering A*, 333 :279–286.
- HAARMANN, K., VAILLANT, J. C., VANDENBERGHE, B., BENDICK, W., and ARBAB, A. (2002). *The T91/P91 Book*. Vallourec & Mannesmann Tubes.
- HALD, J. (2005). Creep resistant 9-12% Cr steels - Long-term testing, microstructure stability and development potentials. In *Super-High Strength Steels*, Rome. Associazione Italiana di Metallurgia, www.msm.cam.ac.uk/phasetrans/2005/LINK/146.pdf.
- HALD, J. (2008). Microstructure and long-term creep properties of 9-12%Cr steels. *Int. J. Press. Vessels and Piping*, 85 :30–37.
- HALD, J. and KORCAKOVA, L. (2003). Precipitate stability in creep resistant ferritic steels - Experimental investigations and modelling. *ISIJ International*, 43(3).
- HAMADA, K., TOKUNO, K., TOMITA, Y., MABUCHI, H., and OKAMOTO, K. (1995). Effects of precipitate shape on high temperature strength of modified 9Cr-1Mo steels. *ISIJ International*, 35(1).
- HANEY, E. M., DALLE, F., SAUZAY, M., VINCENT, L., TOURNIE, I., ALLAIS, L., and FOURNIER, B. (In press). Macroscopic results of long-term creep on a modified 9Cr-1Mo steel (T91). *ISIJ International*.
- HARRELSON, K. J., ROU, S. H., and WILCOX, R. C. (1986). Impurity element effects on the toughness of 9Cr-1Mo steel. *J. Nucl. Mat.*, 141-143 :508–512.
- HAYHURST, D. R., DIMMER, P. R., and MORRISON, C. J. (1984). Development of continuum damage in the creep rupture of notched bars. *Phil. Trans. R. Soc. Lond.*, A 311 :103–129.
- HAYHURST, D. R., LECKIE, F. A., and MORRISON, C. J. (1978). Creep rupture of notched bars. *Proc. R. Soc. Lond.*, A 360 :243–264.
- HAYNER, G. O., BRATTON, R. L., MIZIA, R. E., and WINDES, W. E. (2006). *Next Generation Nuclear Plant Materials Research and Development Program Plan (INL/EXT-06-11701)*. Idaho National Laboratory.
- HAYNER, G. O. et al. (2005). *Next Generation Nuclear Plant Materials Research and Development Program Plan (INL/EXT-05-00758 Rev. 2)*. Idaho National Laboratory.
- HOLDSWORTH, S. R. (2005). Reference compilation of parent material stress rupture properties for conformity assessment of welding consumables. In *European Creep Collaborative Committee (ECCC)*. www.ommi.co.uk/PDF/Articles/80.pdf.



- HOMOLOVA, V., JANOVEC, J., ZAHUMENSKY, P., and VYROSTKOVA, A. (2003). Influence of thermal-deformation history on evolution of secondary phases in P91 steel. *Materials Science and Engineering A*, 349 :306–312.
- HÄTTESTRAND, M., SCHWIND, M., and ANDREN, H.-O. (1998). Microanalysis of two creep resistant 9-12% chromium steels. *Materials Science and Engineering A*, 250 :27–36.
- IGARASHI, M., MUNEKI, S., HASEGAWA, H., YAMADA, K., and ABE, F. (2001). Creep deformation and the corresponding microstructural evolution in high-Cr ferritic steels. *ISIJ International*, 41 :S101–S105.
- IGARASHI, M., MUNEKI, S., KUTSUMI, H., ITAGAKI, T., FUJITSUNA, N., and ABE, F. (2000). A new concept for strengthening of advanced ferritic steels for USC power plant. In *Advanced materials for 21st Century turbines and power plant*, Cambridge, UK.
- IGARASHI, M., SENBA, H., and MIYATA, K. (1997). High chromium ferritic heat-resistant steel - United States patent. Technical report, Sumitomo Metal Industries, <http://www.freepatentsonline.com/5591391.html>.
- INSTITUT DE SOUDURE (2007). *Les défauts en constructions soudées - Formation END - Partie 1 : Métallurgie et Défectologie*. Institut de Soudure Services - Formation Professionnelle.
- JANDOVA, D., KASL, J., and KANTA, V. (2006). Creep resistance and microstructure of steel P91 weld joints. In *Metal 2006*, Hradec nad Moravici.
- JONES, W. B. and ROHDE, R. W. An evaluation of back stress determination techniques in metals. *Sandia National Laboratories*, L10/7 :395–402.
- KAH, M. (2008). Key questions on energy & environmental challenges. In *The International Energy Workshop*, Paris.
- KANEKO, K., MATSUMURA, S., SADAKATA, A., FUJITA, K., MOON, W.-J., OZAKI, S., NISHIMURA, N., and TOMOKIYO, Y. (2004). Characterization of carbides at different boundaries of 9Cr-steel. *Materials Science and Engineering A*, 374 :82–89.
- KHELFAOUI, F. (2000). *Effet des traitements thermomécaniques sur les transformations displacives de l'alliage Ti-Ni*. PhD thesis, INSA Lyon.
- KIMURA, K. (2005). Assessment of long-term creep strength and review of allowable stress of high Cr ferritic creep resistant steels. In *PVP 2005*, Denver.
- KIMURA, K. et al. (2000). Heterogeneous changes in microstructure and degradation behavior of 9Cr-1Mo-V-Nb steel during long term creep. *Key Engineering Materials*, 171-174 :483–490.
- KIMURA, K. et al. (2008). *NIMS Creep Data sheet, Creep deformation properties of 9Cr-1Mo-V-Nb steel plates for boilers and pressure vessels*. NIMS.
- KLUEH, R. L. (2004). Elevated-temperature ferritic and martensitic steels and their application to future nuclear reactors - ORNL/TM-2004/176. Technical report, Oak Ridge National Laboratory.
- KLUEH, R. L. (2008). Reduced-activation steels : future development for improved creep strength. *J. Nucl. Mat.*, 378 :159–166.
- KLUEH, R. L. and HARRIES, D. R. (2001). *High-Chromium Ferritic and Martensitic Steels for Nuclear Applications*, chapter 2, pages 5–27. ASTM, Monograph 3, [www.astm.org/BOOKSTORE/PREVIEWM3/](http://www.astm.org/BOOKSTORE/PREVIEWM3/).

- KOSTKA, A., TAK, K.-G., and EGgeler, G. (2008). On the effect of equal-channel angular pressing on creep of tempered martensite ferritic steels. *Materials Science and Engineering A*, 481-482 :723–726.
- KOZESCHNIK, E., SVOBODA, J., FRATZL, P., and FISCHER, F. D. (2004). Modelling of kinetics in multi-component multi-phase systems with spherical precipitates : II : Numerical solution and application. *Materials Science and Engineering A*, 385(1-2) :157–165.
- KUMAR, A., CHOUDHARY, B. K., LAHA, K., and JAYAKUMAR, T. (2003). Characterisation of microstructure in 9% chromium ferritic steels using ultrasonic measurements. *Trans. Indian Inst. Met.*, 56(5) :483–497.
- LACOSTE, A.-C. (2005). Arrêté du 12 Décembre 2005 relatif aux équipements sous pression nucléaires. Technical report, Ministère de l'Economie, des Finances et de l'Industrie.
- 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. *Int. J. Press. Vessels and Piping*, 62 :303–311.
- LEDERMANN, P. (2006). Nuclear hydrogen production current activities by CEA. In *Hydrogen Economy*, Brussels.
- LEE, J. S., ARMAKI, H. G., MARUYAMA, K., MURAKI, T., and ASAHI, H. (2006). Causes of breakdown of creep strength in 9Cr-1.8W-0.5Mo-VNb steel. *Materials Science and Engineering A*, 428 :270–275.
- LIU, X. Y. and FUJITA, T. (1989). Effect of chromium content on creep rupture properties of a high chromium ferritic heat resisting steel. *ISIJ International*, 29(8) :680–686.
- MAILE, K. Evaluation of microstructural parameters in 9-12%Cr steels. *Int. J. Press. Vessels and Piping*, 84 :62.
- MANNAN, S. L., CHETAL, S. C., RAJ, B., and BHOJE, S. B. (2003). Selection of materials for prototype fast breeder reactor. *Transactions of the Indian Institute of Metals*.
- MARLAY, R. (2008). Roadmaps from the U.S. climate change technology program strategic plan. In *IEA Workshop on Energy Technology Roadmaps*, Paris.
- MARUYAMA, K., SAWADA, K., and KOIKE, J. (2001). Strengthening mechanisms of creep resistant tempered martensitic steel. *ISIJ International*, 41 :641–653.
- MASUYAMA, F. (2001). History of power plants and progress in heat resistant steels. *ISIJ International*, 41(6) :612–625.
- MASUYAMA, F. (2007). Creep rupture life and design factors for high-strength ferritic steels. *Int. J. Press. Vessels and Piping*, 84 :53–61.
- MEGUSAR, J., LAVERNIA, E., DOMALAVAGE, P., HARLING, O. K., and GRANT, N. J. (1984). Structures and properties of rapidly solidified 9Cr-1Mo steel. *J. Nucl. Mat.*, 122-123 :789–793.
- MEYRICK, G. (2001). Physical metallurgy of steel. *Class notes and lecture material, MSE 651.01*. [www.tech.plym.ac.uk/sme/interactive\\_resources/tutorials/FailureAnalysis/Undercarriage\\_Leg/Steel\\_Metallurgy\\_Ohio-State.pdf](http://www.tech.plym.ac.uk/sme/interactive_resources/tutorials/FailureAnalysis/Undercarriage_Leg/Steel_Metallurgy_Ohio-State.pdf).
- MIKULOVA, L. (2005). *Bruchmechanische Untersuchungen an Werkstoffen für Dampfkraftwerke mit Frischdampftemperaturen von 500 bis 650°C*. Forschungszentrum Jülich GmbH.

- MITCHELL, D. R. G. and SULAIMAN, S. (2006). Advanced tem specimen preparation methods for replication of p91 steel. *Materials Characterization*, 56 :49–58.
- MIYATA, K., SAWARAGI, Y., OKADA, H., MASUYAMA, F., YOKOYAMA, T., and KOMAI, N. (2000). Microstructural evolution of a 12Cr-2W-Cu-V-Nb steel during three-year service exposure. *ISIJ International*, 40(11) :1156–1163.
- MORITO, S., TANAKA, H., KONISHI, R., FURUHARA, T., and MAKI, T. (2003). The morphology and crystallography of lath martensite in Fe-C alloys. *Acta Materialia*, 51 :1789–1799.
- MURASE, S., SHIRAIISHI, T., KAMEMURA, Y., MIMINO, T., and KANERO, T. (1981). The properties of modified 9%Cr-1%Mo steel, Tempaloy F-9. In *Ferritic Steels for High-Temperature Applications*, Warren, Pennsylvania. ASM International Conference, KHARE, A K.
- MYTHILI, R., PAUL, V. T., SAROJA, S., VIJAYALAKSHMI, M., and RAGHUNATHAN, V. S. (2003). Microstructural modification due to reheating in multipass manual metal welds of 9Cr-1Mo steel. *J. Nucl. Mat.*, 312 :199–206.
- NAKAJIMA, T., SPIGARELLI, S., EVANGELISTA, E., and ENDO, T. (2003). Strain enhanced growth of precipitates during creep of T91. *Materials Transactions*, 44(9) :1802–1808.
- NAKASHIMA, H., TERADA, D., YOSHIDA, F., HAYAKAWA, H., and ABE, H. (2001). EBSP analysis of modified 9Cr-1Mo martensitic steel. *ISIJ International*, 41 :S97–S100.
- NATESAN, K., MAJUMDAR, S., SHANKAR, P. S., and SHAH, V. N. (2006). Preliminary materials selection issues for the next generation nuclear plant reactor pressure vessel - ANL/EXT-06/45. Technical report, Argonne National Laboratory.
- NATESAN, K., PUROHIT, A., and TAM, S. W. (2003a). Materials behavior in HTGR environments - ANL-02/37. Technical report, Argonne National Laboratory.
- NATESAN, K., PUROHIT, A., and TAM, S. W. (2003b). Materials behavior in HTGR environments (ANL-02/37). Technical report, Argonne National Laboratory.
- OLSON, G. B. (2006). Computational materials scieneering. In *2006 Edward DeMille Campbell Memorial Lecture, MS&T'06*, Cincinnati, Ohio.
- ONORO, J. (2006). Martensite microstructure of 9-12%Cr steels weld metals. *Journal of Materials Processing Technology*, 180 :137–142.
- ORLOVA, A., BURSIK, J., KUCHAROVA, K., and SKLENICKA, V. (1998). Microstructural development during high temperature creep of 9% Cr steel. *Materials Science and Engineering A*, 245 :39–48.
- PARK, K. S., MASUYAMA, F., and ENDO, T. (2001). Creep modeling for life evaluation of heat-resistant steel with a martensitic structure. *ISIJ International*, 41 :S86–S90.
- PAUL, V. T., SAROJA, S., and VIJAYALAKSHMI, M. (2008). Microstructural stability of modified 9Cr-1Mo steel during long term exposures at elevated temperatures. *J. Nucl. Mat.*, 378 :273–281.
- PIERON, D. (2006). Fabrication d'un joint soudé fil/flux. Technical report, AREVA.
- POLCIK, P., SAILER, T., BLUM, W., STRAUB, S., BURSIK, J., and ORLOVA, A. (1999). On the microstructural development of the tempered martensitic Cr-steel P91 during long-term creep - a comparison of data. *Materials Science and Engineering A*, 260 :252–259.

- RAJ, B., CHOUDHARY, B. K., and SINGH RAMAN, R. K. (2004). Mechanical properties and non-destructive evaluation of chromium-molybdenum ferritic steels for steam generator application. *Int. J. Press. Vessels and Piping*, 81(6) :521–534.
- RAJU, S., JEYA GANESH, B., BANERJEE, A., and MOHANDAS, E. (2007). Characterisation of thermal stability and phase transformation energetics in tempered 9Cr-1Mo steel using drop and differential scanning calorimetry. *Materials Science and Engineering A*, 465 :29–37.
- RAOUL, S. (1999). *Rupture intergranulaire fragile d'un acier faiblement allié induite par la ségrégation d'impuretés aux joints de grains : Influence de la microstructure*. PhD thesis, Université Paris-Sud XI.
- ROSENTHAL, D. (1935). Etude théorique du régime thermique pendant la soudure à l'arc. In *Ile congrès national des sciences*, Bruxelles.
- RYKALINE, N. N. (1961). Calcul des processus thermiques de soudage. *Soudage et Techniques connexes*.
- RYU, S. H., KIM, M. S., LEE, Y. S., KIM, J. T., YU, J., and LEE, B. J. (2004). The effects of carbon and austenite stabilizing elements (Co, Cu, Ni and Mn) on the microstructural changes and the creep rupture strength in 9-12% Cr ferritic heat resistant steels. In *Advances in Materials Technology for Fossil Power Plants*, Hilton Head Island, South Carolina. VISWANATHAN, R. and GANDY, D. and COLEMAN, K.
- SANCHEZ-HANTON, J. J. and THOMSON, R. C. Characterization of isothermally aged Grade 91 steel by Electron Backscatter Diffraction. *Materials Science and Engineering A*, 460.
- SANDERSON, S. J. (1981). Mechanical properties and metallurgy of 9%Cr-1%Mo steel. In *Ferritic Steels for High-Temperature Applications*, Warren, Pennsylvania. ASM International Conference, KHARE, A K.
- SANTELLA, M. L., SWINDEMAN, R. W., REED, R. W., and TANZOSH, J. M. (2001). Martensite formation in 9Cr-1Mo steel weld metal and its effect on creep behavior. <http://www.ornl.gov>.
- SAWADA, K., SUZUKI, K., KUSHIMA, H., TABUCHI, M., and KIMURA, K. (2008). Effect of tempering temperature on Z-phase formation and creep strength in 9Cr-1Mo-V-Nb-N steel. *Materials Science and Engineering A*, 480 :558–563.
- SAWADA, K., TANEIKE, M., KIMURA, K., and ABE, F. (2003). In situ observation of recovery of lath structure in 9% chromium creep resistant steel. *Materials Science and Technology*, 19 :739–742.
- SELIGER, P. and GAMPE, U. (2002). Life assessment of creep exposed components, new challenges for condition monitoring of 9Cr steels. OMMI.
- SERAN, J.-L., BILLOT, P., De DINECHIN, G., FOREST, L., CABRILLAT, M.-T., ANCELET, O., GAUDE-FUGAROLAS, D., De CARLAN, Y., PIERRON, D., and RIOU, B. (2006a). Development of 9-12Cr martensitic steels for future nuclear systems : weldability studies, mechanical characterizations and specification improvements (proceeding). In *3rd International Topical Meeting on High Temperature Reactor Technology - HTR-2006*.
- SERAN, J.-L., BILLOT, P., De DINECHIN, G., FOREST, L., CABRILLAT, M.-T., ANCELET, O., GAUDE-FUGAROLAS, D., De CARLAN, Y., PIERRON, D., and RIOU, B. (2006b). Development of 9Cr martensitic steels for future nuclear systems (presentation). In *3rd International Topical Meeting on High Temperature Reactor Technology - HTR-2006*.

- SHABER, E., BACCAGLINI, G., BALL, S., BURCHELL, T., CORWIN, B., FEWELL, T., LABAR, M., MACDONALD, P., RITTENHOUSE, P., VOLLAM, R., and SOUTHWORTH, F. (2003). VHTR, Survey of materials research and development needs to support early deployment - INEE/EXT-03-00141. Technical report.
- SHEN, Y. Z., KIM, S. H., HAN, C. H., CHO, H. D., RYU, W. S., and LEE, C. B. (2008). Vanadium nitride precipitate phase in a 9% chromium steel for nuclear power plant applications. *J. Nucl. Mat.*, 374 :403.
- SHIBLI, A. and STARR, F. (2007). Some aspects of plant and research experience in the use of new high strength martensitic steel P91. *Int. J. Press. Vessels and Piping*, 84 :114.
- SHIBLI, I. A. and ROBERTSON, D. G. (2005). Review of the use of new high strength steels in conventional and HRSG boilers : R&D and plant experience (ETD Report : 1045-GSP-40). Technical report, ETD.
- SHIUE, R. K., LAN, K. C., and CHEN, C. (2000). Toughness and austenite stability of modified 9Cr-1Mo welds after tempering. *Material Science and Engineering*, A287 :10–16.
- SIKKA, V.-K., WARD, C.-T., and THOMAS, K.-C. (1981). Modified 9Cr-1Mo steel - an improved alloy for steam generator application. In *Ferritic Steels for High-Temperature Applications*, Warren, Pennsylvania. ASM International Conference, KHARE, A-K.
- 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*, 10(3) :320–330.
- SKLENICKA, V., KUCHAROVA, K., DLOUHY, A., and KREJCI, J. (1994). Creep behaviour and microstructure of 9%Cr steel. In *Materials for Advanced Power Engineering*. Kluwer Academic, Dodrecht, COUTSOURADIS, D. and DAVIDSON, J-H and EWALD, J. and GREENFIELD, P. and KHAN, T. and MALIK, M. and MEADOWCROFT, D-B and REGIS, V. and SCARLIN, R-B and SCHUBERT, F. and THORNTON, D-V.
- SONG, S.-H., WU, J., WENG, L.-Q., and YUAN, Z.-X. (2008). Fractography changes caused by phosphorus grain boundary segregation for a low alloy structural steel. *Materials Science and Engineering A*, 497 :524–527.
- SPIGARELLI, S., CERRI, E., BIANCHI, P., and EVANGELISTA, E. (1999). Interpretation of creep behaviour of 9Cr-Mo-Nb-V-N (T91) steel using threshold stress concept. *Materials Science and Technology*, 15.
- STRANG, A., CAWLEY, J., and GREENWOOD, G. W. (1998). Microstructural stability of creep resistant alloys for high temperature plant applications. In *The Institute of Materials*, volume 185-196, London.
- SVOBODA, J., FISCHER, F. D., FRATZL, P., and KOZESCHNIK, E. (2004). Modelling of kinetics in multi-component multi-phase systems with spherical precipitates : I : Theory. *Materials Science and Engineering A*, 385(1-2) :166–174.
- SYMOP. *Les matériels de soudage et de coupage thermiques les plus courants*. [http://www.symop.com/lib/files/Guide\\_soudage/chapitre\\_1.pdf](http://www.symop.com/lib/files/Guide_soudage/chapitre_1.pdf).
- T-PUT. Welding filler metals for power plant engineering. Technical report, Phoenix Union Thermanit, <http://www.t-put.com/english/files/>.
- TAMURA, M., HARUGUCHI, Y., YAMASHITA, M., NAGAOKA, Y., OHINATA, K., OHNISHI, K., ITOH, E., ITO, H., SHINOZUKA, K., and ESAKA, H. (2006). Tempering behavior of 9%Cr-1%Mo-0.2%V steel. *ISIJ International*, 346(11) :1693–1702.

- TOTEMEIER, T. C., TIAN, H., and SIMPSON, J. A. (2006). Effect of normalisation temperature on the creep strength of modified 9Cr-1Mo. *Metallurgical and materials transactions*, 37A :1519–1525.
- ULE, B. and NAGODE, A. (2007). A model based creep equation for 9Cr-1Mo-0.2V (P91 type) steel. *Materials Science and Technology*, 23(11) :1367–1374.
- VERFONDERN, K. (2007). *Nuclear Energy for Hydrogen Production*. Forschungszentrum Jülich GmbH.
- VIVIER, F., PANAIT, C., GOURGUES-LORENZON, A.-F., and BESSON, J. (2008). Microstructure evolution in base metal and welded joint of Grade 91 martensitic steels after creep at 500-600°C. In *ECF 17*, Brno.
- Von HAGEN, I. and BENDICK, W. Creep resistant ferritic steels for power plants. Technical report, Mannesmann Forschungsinstitut GmbH.
- VON LENZA, W. (2007). High-temperature reactors - Technological developments & potential market. In *ICAPP 2007*, Nice.
- WAGNER, D., MORENO, J. C., and PRIOUL, C. (2000). Vieillessement dynamique dans les joints soudés d'aciers au C-Mn. influence de quelques paramètres métallurgiques sur le comportement en traction. *La Revue de Métallurgie*, pages 1481–1500.
- WATANABE, T., TABUCHI, M., YAMAZAKI, M., HONGO, H., and TANABE, T. (2006). Creep damage evaluation of 9Cr-1Mo-V-Nb steel welded joints showing type IV fracture. *Int. J. Press. Vessels and Piping*, 83 :63–71.
- WEY, M. Y., SAKUMA, T., and NISHIZAWA, T. (1981). Growth of alloy carbide particles in austenite. *Trans Japan Inst Met*, 22 :733–742.
- WINDES, W. (2007). VHTR Program. In *Workshop for Universities - GEN IV Nuclear Energy Systems*.
- YAGI, K. (2006). *Materials Science Outlook*, chapter 08 Metals, Section 1. Steel - Reliability of steel materials, pages 139–141. NIMS, Japan, 2005 edition.
- YAGI, K. (2008). Acquisition of long-term creep data and knowledge for new applications. *Int. J. Press. Vessels and Piping*, 85 :22–29.
- YAMADA, K., IGARASHI, M., MUNEKI, S., and ABE, F. (2001). Creep properties affected by morphology of MX in high-Cr ferritic steels. *ISIJ International*, 41 :S116–S120.
- YOSHIZAWA, M., IGARASHI, M., MORIGUCHI, K., and ISEDA, A. (In press). 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*.
- ZEMAN, A., DEBARBERIS, L., KOCIK, J., SLUGEN, V., and KEILOVA, E. (2007). Microstructural analysis of candidate steels pre-selected for new advanced reactor systems. *J. Nucl. Mat.*, 362 :259–267.



Quatrième partie

Annexes





---

## Annexe -A-

# Annexe A : Métal de Base Non Détenionné

---

**C**ette annexe concerne le Métal de Base Non Détenionné. Elle présente notamment le coupon MBND à l'état de réception avec les zones d'extraction des éprouvettes Gleeble. Ces éprouvettes ont été extraites dans le but de simuler une certaine microstructure de ZAT dans le cas d'une rupture de type IV lors d'une sollicitation de type fluage à 500°C. Elles n'ont pas été utilisées puisque la rupture du Joint Soudé intervient dans le métal fondu.

Cette annexe décrit également quelques outils d'observations, notamment la méthode de détermination d'une taille de grains  $\gamma$  à partir d'un cliché SEM. Elle apporte également des exemples d'observations d'une même zone avec différents modes d'observation au SEM. Enfin, une description de l'analyse EBSD est présentée ce qui permet de comprendre comment est défini un grain dans le logiciel OIM.

### Sommaire

---

<b>A.1</b>	<b>Génération des éprouvettes Gleeble . . . . .</b>	<b>260</b>
<b>A.2</b>	<b>Détermination de la taille de grains austénitiques . . . . .</b>	<b>260</b>
<b>A.3</b>	<b>Différents outils d'observations de la microstructure . . . . .</b>	<b>262</b>
<b>A.4</b>	<b>Analyses EBSD . . . . .</b>	<b>264</b>

---

## A.1 Génération des éprouvettes Gleeble

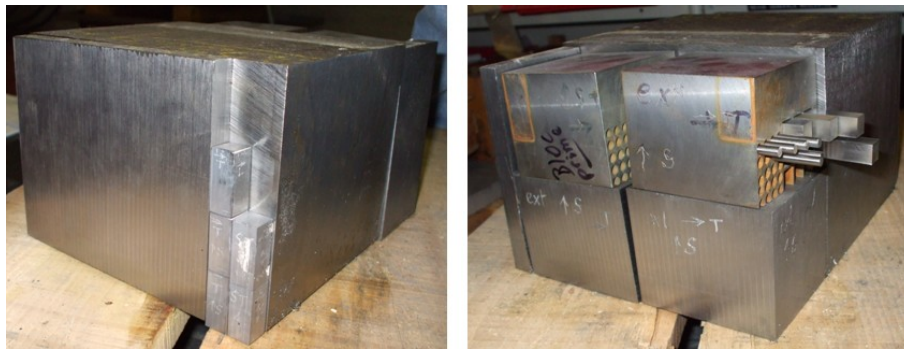
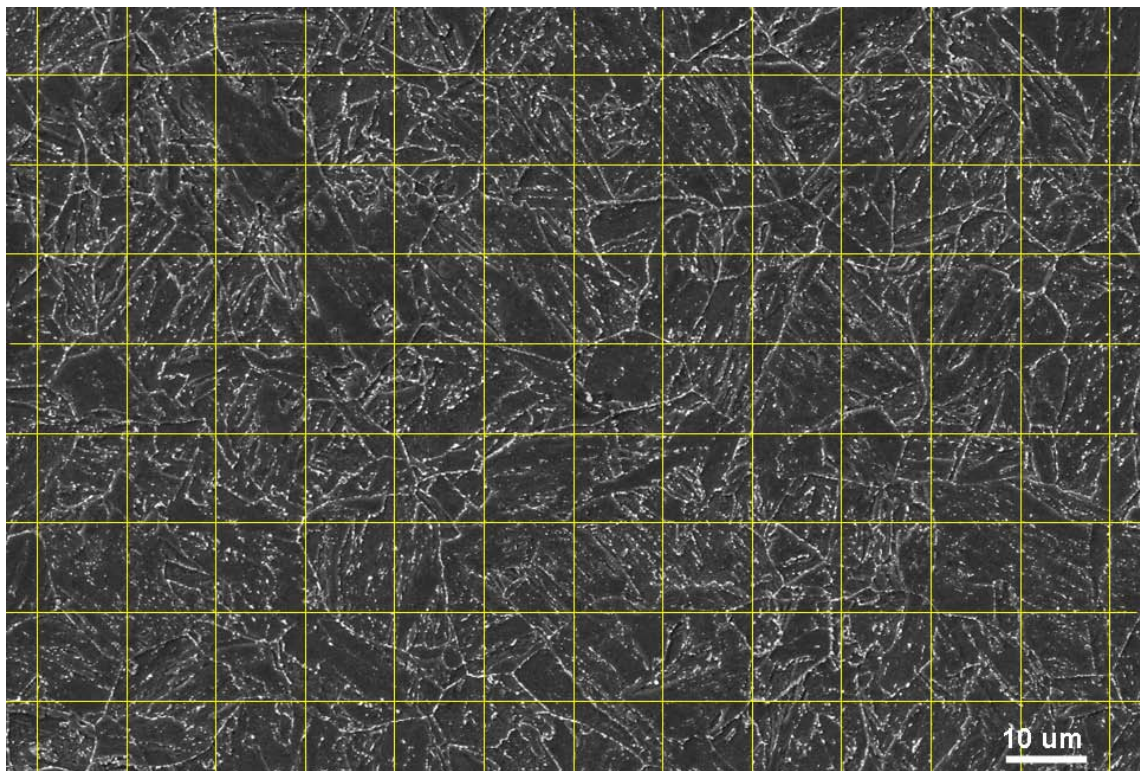


Fig. A.1 – Clichés du matériau MBND et ses découpes

La figure A.1 montre le matériau MBND à l'état de réception avec la zone de découpe (à gauche) des barreaux pour les analyses microstructurales et les blocs pour les découpes d'éprouvettes Gleeble (à droite). Différentes géométries ont été réalisées : des sections carrées de côté 11mm et des sections circulaires de diamètre 5mm. Ces découpes ont été réalisées afin de simuler au moyen d'une machine Gleeble une microstructure particulière de la zone affectée thermiquement (ZAT), dans le cas où les éprouvettes de fluage de joint soudé cassent dans la ZAT. Néanmoins, les essais de fluage sur joint soudé ont montré une rupture dans le métal fondu après un temps d'exposition inférieur à 3000h à 500°C, donc aucune simulation de microstructure de ZAT n'a été nécessaire dans le cadre de cette étude.

## A.2 Détermination de la taille de grains austénitiques

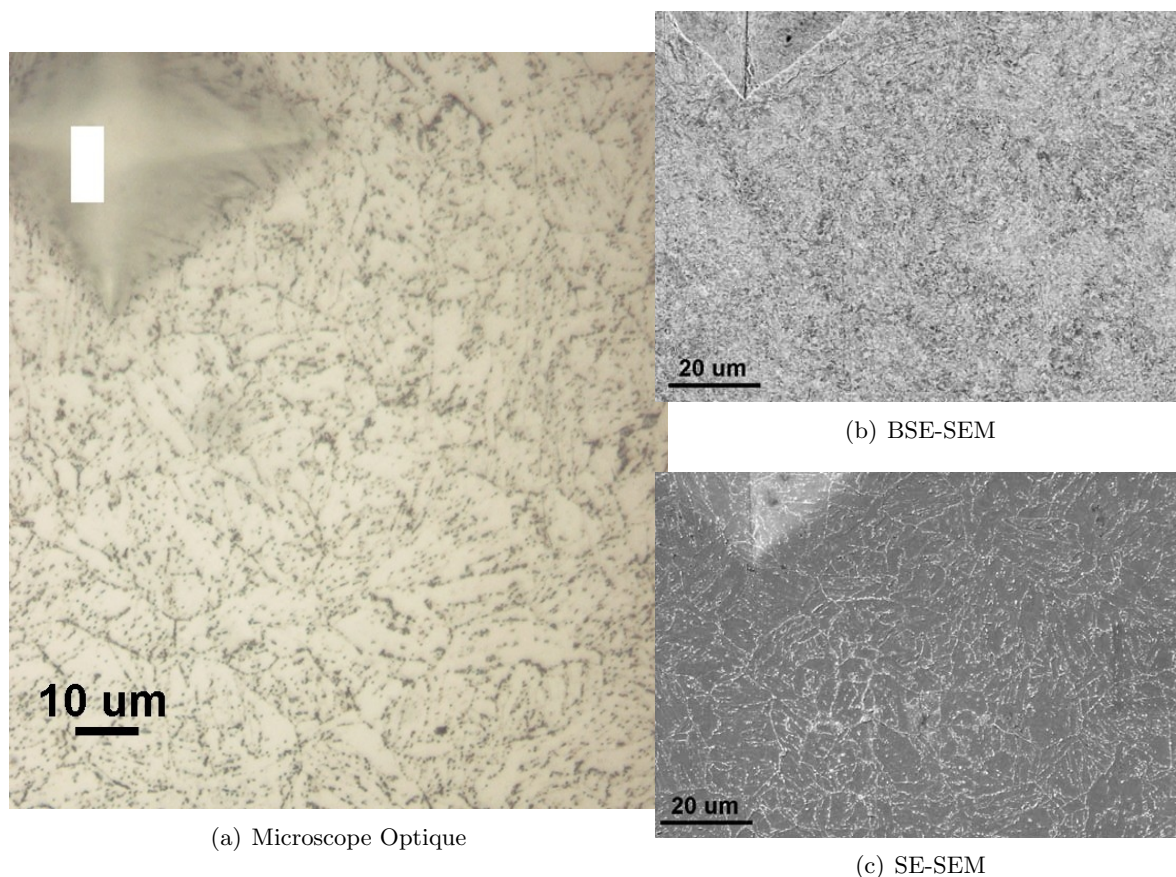
La méthode utilisée est dite celle des intercepts par lignes horizontales. Un quadrillage est tracé sur un cliché de la microstructure observée au MEB. Le pas du quadrillage est de 2cm. On détermine l'intersection entre les lignes horizontales de la grille et d'un joint de grains. Il est difficile de différencier sur ce type de clichés un joint de grain  $\gamma$  d'un joint de paquet. Ces deux types de joints sont de fortes désorientations, donc les analyses EBSD ne font pas non plus la distinction. Toutefois, la géométrie des grains et des paquets, l'orientation des joints de blocs, la densité de précipités dans les joints de grains permettent de s'en sortir. Le grandissement du microscope doit être suffisamment grand pour distinguer les joints de sous-structures et suffisamment petit pour distinguer un certain nombre de grains. La taille moyenne des ex-grains  $\gamma$  est ensuite déterminée par la moyenne des longueurs entre deux intercepts, identifiant un bout de grain. Pour le métal de base non détensionné, une moyenne de 24  $\mu\text{m}$  a été déterminée à partir de 104 longueurs.



**Fig. A.2** – Méthode des intercepts par lignes horizontales

### A.3 Différents outils d'observations de la microstructure

La figure A.3 présente des observations de la même zone du métal MBND à l'aide de différentes techniques. Le microscope optique permet de repérer les joints de moyennes et fortes désorientations. Le SE-SEM permet d'avoir accès à la structure en blocs et paquets du Grade 91. Les deux classes de précipités se distinguent sans pour autant avoir la possibilité d'analyser les plus petits par EDX. Le BSE-SEM peut permettre d'observer les sous-grains par contraste cristallin, mais il faut augmenter le grandissement. Ce contraste provient d'un effet de canalisation des électrons qui dépend de l'orientation cristalline locale.



**Fig. A.3** – Microstructure de la même zone de métal de base MBND observée avec différentes techniques

La figure A.4 présente la microstructure fine du MBND observée au microscope électronique à balayage à la fois aux électrons secondaires et aux électrons rétrodiffusés de la même zone. Ces clichés mettent en évidence la petite dimension des sous-grains à l'intérieur des lattes de martensite revenue, et la précipitation aux niveaux des joints et sous-joints.

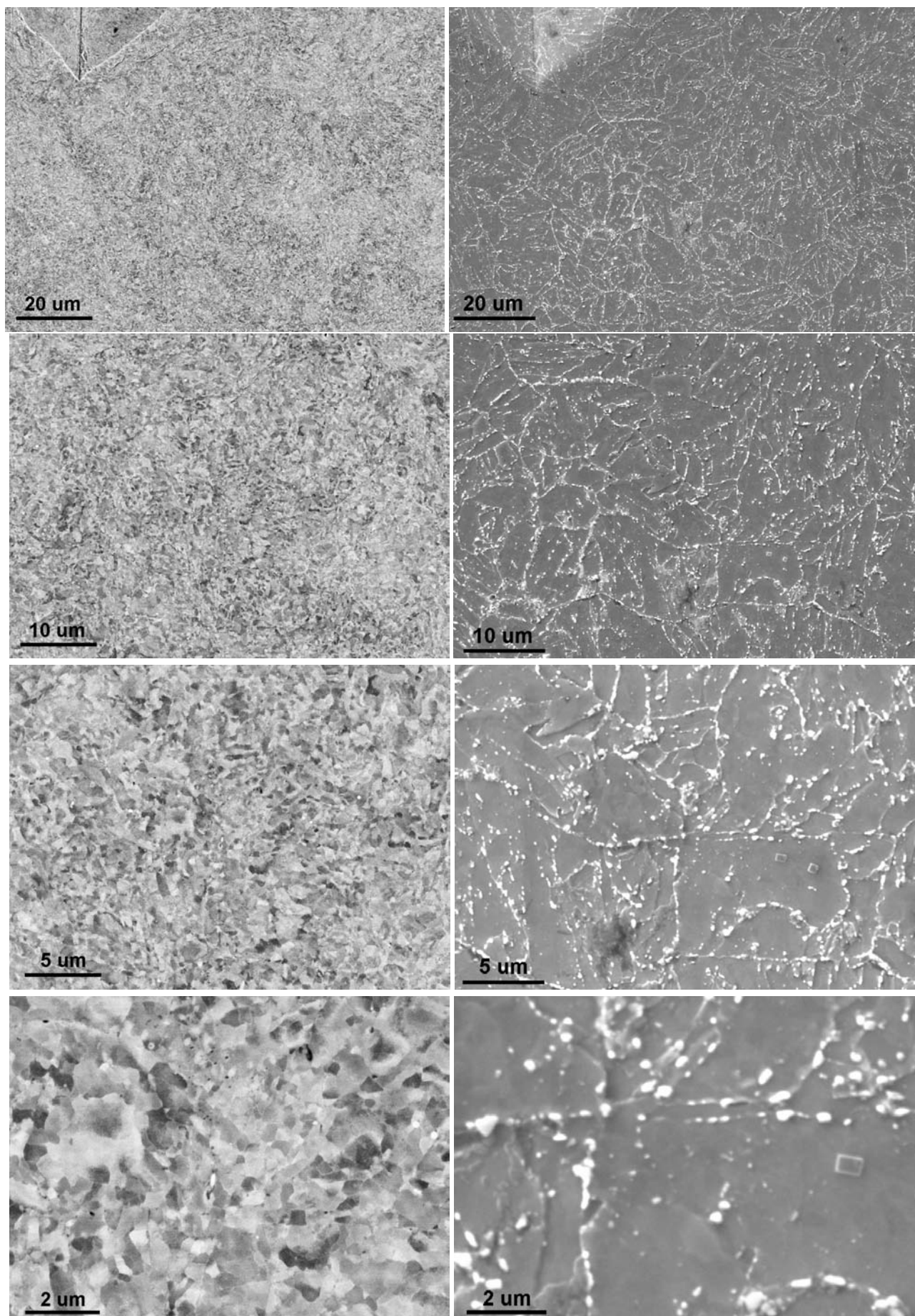


Fig. A.4 – Microstructure du MBND observée au BSE-SEM (gauche) et SE-SEM (droite)

## A.4 Analyses EBSD

Les observations EBSD faites au SEM-FEG utilisent la diffraction des électrons rétro-diffusés pour renseigner sur les orientations cristallographiques de la surface observée. Cette surface est polie jusqu'à l'emploi d'une pâte diamantée de granulométrie  $1\ \mu\text{m}$  et est finalisée par polissage à la silice colloïdale. Cette silice permet de déboucher les cavités si elles existent et de révéler la microstructure par contraste chimique sans attaquer la surface observée. En pratique, l'outil EBSD est constitué d'une caméra et d'un écran phosphore qui recueille les électrons diffractés qui satisfont la relation de Bragg. Sur l'écran, ces électrons dessinent des pseudo-lignes de Kikuchi ce qui permet après indexation de reconstruire l'orientation du cristal qui les a fait diffracter.

Le Centre des Matériaux est équipé d'un SEM-FEG muni d'un outil EBSD comprenant une caméra rapide, un système informatique d'acquisition des clichés de diffraction, d'un système d'indexation des clichés et d'un système de reconstruction géométrique de la surface observée avec l'information de sa cristallographie. On rappelle que la tension accélératrice du SEM-FEG est de 20 kV, la distance de travail est de 19 mm, le courant de sonde est de 0.1 nA, l'angle de tilt du porte-échantillon par rapport à la direction du faisceau incident est de  $70^\circ$ , le diaphragme doit être le plus ouvert possible. Sauf mention contraire, le pas d'analyse des clichés finaux reconstruits est de  $0.250\ \mu\text{m}$ .

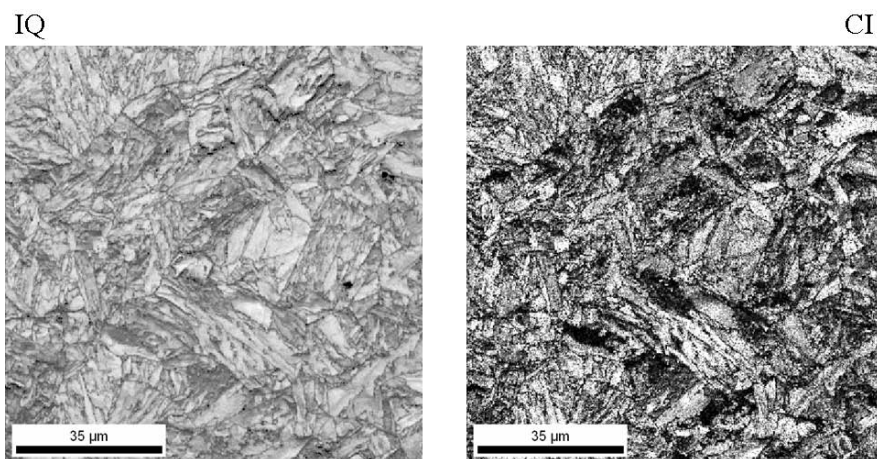
Une fois le ou les cliché(s) de diffraction acquis, il faut amplifier le signal et le traiter car le rapport signal sur bruit (ou fond continu) est initialement très faible (d'où le besoin d'une caméra rapide). Une acquisition à un grandissement plus faible est réalisée. Ce signal est ensuite soustrait à chaque cliché de diffraction acquis. Puis, cette image est analysée par un système de détection des bandes de Kikuchi. L'opérateur peut choisir la meilleure des propositions que fournit le logiciel. Une fois les bandes détectées, le système mesure les angles entre chaque bande et les compare avec les valeurs d'une bibliothèque préalablement sélectionnée parmi les structures cristallines existantes. Une fois que les bandes de Kikuchi ont été identifiées à leur plans cristallins, le système calcule l'orientation du cristal qui a donné naissance à ces bandes. C'est la phase d'indexation. Au final, on dispose d'un fichier qui contient la position spatiale des points d'analyse ainsi que l'orientation cristalline définie au moyen d'angles de Euler, l'évaluation de la qualité du cliché (indice IQ de qualité d'image liée à la facilité qu'à le logiciel de détecter les bandes de Kikuchi) et l'évaluation de la confiance que l'on peut accorder à l'analyse (indice CI). Les angles d'Euler permettent de passer du repère de l'échantillon au repère du cristal par trois rotations.

L'EBSO est sensible à l'état de surface et à la peau du matériau analysé. Toute distorsion du réseau cristallin (produit par une rayure de polissage, par un défaut sous la surface,...) affecte la qualité du cliché de diffraction donc l'indice IQ. Cet indice peut alors donner une description qualitative de la distribution du champ de déformation dans la microstructure analysée. L'indice IQ est également sensible à la focalisation du faisceau sur la surface analysée. Les zones sombres d'un cliché IQ traduisent une moins bonne qualité d'indexation. Les joints de fortes désorientations apparaissent alors en noir puisque le cliché de diffraction est un mixte de deux clichés associés aux orientations de part et d'autre du joint. Le logiciel ne peut donc statuer sur une orientation particulière, ce qui est un bénéfice pour l'observation. Un cliché d'indices IQ est un calque de la microstructure observée au SEM-FEG en électrons rétrodiffusés. La figure A.6 présente un cliché IQ et un cliché CI. Plus le gris est clair, meilleure est l'indexation.

La figure de pôle inverse ou cliché IPF donne la cartographie des orientations de la



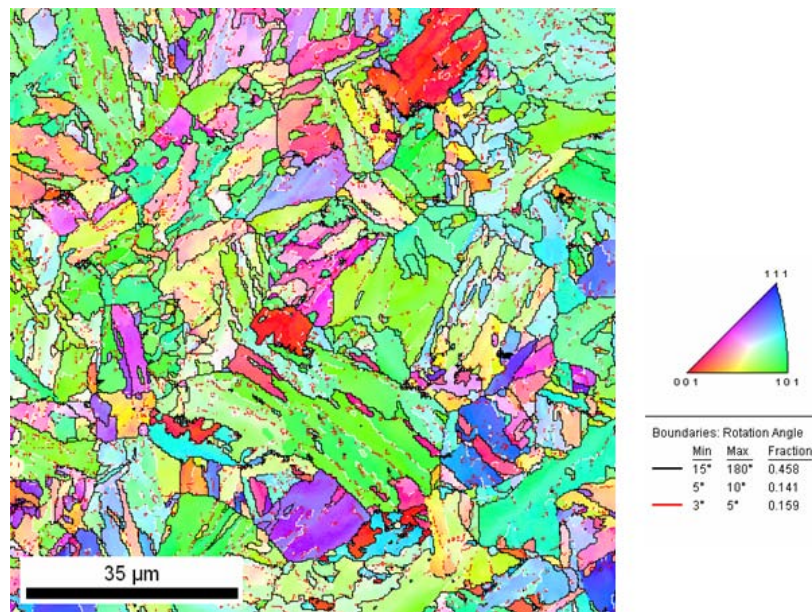
**Fig. A.5** – Exemple d'un cliché de diffraction avec ses pseudos-bandes de Kikuchi (Source : <http://www.edax.com/products/tsl.cfm>)



**Fig. A.6** – Exemple d'un cliché d'indices de la qualité (IQ) et d'indices de confiance (CI) des clichés de diffraction du matériau MBD

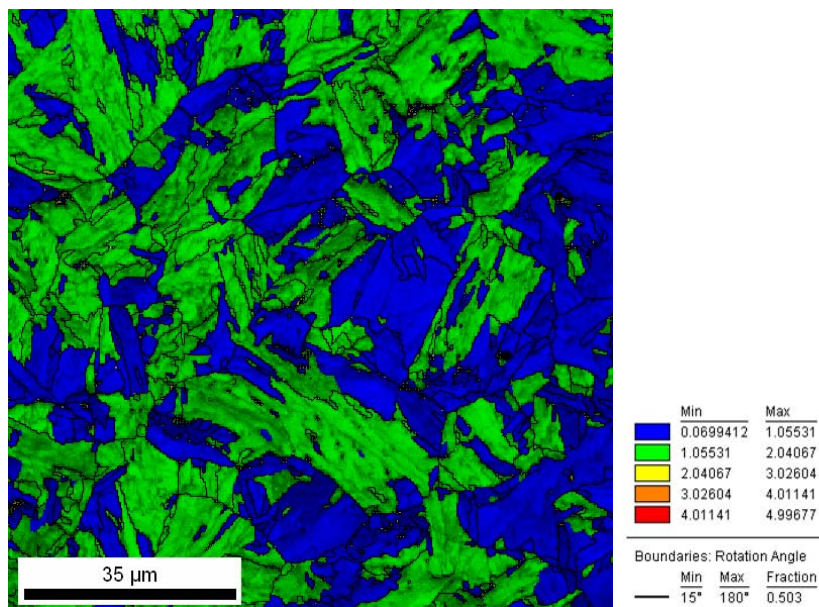
normale des entités microstructurales indexées par rapport à la référence cristallographique définie avant analyse. La figure A.7 donne un exemple de cliché IPF où les couleurs des orientations sont définies par l'intermédiaire du triangle standard. Dans toute la thèse, ce triangle sera le même pour toutes les analyses EBSD.





**Fig. A.7** – Exemple d'un cliché IPF de désorientations internes du métal MBD

Un bon indicateur de la déformation dans un matériau cristallin est la variation de la désorientation. L'un des outils utilisés dans cette étude pour caractériser cette désorientation locale est basé sur la notion de grain. Le mode utilisé est celui de la désorientation moyenne dans un grain (*Grain Average Misorientation* dans le logiciel OIM). La désorientation entre chaque paire de points voisins dans un même grain est calculée. La valeur moyenne de la désorientation est ensuite déterminée et affectée à tous les points du grain en question. Le résultat est illustré par l'exemple sur la figure A.8.

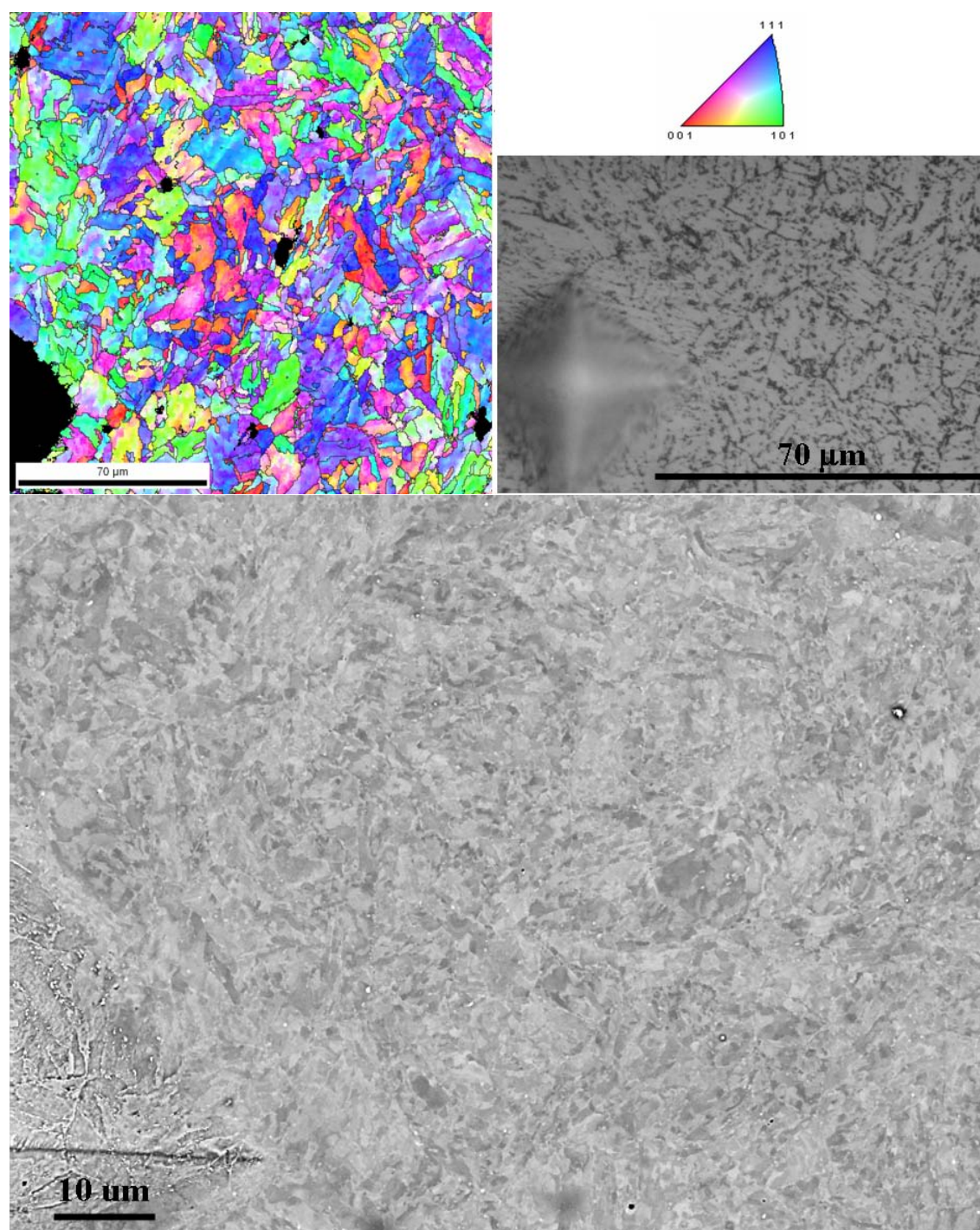


**Fig. A.8** – Exemple d'une cartographie des désorientations internes du métal MBD avec la superposition du cliché IQ

Les analyses EBSD sont liées à la notion de grain qui est différente dans le logiciel OIM de celle communément utilisée en métallographie. Le logiciel définit un grain via un

---

algorithme qui rassemble tous les points connectés et orientés de la même façon. Pour chaque point obtenu lors de l'acquisition, ses proches voisins sont étudiés pour savoir s'ils sont dans l'angle de tolérance du grain auquel appartient le point donné. Si un point voisin vérifie cette condition, alors ses proches voisins sont étudiés également. De proche en proche, la procédure est répétée jusqu'à ce que cet ensemble de points soit limité par des points connectés qui ne vérifient pas cette condition de tolérance angulaire. Cet angle est fixé à  $2^\circ$  dans notre étude. La désorientation d'un point dans un grain peut être faible, alors que la désorientation globale du grain peut être élevée.



**Fig. A.9** – Exemple d’une cartographie EBSD, cliché IPF, d’une observation au microscope optique et d’une observation au BSE-SEM de la même zone

## Annexe B : Joint Soudé entier

---

***D**es clichés SEM ont été enregistrés tous les 250  $\mu\text{m}$  afin de mettre en évidence l'évolution de la microstructure du métal MBD jusqu'au métal fondu. Cette annexe présente la succession de ces clichés. De manière plus précise, on revient sur l'observation de chaque zone du joint soudé à l'aide d'observations au SEM-BSE illustrant ces variations de microstructure. Enfin, cette annexe présente deux grosses cartographies EBSD de la zone de métal fondu. La première illustre la structure colonnaire d'un gros grain ; la deuxième tente de mettre en lumière la jonction entre un gros grain colonnaire et la zone à petits grains. Cette dernière cartographie a été difficile à réaliser en raison de sa grande dimension d'où l'usage de l'option d'assemblage de différentes cartographies du logiciel OIM.*

### Sommaire

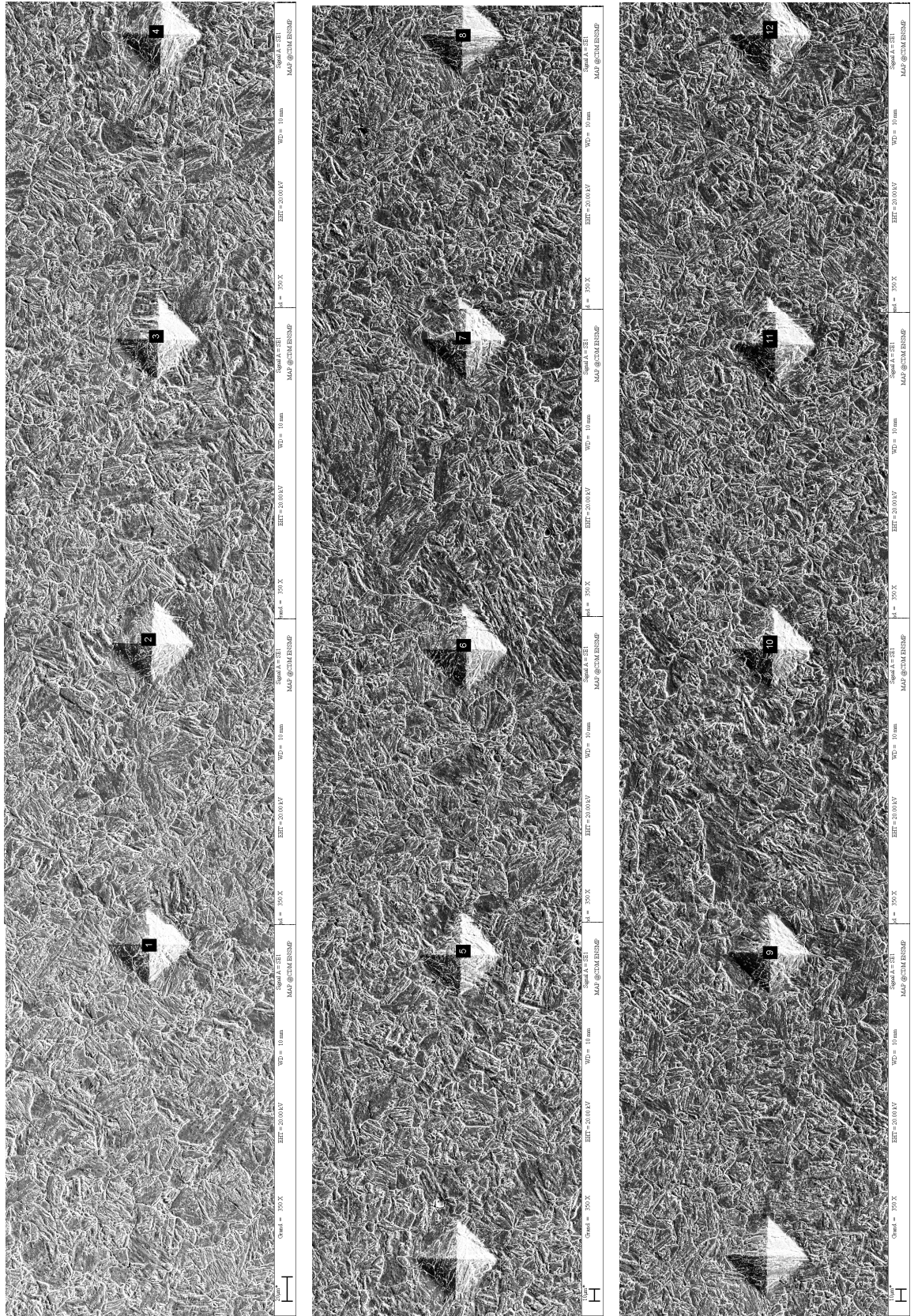
---

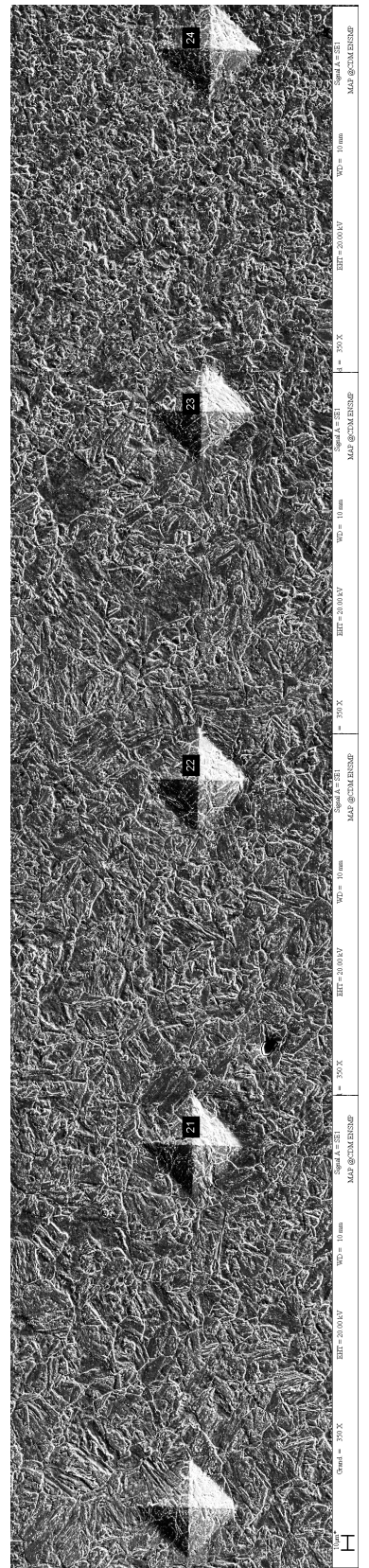
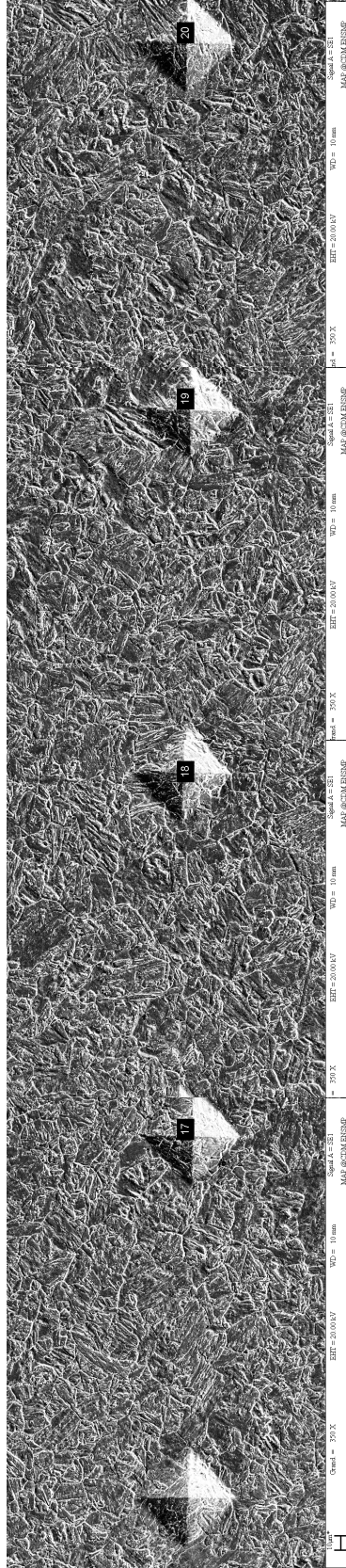
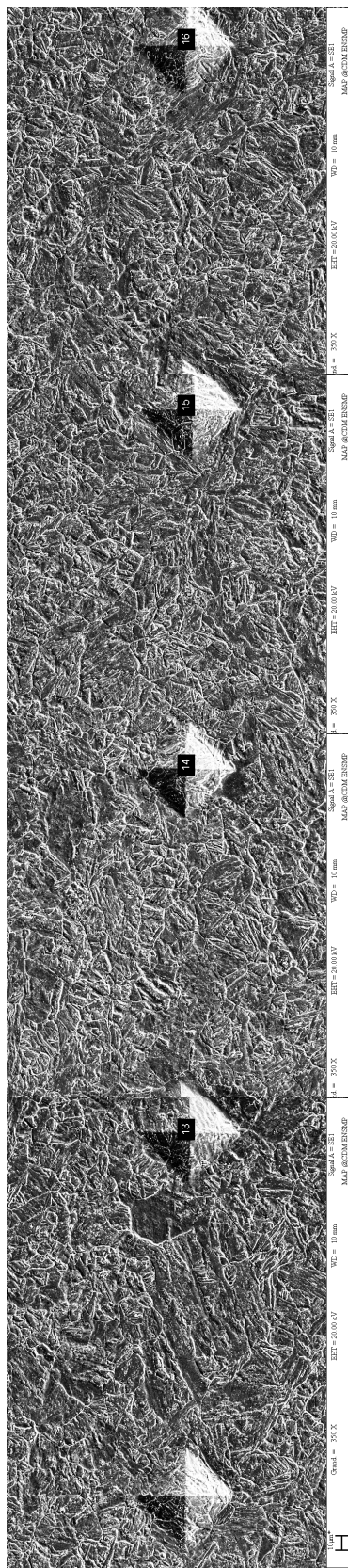
<b>B.1</b>	<b>Evolution de la microstructure dans le sens travers du joint . . .</b>	<b>270</b>
<b>B.2</b>	<b>Les zones du joint aux électrons rétrodiffusés . . . . .</b>	<b>276</b>
<b>B.3</b>	<b>Analyses EBSD . . . . .</b>	<b>278</b>

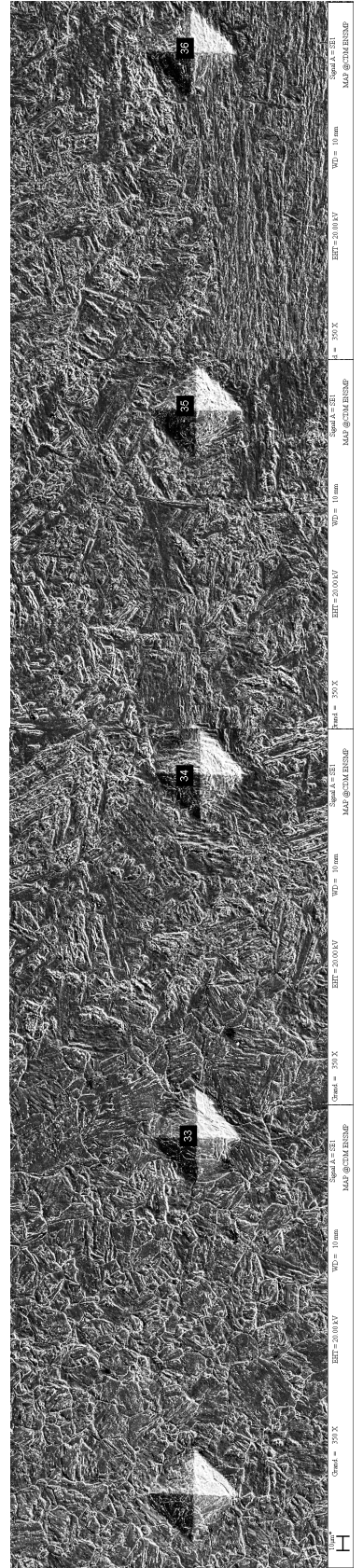
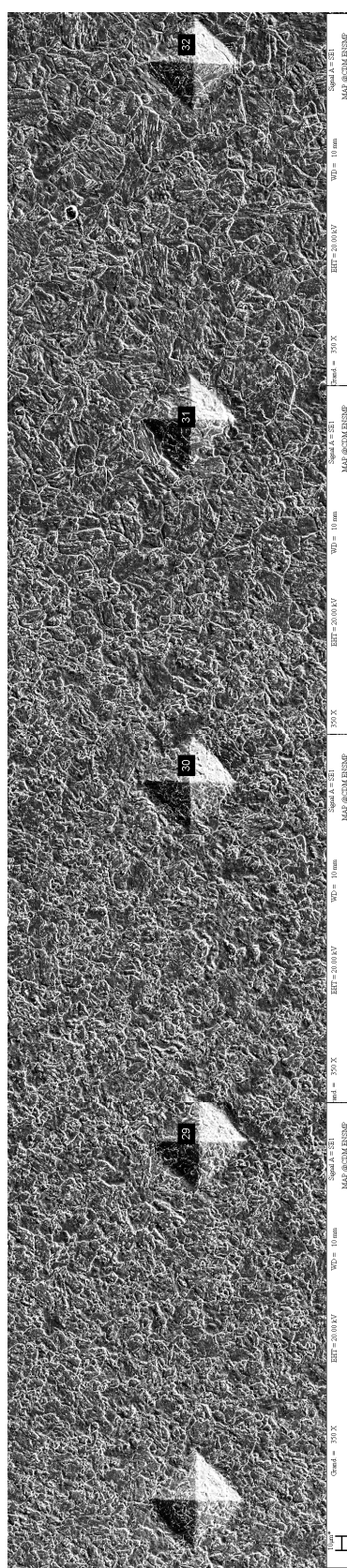
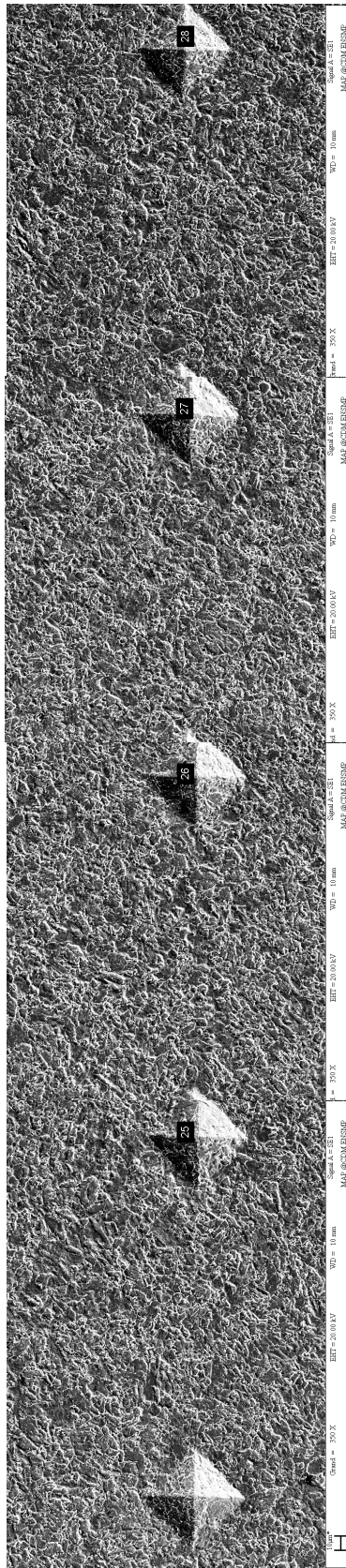
---

## **B.1 Evolution de la microstructure dans le sens travers du joint**

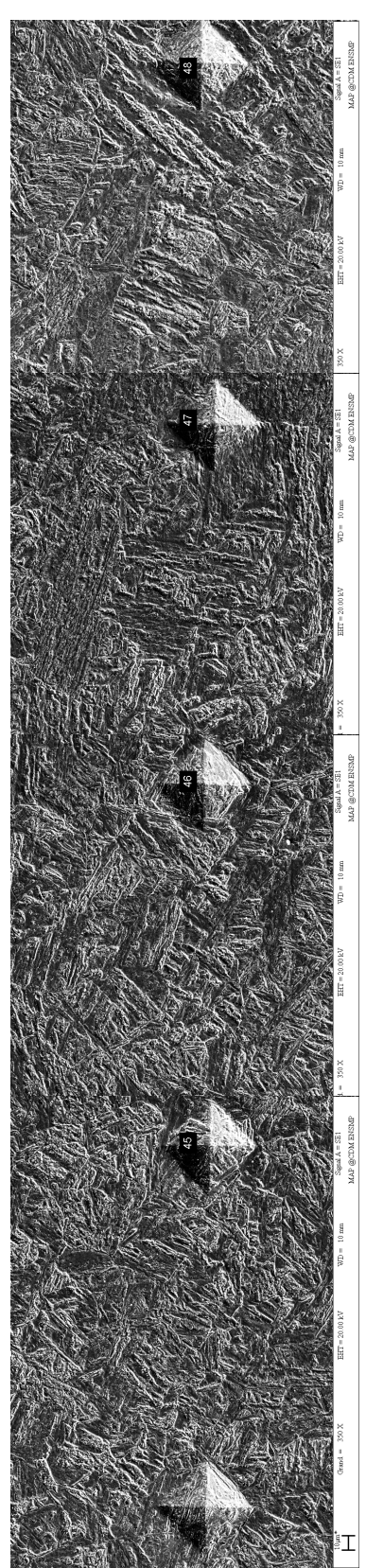
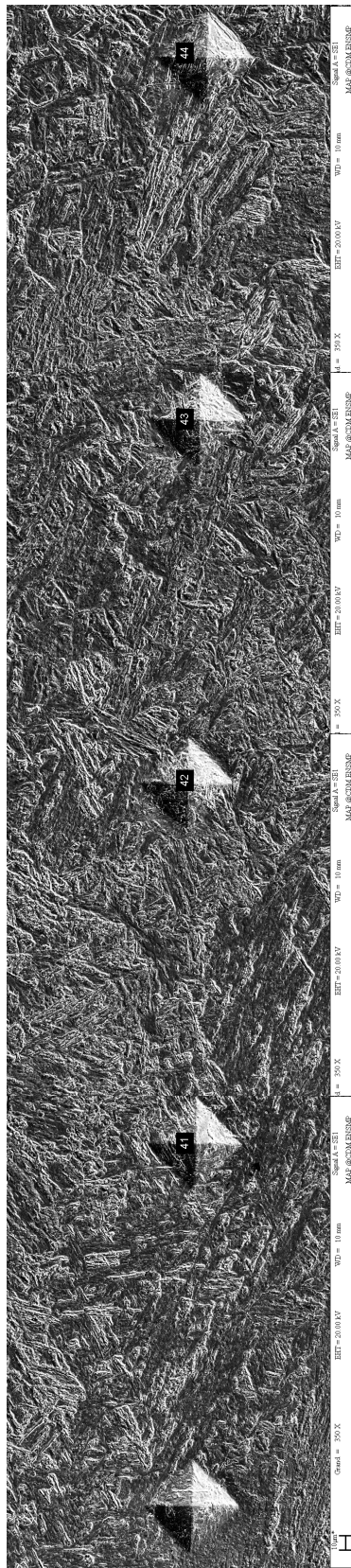
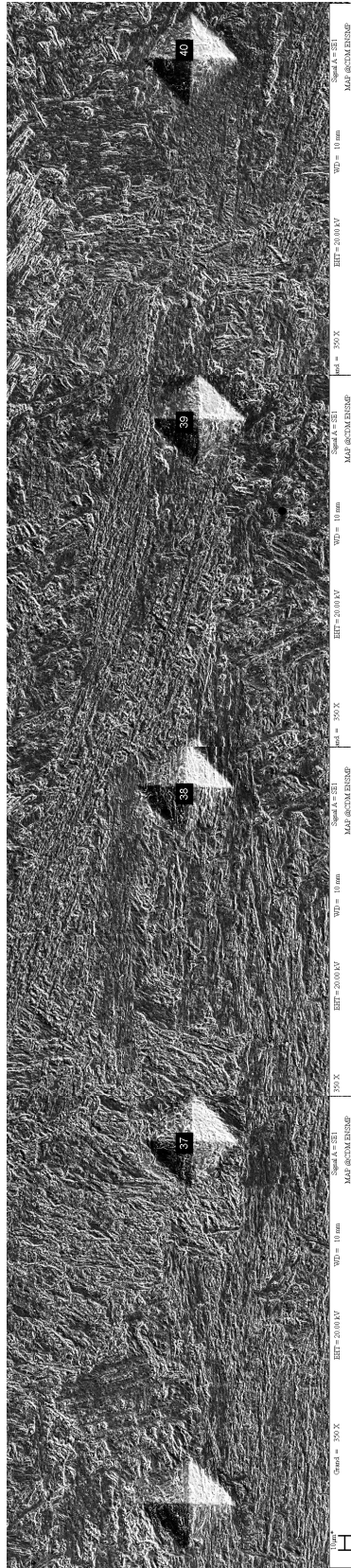
L’empreinte 1 est située dans le métal de base MBD, l’empreinte 12 est dans la CGHAZ, l’empreinte 23 est à la liaison entre la CGHAZ et l’ICHAZ, l’empreinte 33 marque le passage dans le métal fondu.

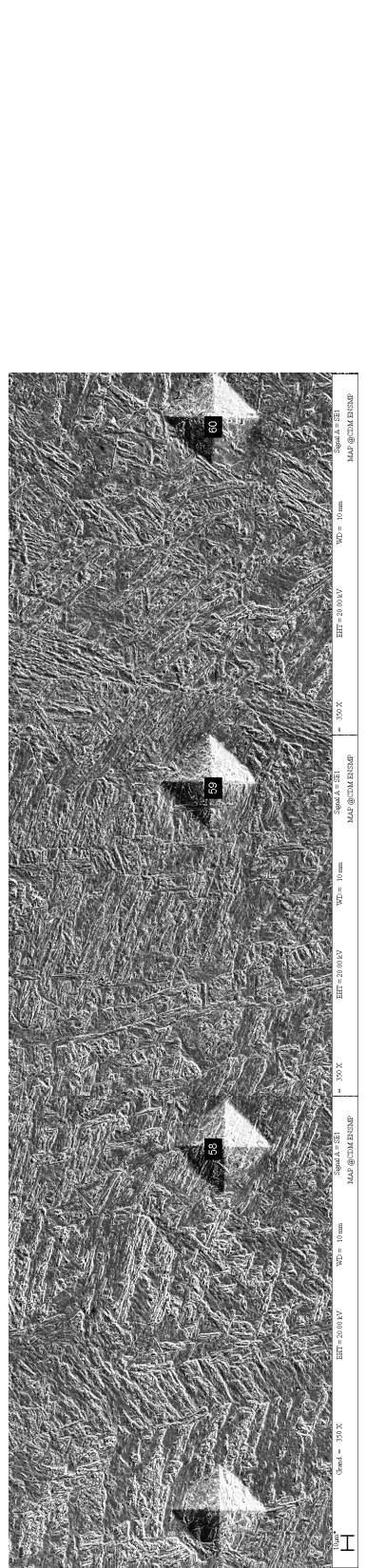
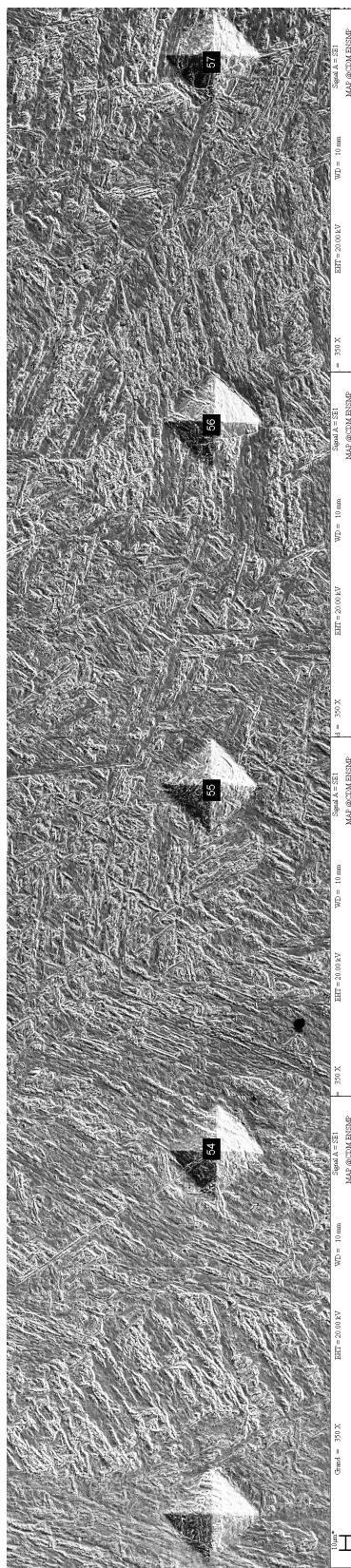
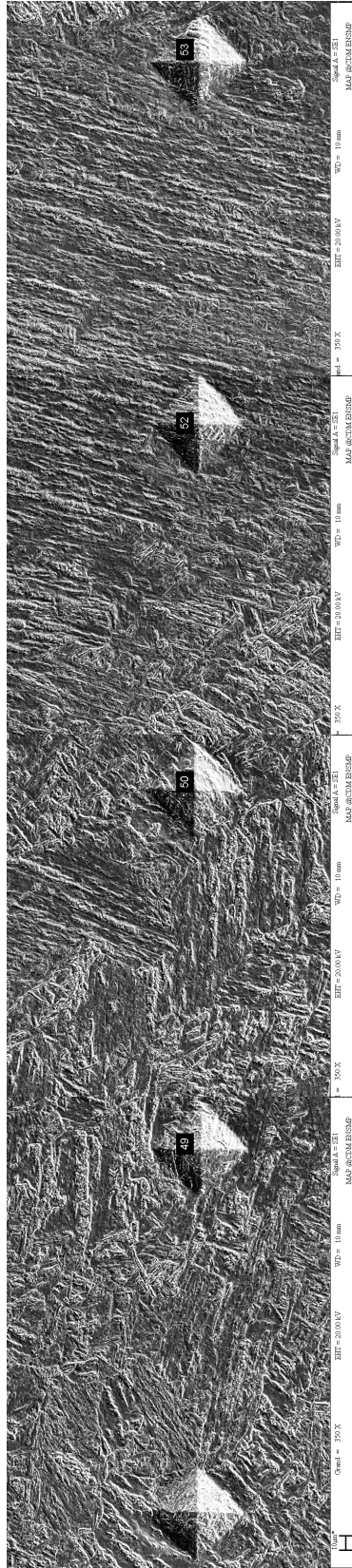




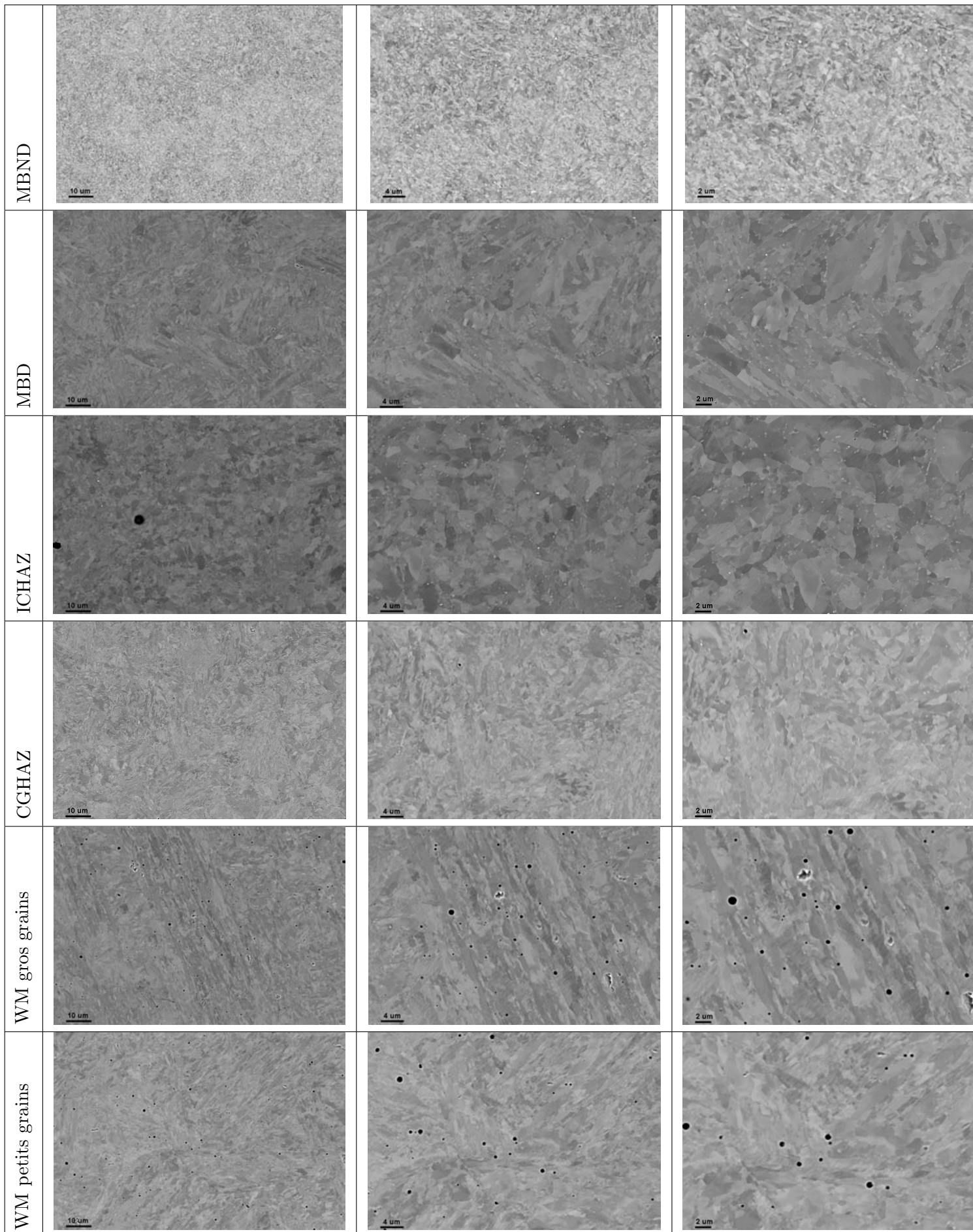




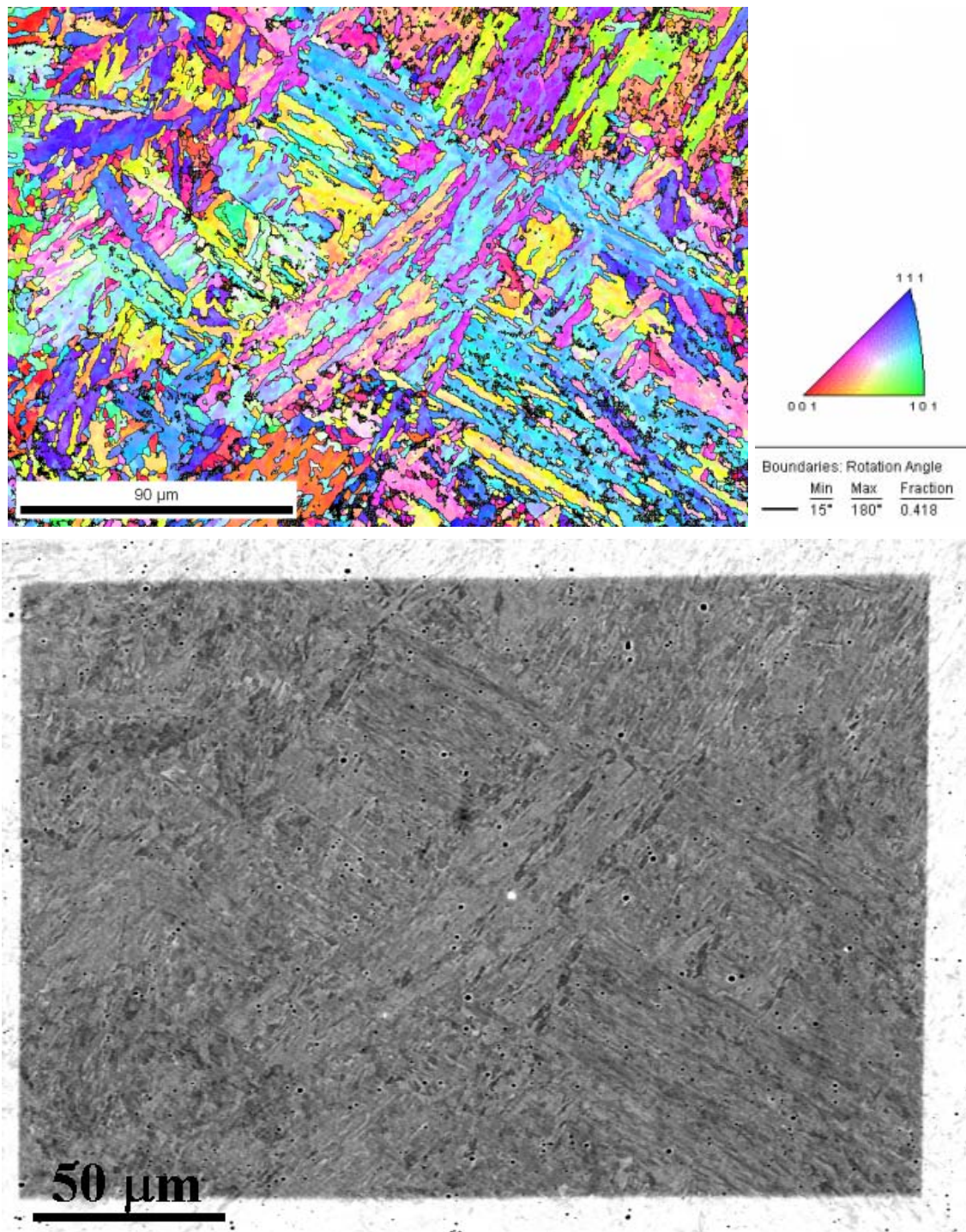




## B.2 Les zones du joint aux électrons rétrodiffusés



### B.3 Analyses EBSD

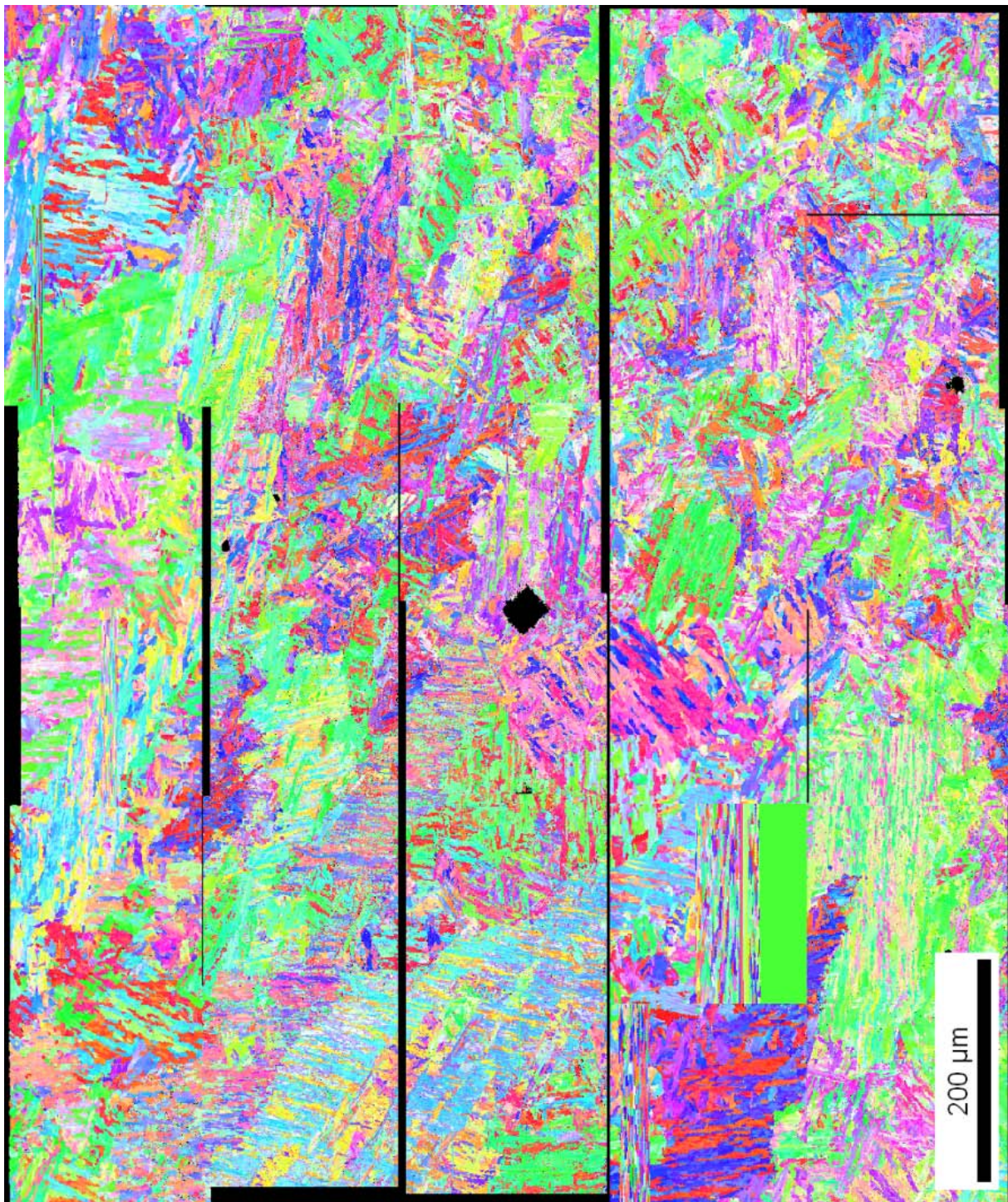


(a) Imagerie en mode électrons absorbés

**Fig. B.1** – EBSD du métal fondu ( $245.4 \mu\text{m} \times 172.5 \mu\text{m}$  avec une résolution de  $0.3 \mu\text{m}$ )

La figure B.2 présente la microstructure du métal fondu analysée par EBSD. Elle est le résultat de 30 observations sur une fenêtre de  $180 \mu\text{m} \times 180 \mu\text{m}$  avec une résolution de  $0.750 \mu\text{m}$ . Ensuite, le logiciel permet de rabouter les fenêtres d'analyse. Malgré quelques artefacts d'acquisition et une difficulté de rabouter les clichés malgré une zone de recou-

vement de cha cliché, cette figure met en évidence la zone à gros grains et à la zone à petits grains du métal fondu.



**Fig. B.2** – EBSD sur le métal fondu,  $1080 \times 1080 \mu\text{m}^2$ , pas de  $0.750 \mu\text{m}$



# Annexe C : Les éprouvettes

---

**C**ette dernière annexe précise les différentes géométries des éprouvettes utilisées dans cette étude, ainsi que les plans d'extraction dans les coupons et tôles des matériaux réceptionnés au Centre des Matériaux.

## Sommaire

---

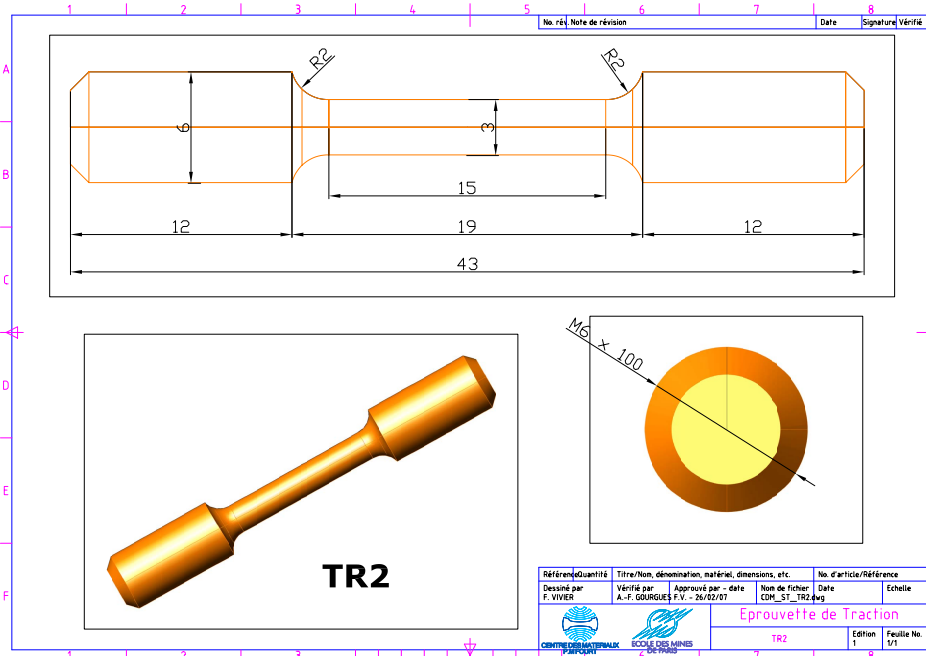
<b>C.1</b>	<b>Eprouvettes de Métal de Base Détensionné (MBD)</b>	<b>282</b>
C.1.1	Eprouvette de traction	282
C.1.2	Eprouvette de fluage	283
C.1.3	Zones d'extraction des éprouvettes dans la tôle de joint soudé	285

---

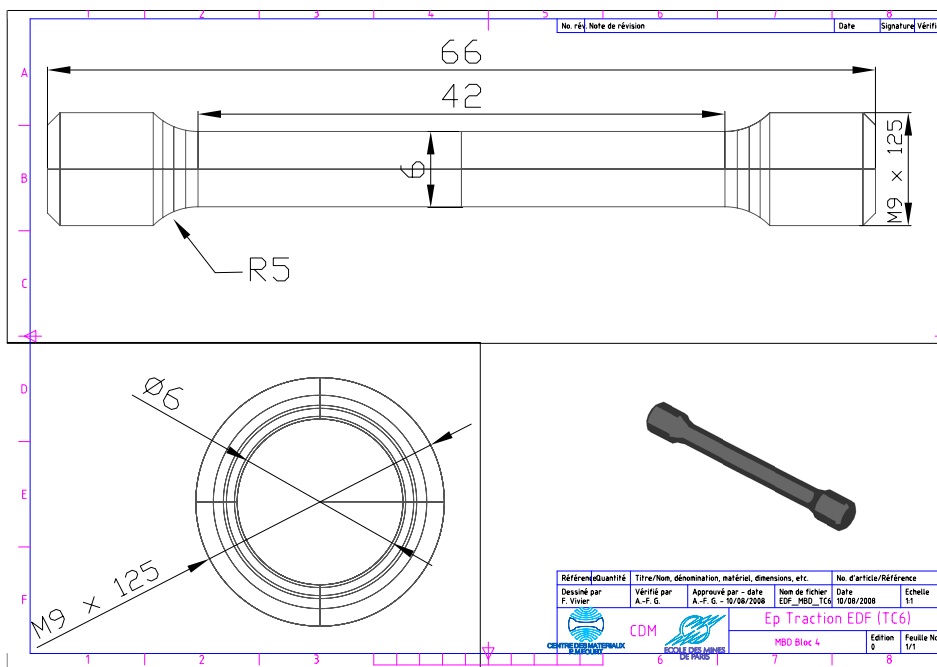


## C.1 Eprouvtes de Métal de Base Détensionné (MBD)

### C.1.1 Eprouvte de traction



(a) Eprouvte CDM



(b) Eprouvte EDF

**Fig. C.1** – Géométrie des éprouvtes de traction

C.1.2 Epreuve de fluage

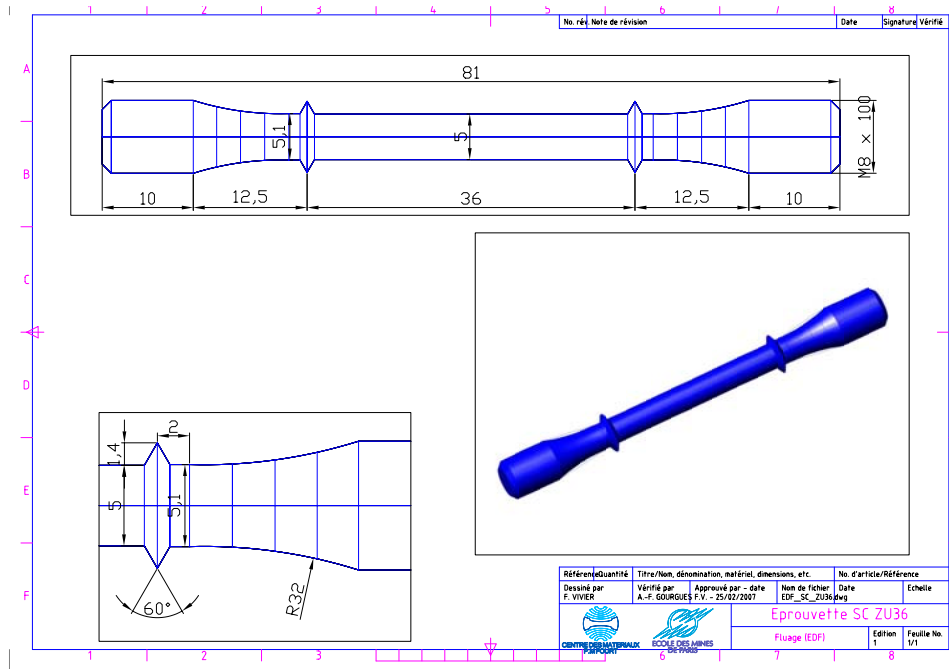


Fig. C.2 – Géométrie des éprouvettes de fluage de métal MBD (MBD-ZU36)

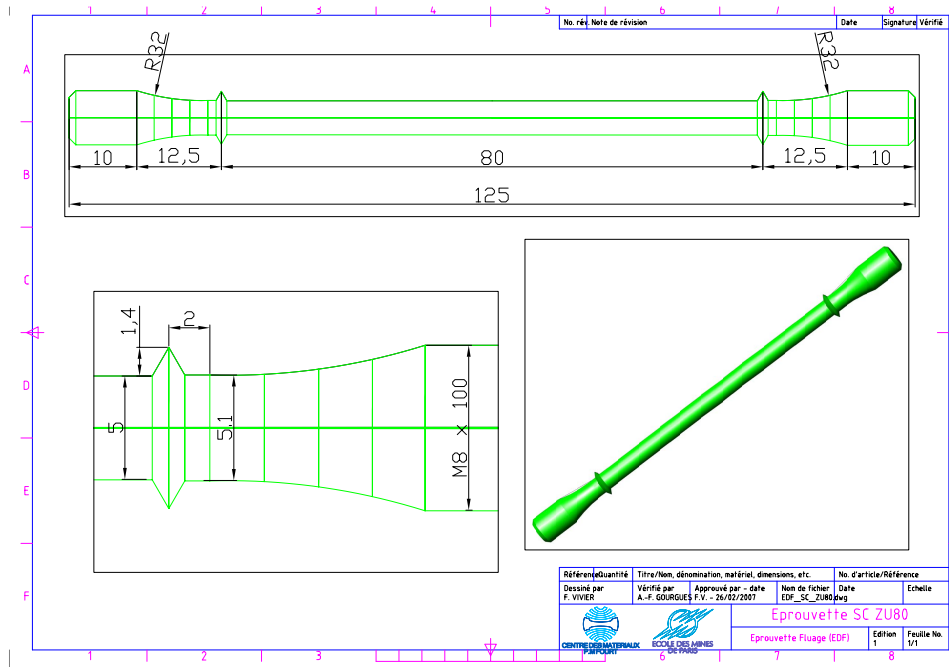


Fig. C.3 – Géométrie des éprouvettes de fluage de joint soudé entier (JS-ZU80)

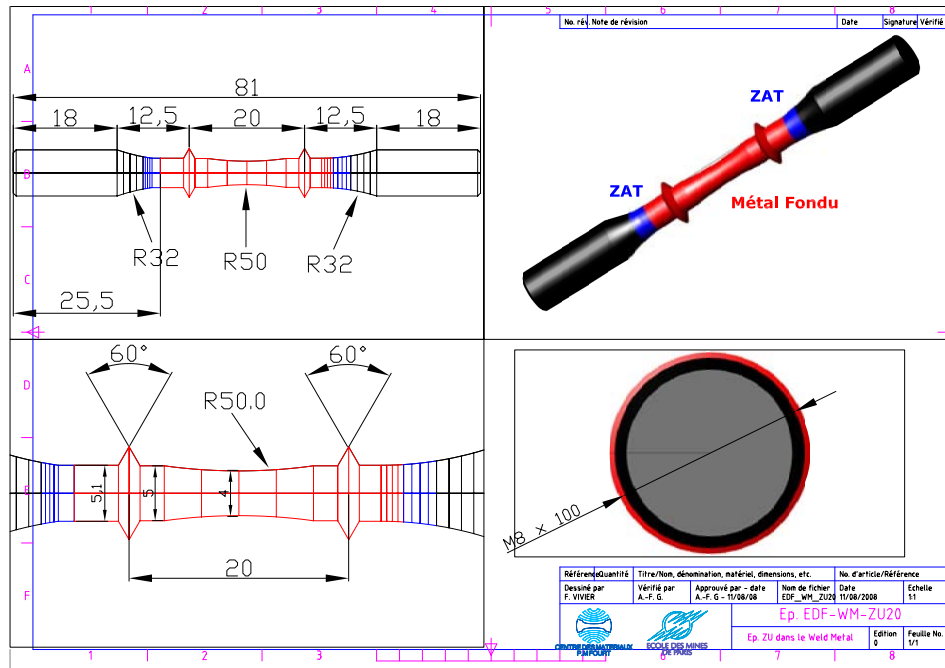


Fig. C.4 – Géométrie des éprouvettes de fluage de métal fondu (JS-ZU20)

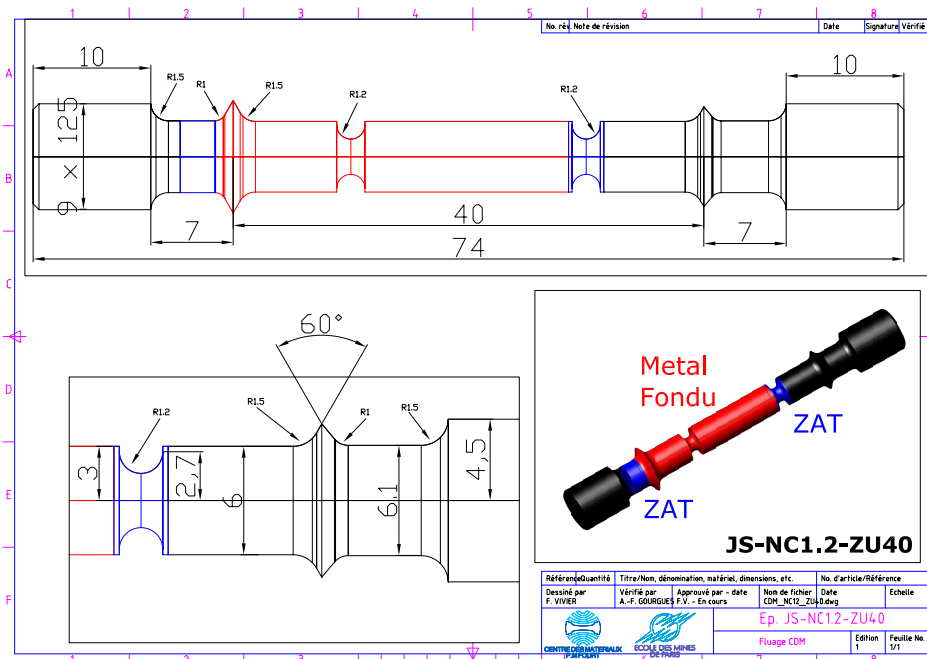


Fig. C.5 – Géométrie des éprouvettes de fluage à deux entailles : l'une dans la ZAT, l'autre dans le métal fondu (JS-NC1.2-ZU40)

C.1.3 Zones d'extraction des éprouvettes dans la tôle de joint soudé

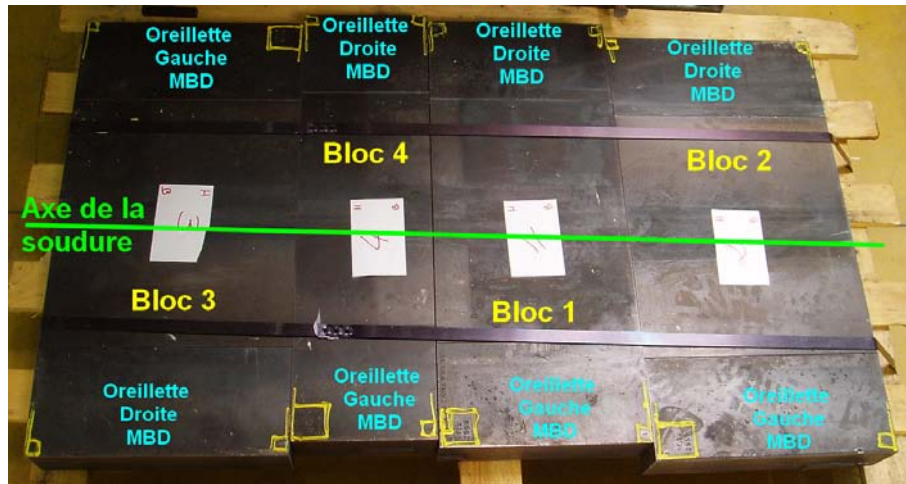


Fig. C.6 – Photo de la tôle de Joint Soudé réceptionné au Centre des Matériaux avec ses repères

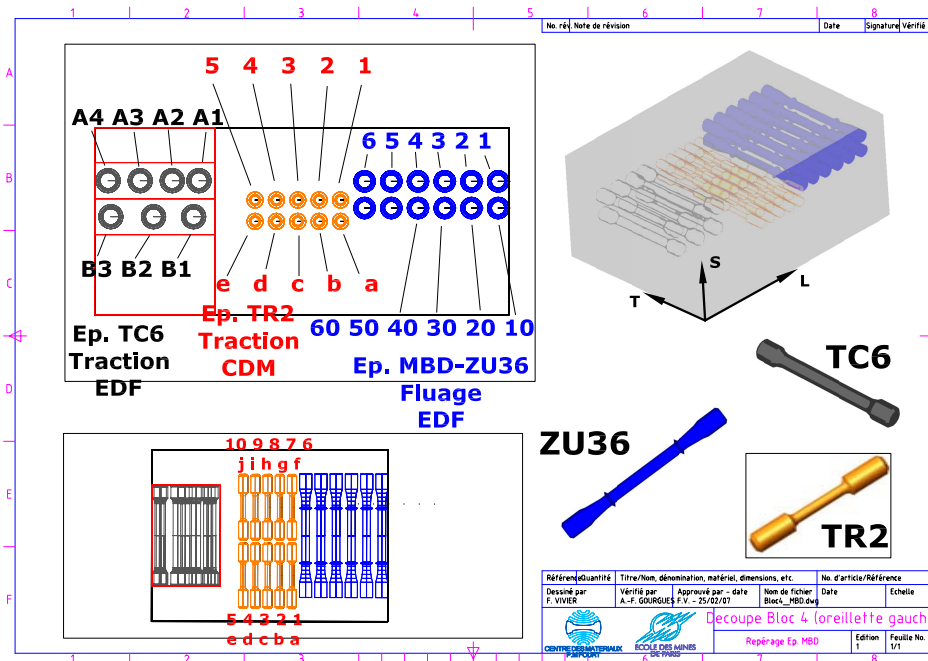


Fig. C.7 – Repérage des éprouvettes de traction TR2, TC6 et de fluage ZU36 (Bloc 4, Oreillette gauche, MBD)

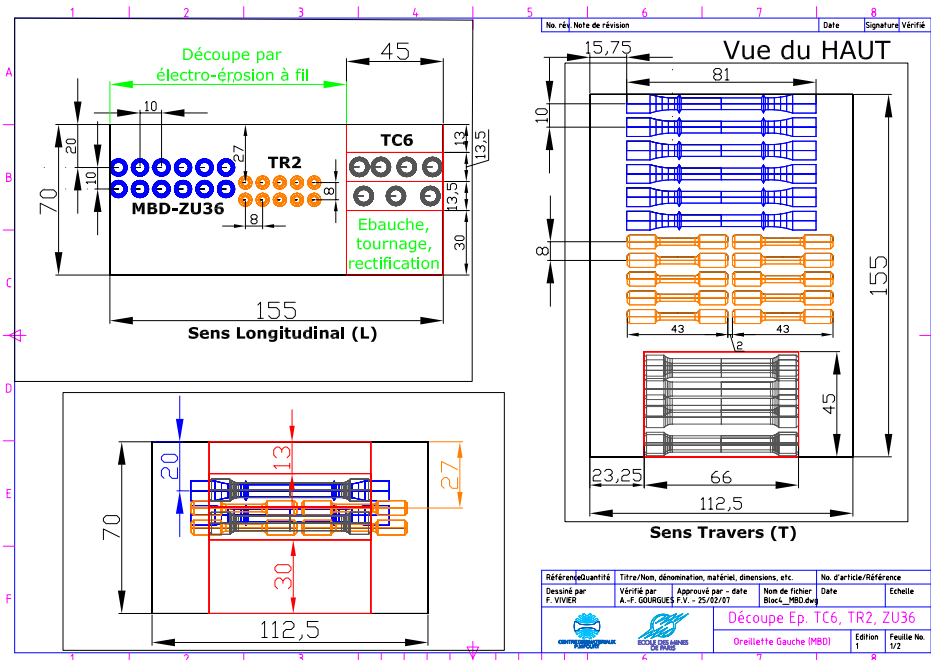


Fig. C.8 – Positionnement des éprouvettes de traction TR2, TC6 et de fluage ZU36 (Bloc 4, Oreillette gauche, MBD)

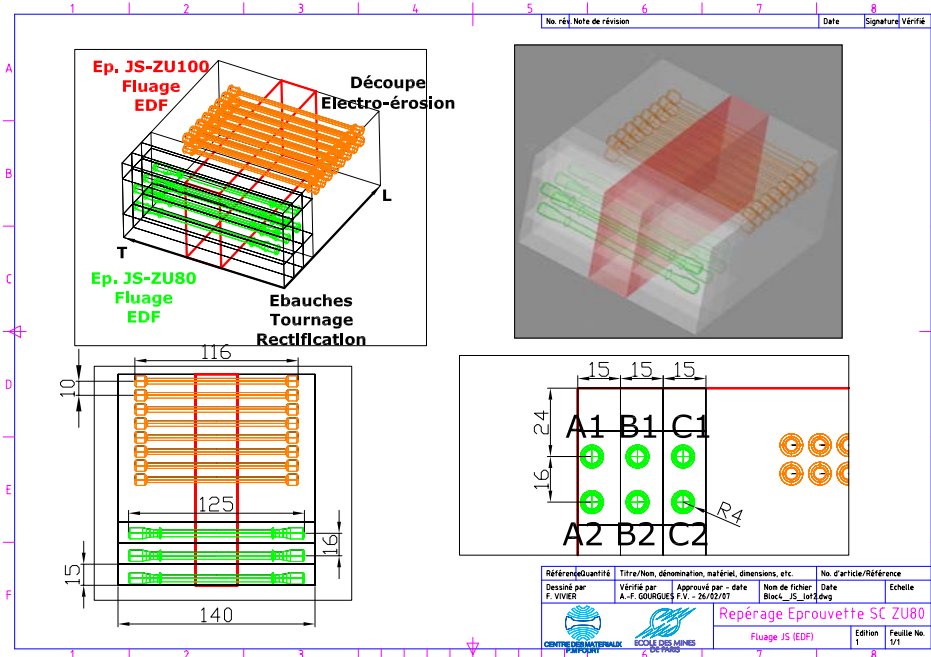


Fig. C.9 – Repérage et positionnement de la première série d'éprouvettes de fluage ZU80 (Bloc 4, JS)

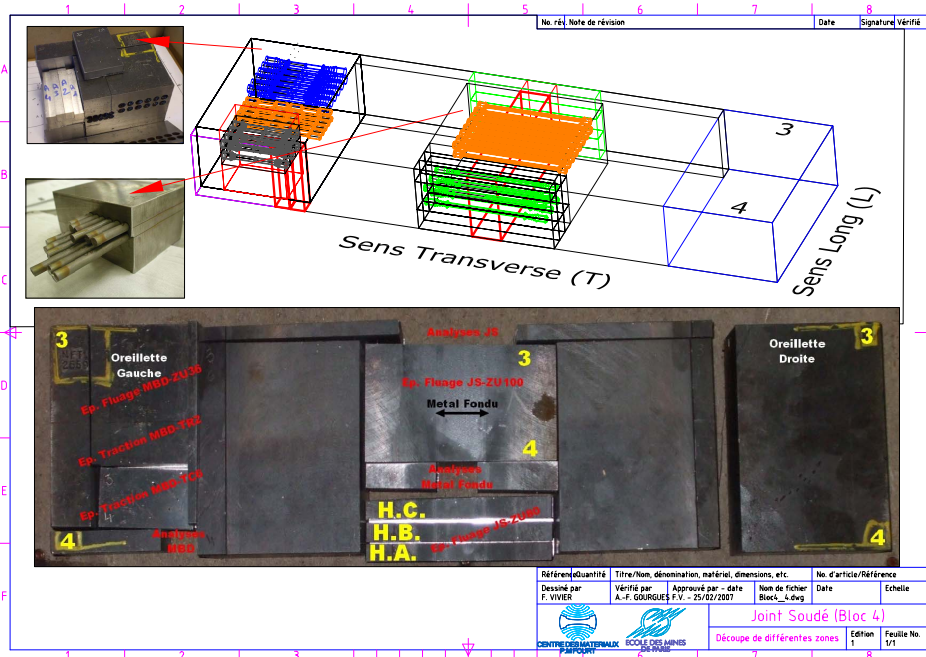


Fig. C.10 – Repérage dans le Bloc 4 des différentes éprouvettes (1/2)

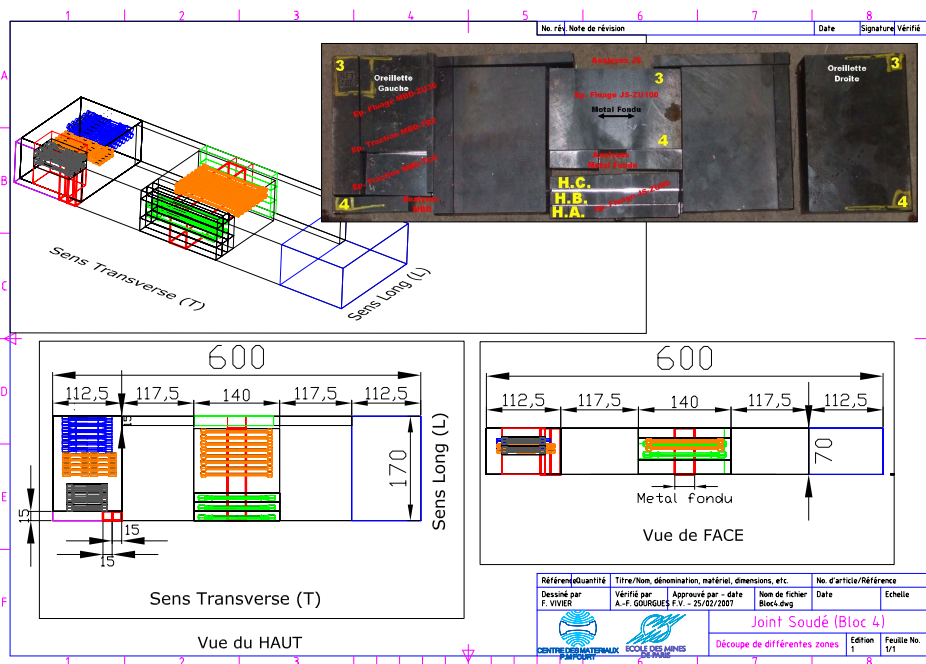


Fig. C.11 – Repérage dans le Bloc 4 des différentes éprouvettes (2/2)

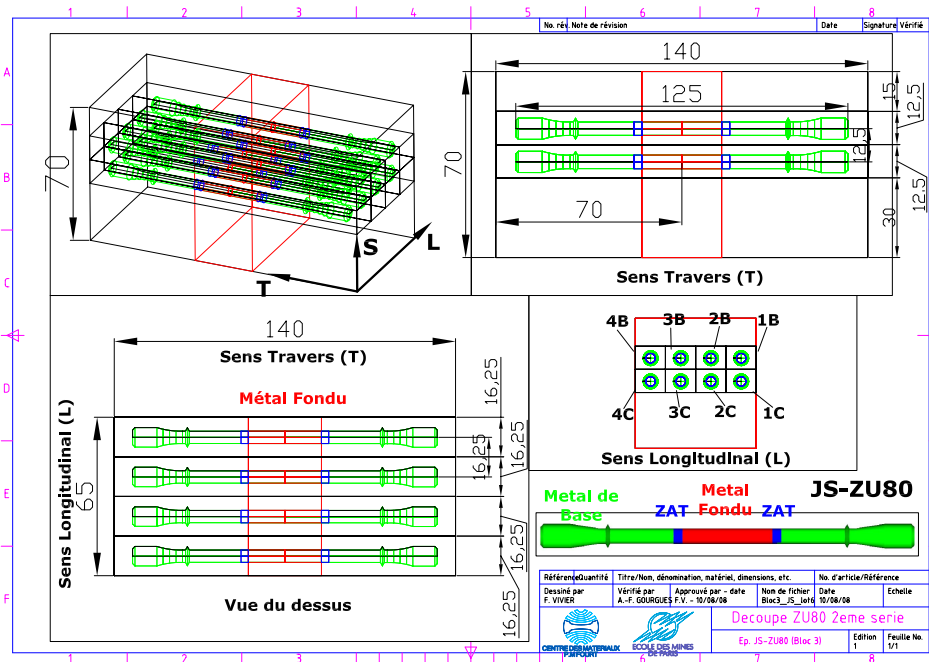


Fig. C.12 – Repérage et positionnement de la seconde série d'éprouvettes de fluage ZU80 (Bloc 3, JS)

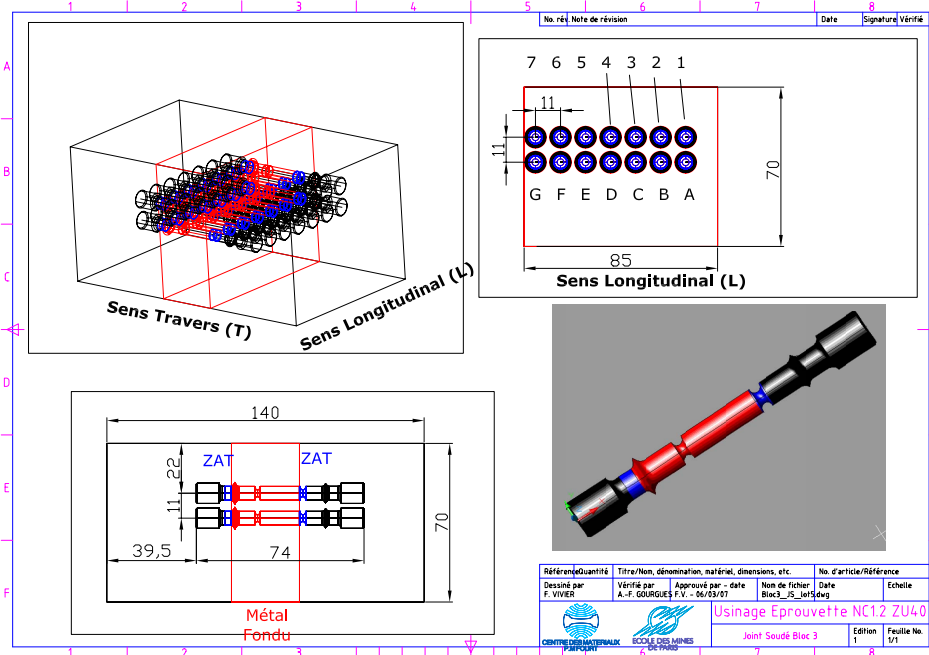


Fig. C.13 – Repérage et positionnement des éprouvettes de fluage NC1.2-ZU40 (Bloc 3, JS)

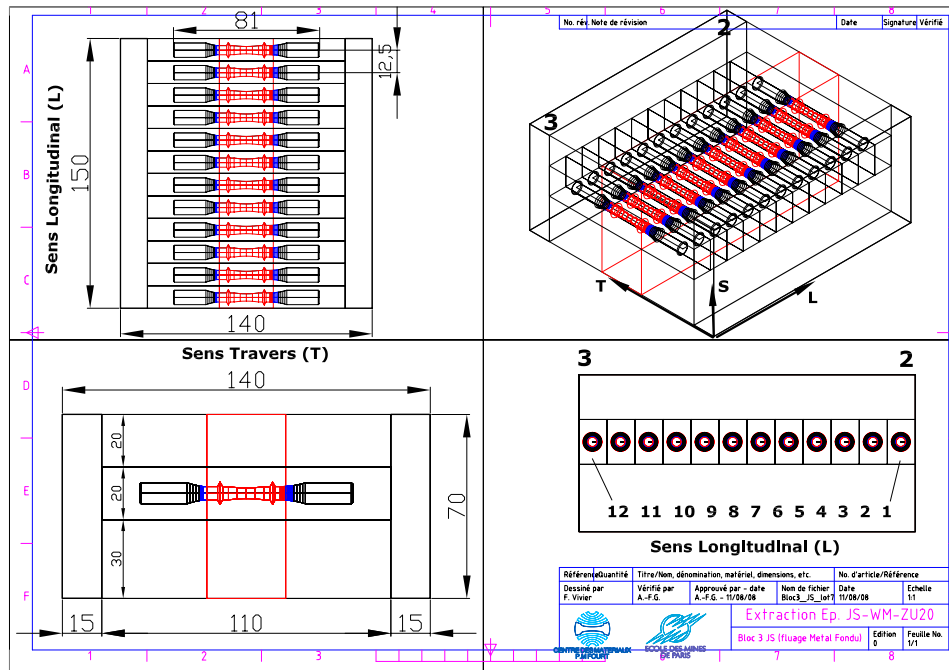


Fig. C.14 – Repérage et positionnement des éprouvettes de fluage ZU20 (Bloc 3, JS)

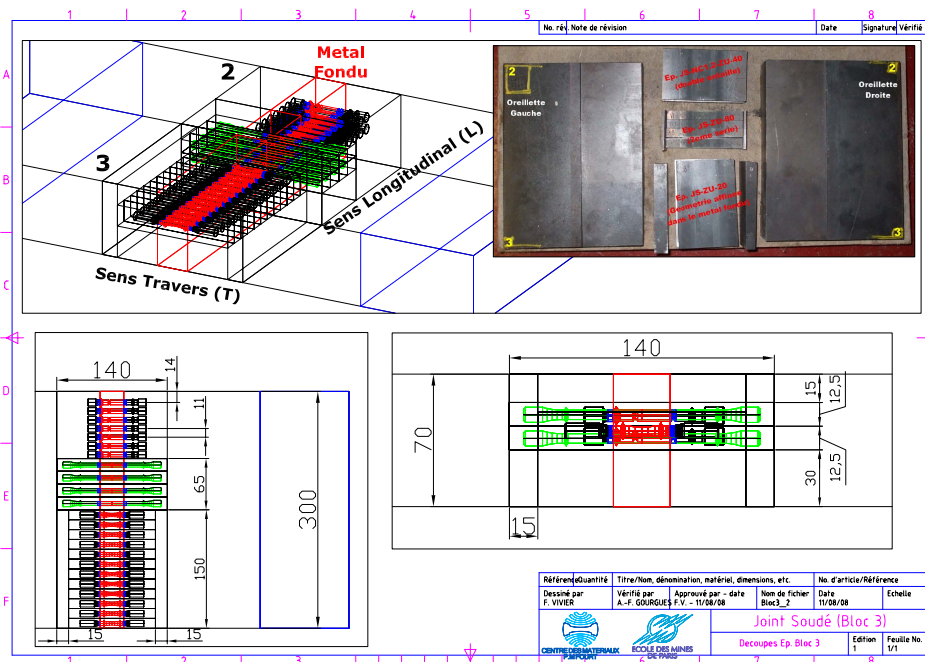


Fig. C.15 – Repérage dans le Bloc 3 des différentes éprouvettes