

Analyse de zones affectées simulées

On a vu au paragraphe précédent que les fissures en relaxation se développent à quelques millimètres de la soudure, dans les zones affectées par le soudage. Deux facteurs principaux déterminent la localisation de ces fissures : D'une part, le champ des contraintes résiduelles et, d'autre part, la résistance des zones affectées. Afin de décorrélérer ces deux facteurs, on désire tester la tenue mécanique des zones affectées et la comparer à celle du métal de base.

On a alors le choix entre tester de véritables zones affectées ou bien reproduire la microstructure de ces zones et de tester par conséquent la tenue mécanique de ces zones affectées "simulées". Tester de véritables zones affectées imposait de réaliser des essais mécaniques sur des éprouvettes de petite taille car les zones affectées réelles ne mesurent que quelques millimètres. De plus, il aurait fallu réaliser un grand nombre d'essais afin de tenir compte de l'hétérogénéité de ces zones. Nous avons donc préféré simuler des zones affectées par un traitement thermo-mécanique qui permet d'obtenir, en grande quantité, un matériau homogène représentatif des zones affectées réelles. L'inconvénient de cette méthode, outre le fait qu'elle impose de s'assurer de la représentativité des zones affectées simulées, est qu'elle ne permet pas de rendre compte de la diversité des microstructures des zones affectées réelles. Son avantage réside dans le fait que l'on contrôle précisément le traitement de simulation et que l'on peut donc assurer une bonne reproductibilité.

Dans le paragraphe présent on décrit le traitement de simulation, puis on discute de la représentativité des zones affectées simulées à l'état non vieilli. Enfin, on aborde l'effet du vieillissement sur la microstructure des zones affectées simulées.

II.3.1 Traitement thermo-mécanique de simulation

Pour les applications industrielles qui nous concernent, les aciers inoxydables sont soudés à l'état hypereffé. Or l'acier 316H dont nous disposons a été vieilli en service. Avant de procéder au traitement de simulation de soudage, nous avons donc effectué un traitement d'effé d'une heure à 1170°C sur cet acier. Afin d'homogénéiser la microstructure de l'acier 316L(N), nous avons également hypereffé cet acier une demi-heure à 1170°C. Pour ces deux traitements d'effé la vitesse de refroidissement obtenue sous argon pulsé est de l'ordre de 200°C/min. Ces matériaux à l'état hypereffé serviront de matériaux de référence lors des essais mécaniques que nous rapporterons dans la partie suivante.

Contrairement aux cas des aciers stabilisés décrits par Chabaud-Reytier (1999) et par Younger et Baker (1960) dans lesquels les fissures de relaxation se développent au voisinage immédiat de la ligne de fusion, les fissures de relaxation que nous avons pu observer sur l'acier 316H sont situées à quelques millimètres de la zone fondue. Dans cette partie de la zone affectée, la dureté est supérieure à 200 HV₃₀ (Figure 62, page 80) à cause de l'écrouissage subi par le matériau pendant les cycles de soudage. Comme on l'a vu au paragraphe précédent, la température maximale connue lors du soudage à l'endroit le plus écroui de la zone affectée est de l'ordre de 650°C. A cet endroit, la déformation plastique s'accumule donc passe après passe entre la température ambiante et 650°C environ.

Pour reproduire la microstructure de la partie de la zone affectée correspondant au maximum d'écrouissage, on a donc choisi de déformer le matériau par laminage à température intermédiaire. Ce procédé ne reproduit pas le caractère cyclique de la déformation rencontrée dans les zones affectées réelles, mais il permet de traiter rapidement une grande quantité de matériau.

La taille des coupons que nous avons laminés a été déterminée en fonction de la dimension du four situé à côté du laminage (95×300 mm), leur épaisseur avant laminage est de 25 mm pour les aciers 316H et 316 L(N), et de 15 mm pour l'acier 316L. La direction de laminage des coupons d'acier 316L(N) coïncide avec la direction de laminage de la tôle initiale (voir plans SRMA 464-04 et 464-05). La longueur et la largeur des coupons en acier 316H correspondent respectivement aux directions axiale et radiale du tube. La direction de

laminage des coupons en acier 316H correspond donc à la direction axiale du tube (voir plans SRMA 941-02).

La procédure de laminage est la suivante : après avoir fait chauffer le four à 600°C, on enfourne le coupon et on attend 1h45, on règle la distance entre rouleaux, on fait passer le coupon entre les rouleaux une fois dans un sens, une fois dans le sens opposé (l'autre extrémité en avant et la face qui était au-dessus en dessous), on mesure l'épaisseur du coupon, on remet le coupon dans le four et on recommence 1h45 après : réglage de la distance entre rouleaux, etc. On réussit à obtenir l'épaisseur voulue en trois fois deux passes, puis on trempe le coupon à l'eau. La température mesurée en peau du coupon après deux passes de laminage est de 400°C environ. Le retrait du laminoir est de l'ordre de 0.5mm. Le taux de réduction d'épaisseur imposé lors du laminage a été choisi de telle sorte que la dureté du matériau laminé corresponde au maximum de dureté observé dans les zones affectées réelles, soit environ 230 HV₃₀. L'étude bibliographique indiquait en effet qu'une dureté élevée augmentait les risques de fissuration en relaxation. Le Tableau 16 récapitule les taux de réduction d'épaisseur obtenus pour les différents coupons.

Comme le traitement thermo-mécanique de simulation des zones affectées consiste exclusivement en un laminage à température moyenne, on appellera parfois les zones affectées simulées "état écroui" par opposition à l'état hyperecroui caractéristique du métal de base.

316 L(N)		316 H		316 L	
Coupon	$\Delta e/e$ en %	Coupon	$\Delta e/e$ en %	Coupon	$\Delta e/e$ en %
C32C1	14.6	B1 Lin162	15.4	64-10-A	17.5
C32C2	15.4	B1 Lin202	15.4	64-10-B	17.5
C32C3	15.6	B2 Lin141	15.4		
C32C5	15.7	B2 Lin224	15.4		
C32B1	15.7				
C32B2	15.7				
Dans un même coupon la variation de taux de réduction d'épaisseur est de ± 0.1 mm soit environ $\pm 0.4\%$					

Tableau 16 : Taux de réduction d'épaisseur obtenus par laminage entre 400°C et 600°C

II.3.2 Zones affectées simulées non vieilles

II.3.2.1 Taille de grains

La taille de grains de l'acier 316H n'a pas été affectée par le traitement d'hypertrempe destiné à remettre en solution les différents précipités. En revanche, le traitement d'hypertrempe de l'acier 316L(N) conduit à un grossissement de grain de $45\ \mu\text{m}$ à $60\ \mu\text{m}$ (Figure 78). Les zones affectées réelles en acier 316L(N) étudiées au paragraphe précédent ne montraient pas de grossissement de grain dans leur partie la plus écrouie (celle que l'on a cherché à reproduire). Cette différence ne nous paraît cependant pas gênante pour la représentativité des zones affectées simulées car on a pu constater un assez grande variabilité de taille de grains dans les composants utilisés industriellement. D'ailleurs, le code de dimensionnement RCC-MR (1993) impose seulement que la taille de grain moyenne ne dépasse pas $180\ \mu\text{m}$. De plus, on a vu dans la partie Bibliographie que la ductilité en fluage des aciers 316 diminue lorsque la taille de grains augmente. En termes de fragilité intergranulaire, nos résultats seront donc d'autant plus conservatifs que la taille de grain des zones affectées simulées sera élevée.

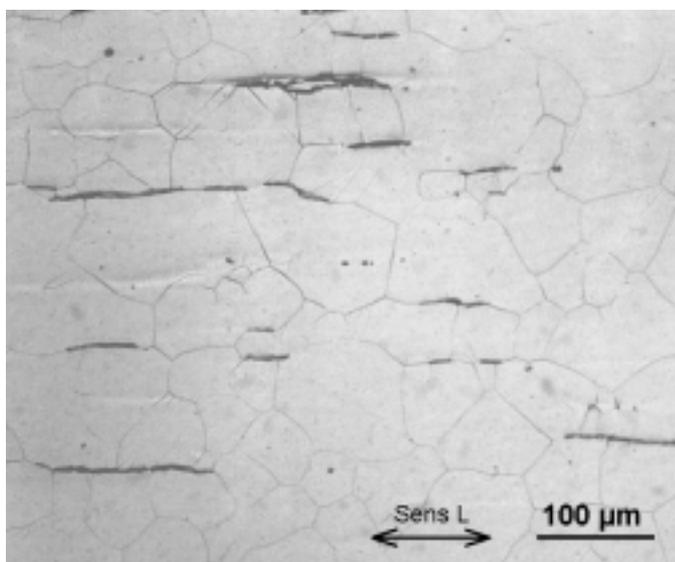


Figure 78 : Micrographie optique de l'acier 316L(N) après le traitement d'hypertrempe à 1170°C

II.3.2.2 Dureté

On a présenté dans le Tableau 17 les mesures de dureté moyenne des aciers. Ces mesures indiquent que le traitement d'hypertrempe de l'acier 316 L(N) qui a fait grossir le grain a aussi fait diminuer légèrement la dureté, ce qui semble naturel. Ce même traitement appliqué à l'acier 316 H a fait chuter la dureté d'environ 20 HV, ce qui est certainement dû à la remise en solution des carbures intragranulaires. Les mesures du Tableau 17 montrent également que le laminage conduit bien à un niveau moyen de dureté d'environ 230 HV pour les trois aciers de l'étude.

La Figure 79 montre que l'élévation de dureté par laminage n'est pas homogène dans l'épaisseur de la tôle : la peau est plus écrouie que le cœur. L'écart type est respectivement de 8, 10 et 14 unités Vickers pour les aciers 316L, 316L(N) et 316 H. Etant donné cette hétérogénéité, on sera particulièrement attentifs au lieu de prélèvement des éprouvettes en acier écroui lors de l'interprétation des essais mécaniques.

	316 L(N)	316 H	316 L
Etat de réception	149	149	132
Etat hypertrempé	135	131	132
Etat écroui	227	232	230

Tableau 17 : Dureté Vickers moyenne sous 30 kg des aciers de l'étude à l'état hypertrempé et à l'état écroui

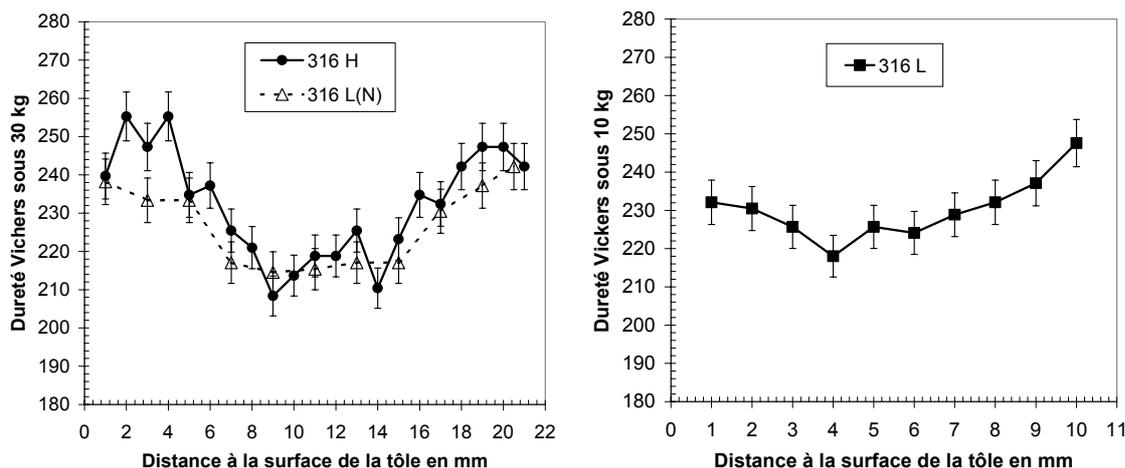


Figure 79 : Profil de dureté dans l'épaisseur des coupons à l'état écroui des aciers de l'étude

II.3.2.3 Microstructure de dislocations et précipitation

On a réalisé l'examen en microscopie électronique en transmission de lames minces prélevées au quart-épaisseur dans le coupon C32C1 des zones affectées simulées en acier 316L(N). Cet examen montre que l'écrouissage conduit à une densité de dislocations très élevée ($> 4.10^{14} / m^2$). Concernant l'acier 316L(N), la Figure 80 montre des arrangements de dislocations en cellules comme on avait pu en observer dans la zone affectée réelle à 0.2 mm de la zone fondue (Figure 68, page 84). La Figure 80 montre également des arrangements en bandes semblables à ceux observés à 3 mm de la zone fondue dans la zone affectée réelle (Figure 70, page 85). Le développement de sous-joints observé à 0.2 mm de la zone fondue n'a, en revanche, pas été observé dans les zones affectées simulées. Ce dernier point était attendu car les sous-joints, signes de la restauration du réseau de dislocations, ne se forment pas rapidement en dessous de 600°C (cf. § I.3.1.1).

La microstructure des zones affectées simulées en acier 316H a été observée sur des lames minces prélevées au quart-épaisseur du coupon B1Lin162. Elle est tout à fait similaire à celle des zones affectées simulées en acier 316L(N) : densité élevée de dislocations arrangées en bandes et en cellules (Figure 81).

Dans ces deux aciers observés à l'état écroui, on a également pu noter que la précipitation intergranulaire était très faible voire inexistante. De plus, aucune précipitation de carbures intragranulaire n'a pu être détectée. L'état de précipitation des zones affectées simulées en acier 316L(N) est donc conforme à celui des zones affectées réelles (non vieilli). En revanche, les zones affectées réelles en acier 316H, observées à l'état de réception (vieilli) présentaient des précipités inter et intragranulaires. Le fait qu'on en n'observe plus à l'état écroui signifie que le traitement d'hypertrempé de l'acier 316H a bien remis en solution les précipités qui étaient apparus lors du vieillissement en service et que les quelques heures

passées entre 400°C et 600°C lors du laminage n'ont pas suffi pour que des carbures précipitent sur les dislocations.

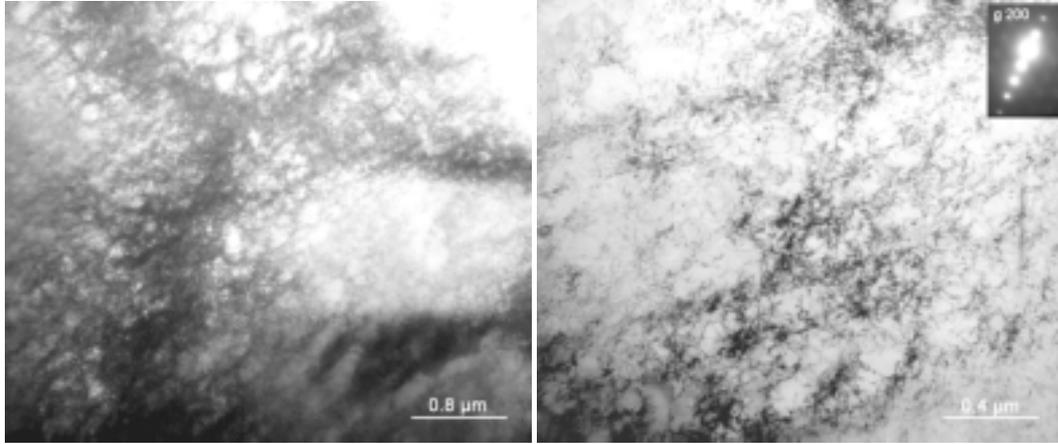


Figure 80 : Acier 316L(N) à l'état écroui : zone affectée simulée au quart-épaisseur, microscopie électronique en transmission

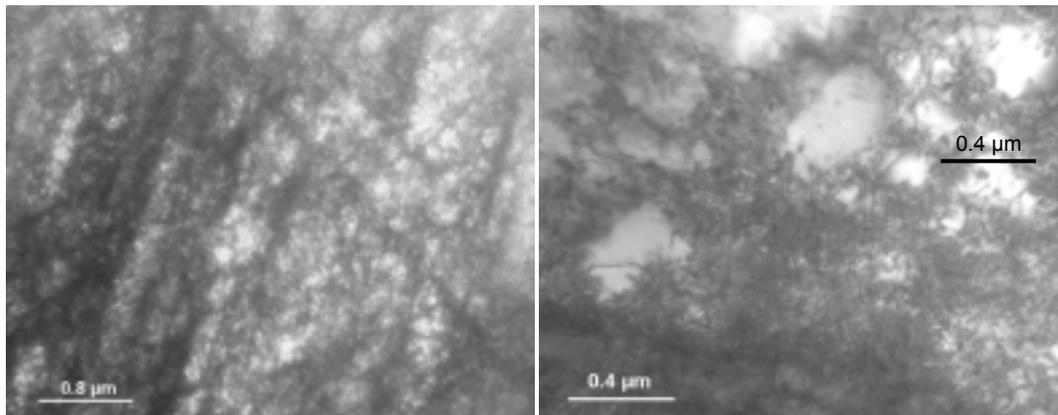


Figure 81 : Acier 316H à l'état écroui : zone affectée simulée au quart-épaisseur, microscopie électronique en transmission

II.3.2.4 Représentativité des zones affectées simulées non vieilles

On a juxtaposé dans le Tableau 18 les caractéristiques microstructurales au quart-épaisseur des zones affectées de la soudure n°1 en acier 316L(N) et celles de la zone affectée simulée du même acier. La taille de grains et la dureté des zones affectées simulées sont plus élevées que celles de zones affectées réelles, ce qui augmente le caractère conservatif des résultats à venir. Par ailleurs, le traitement de simulation conduit bien à une élévation de la densité de dislocations similaire à celle obtenue dans les zones affectées réelles. De plus, l'organisation des dislocations en cellules et en parois est bien retranscrite. Enfin, l'état de précipitation est conforme à celui des zones affectées réelles.

Nous n'avons pas réalisé d'étude comparative aussi poussée en ce qui concerne les zones affectées simulées aciers 316H et 316L à l'état non vieilli, mais il ne nous apparaît pas que des différences majeures en ce qui concerne les structures de dislocations puissent apparaître entre ces différentes nuances. La cinétique de précipitation est certes accélérée par l'augmentation de la teneur en carbone, mais sans doute pas suffisamment pour que des précipités intragranulaires puissent se développer pendant le soudage.

En conclusion, on peut dire que, dans les cas des aciers 316, la microstructure de la partie la plus écrouie des zones affectées par le soudage (entre 2 mm et 6 mm de la zone fondue) peut être reproduite par laminage entre 400°C et 600°C. Comme on l'a vu au paragraphe II.2.2, le niveau d'écrouissage de cette zone (et par conséquent sa dureté) augmente avec le nombre de passes de soudage. Or le taux de réduction d'épaisseur appliqué lors du laminage peut être choisi pour obtenir la dureté que l'on souhaite. Le laminage à température moyenne constitue donc un moyen à la fois simple et souple pour produire en grande quantité des zones affectées simulées.

Distance à la zone fondue :	Zone affectée réelle			Zone affectée simulée
	0.2 mm	3 mm	6 mm	
Taille moyenne de grains	45	45	45	60
Dureté Vickers sous 30kg	205	200	175	230
Densité de dislocations	$> 4.10^{14} /m^2$	$\sim 2.10^{14} /m^2$	$\sim 2.10^{14} /m^2$	$> 4.10^{14} /m^2$
Cellules	oui	peu marquées	peu marquées	oui
Sous-joints	quelques uns	non	non	non
Parois ou bandes	oui	oui	oui	oui
Précipitation intergranulaire	très faible	très faible	très faible	très faible
Précipités intragranulaires	non détectés	non détectés	non détectés	non détectés

Tableau 18 : Comparaison des caractéristiques microstructurales au quart-épaisseur des zones affectées réelles et simulées non vieilles, acier 316L(N)

II.3.3 Zones affectées simulées vieilles

On va étudier l'effet de deux types de vieillissement sur la microstructure des zones affectées simulées. Le premier type de vieillissement est représentatif du fonctionnement en service des composants soudés : quelques centaines ou quelques milliers d'heures à 600°C. C'est en effet à cette température que l'on réalisera la plupart des essais mécaniques présentés dans la partie suivante. Le deuxième type de vieillissement est plutôt représentatif des traitements de détensionnement des soudures : quelques heures à des températures comprises entre 550°C et 750°C. On se demande en effet quelle est la stabilité de la structure d'écroissage introduite lors du laminage et quelle est l'influence de la teneur en carbone et en azote sur cette stabilité.

II.3.3.1 Vieillissements de type fonctionnement en service

Nous avons prélevé des lames minces dans les parties faiblement chargées (< 90 MPa) des éprouvettes de fluage entaillées 464-301 et 941-43 en acier 316L(N) et 316H respectivement. Etant donnée la faiblesse de ces chargement nous pensons que l'on peut assimiler ce vieillissement à un vieillissement statique. La température d'essai est de 600°C et la durée est respectivement de 505 heures et de 215 heures pour l'acier 316L(N) et 316H.

La Figure 82 montre qu'après ces traitements thermiques la structure d'écroissage introduite lors du laminage ne semble pas affectée. En revanche, de nombreux précipités intergranulaires sont apparus (Figure 83). Cette constatation, conforme aux résultats tirés de l'étude bibliographique (cf. **Annexe A** § VIII.1.1.1, page 279), indique que les zones affectées simulées ainsi vieilles sont certainement sensibles à la corrosion intergranulaire.

Alors qu'on n'a pas pu détecter de précipitation intragranulaire dans l'acier 316L(N), la Figure 84 révèle la présence de nombreux carbures $M_{23}C_6$ dans l'acier 316H. Le temps de vieillissement de l'acier 316L(N) est pourtant plus long que celui de l'acier 316H. L'origine de cette différence est certainement la teneur en carbone, plus élevée dans l'acier 316H. On peut relever sur les observations de microscopie électronique en transmission une distance moyenne entre précipité de l'ordre de 100 nm, ce qui correspond approximativement à ce qu'on avait observé dans ce même acier à l'état de réception (vieilli 50000 h à 500°C).

Il sera très intéressant d'étudier les différences entre l'acier 316L(N) et l'acier 316H pour des essais de quelques centaines d'heures à 600°C car elles nous permettront peut-être de mieux cerner l'effet de « précipitation induite par écroissage » décrit dans la partie Bibliographie.

Nous avons mesuré la dureté des parties faiblement chargées des éprouvettes entaillées en acier 316L(N) testées en fluage à 600°C. Ces éprouvettes sont prélevées à mi épaisseur des tôles, la dureté initiale est donc de 215 HV₃₀. Nous avons pu constater que la dureté n'évoluait pas avec la durée d'essai. Elle reste égale à 215 ± 3 HV₃₀ au moins jusqu'à 6300 heures à 600°C. La structure d'écroissage développée à mi épaisseur des coupons pendant le laminage paraît donc stable à 600°C.

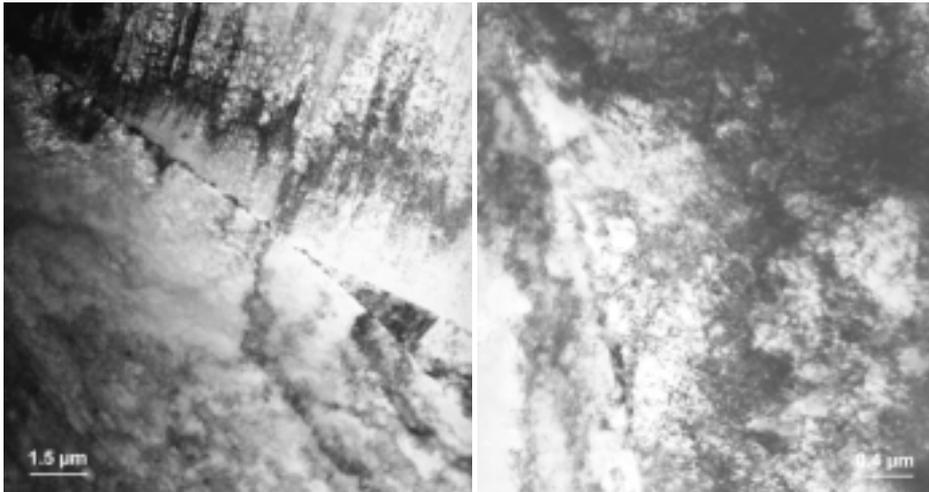


Figure 82 : Acier 316LN écroui puis vieilli 505 heures à 600°C, microscopie électronique en transmission

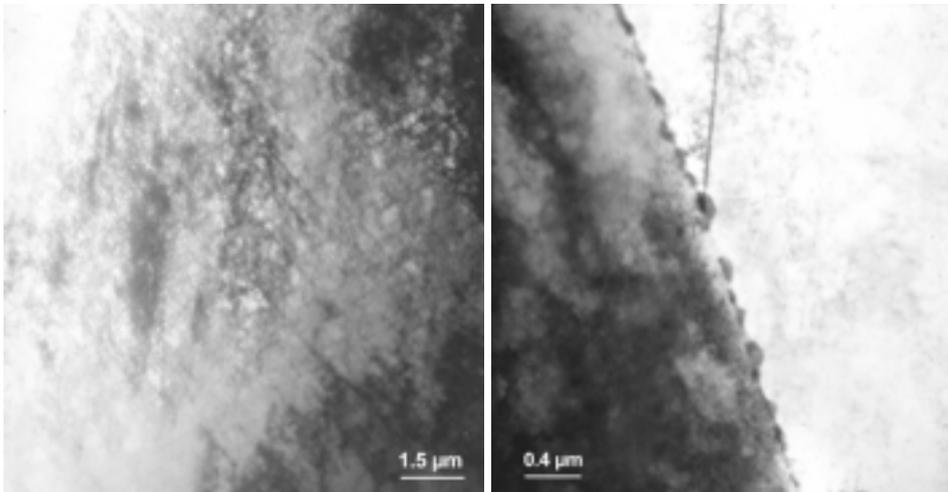


Figure 83 : Acier 316H écroui puis vieilli 215 heures à 600°C, microscopie électronique en transmission

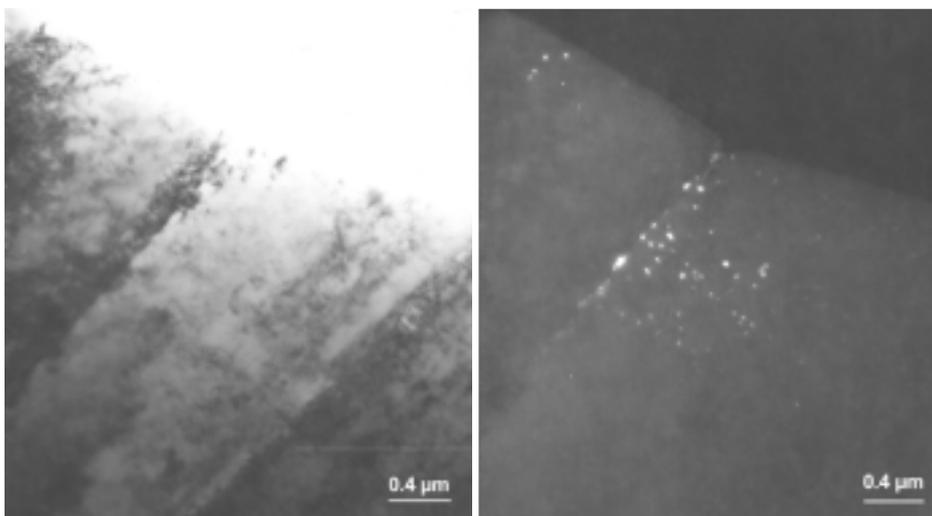


Figure 84 : Acier 316H écroui puis vieilli 215 heures à 600°C, microscopie électronique en transmission (la photo de droite a été réalisée en champ sombre pour révéler les carbures $M_{23}C_6$ inter et intragranulaires)

II.3.3.2 Vieillissement de type détensionnement des soudures

Nous avons mesuré la dureté Vickers sous 30 kg des zones affectées simulées par laminage après des vieillissements de 2 heures et de 24 heures à 550°C, 600°C, 650°C, 700°C et 750°C. Pour les aciers 316L(N) et 316H, 4 mesures ont été réalisées par état : à 2, 4, 6 et 8 mm de la surface. Pour l'acier 316L, 3 mesures ont été effectuées pour chaque état : à 2, 4 et 6 mm de la surface. Les résultats présentés sur la Figure 85 sont donc des moyennes par état. Ils montrent, conformément aux résultats présentés sur la Figure 13, page 27, tirée de l'article de Williams (1980), une baisse progressive de la dureté lorsque la durée et la température de traitement augmentent. Pour des vieillissements de 2 heures à 550°C, la dureté des aciers 316H et 316L(N) ne semble pas avoir évolué, alors que l'acier 316L s'est déjà adouci. De manière générale, la Figure 85 montre que l'acier 316L s'adoucit pour des températures et des durées plus faibles que les aciers 316L(N) et 316H. La dureté de ces états écrouis vieillis reste tout de même relativement élevée en comparaison de celle de l'état hypertrempé (135 HV₃₀).

On a présenté sur la Figure 86 des observations réalisées par microscopie électronique en transmission sur l'acier 316 L(N) écroui puis vieilli 2 heures à 700°C. Ces observations indiquent que la restauration est loin d'être aboutie. On a mesuré une densité de dislocations de l'ordre de $4.10^{14}/m^2$. La Figure 87 montre la microstructure de l'acier 316L écroui puis vieilli dans les mêmes conditions. La comparaison de cette figure à la précédente illustre le fait que l'acier 316L se restaure plus rapidement que l'acier 316L(N). Comme aucune précipitation intragranulaire n'a pu être détectée dans ces aciers, on pense que c'est l'azote en solution (sans doute couplé au molybdène) qui retarde la restauration.

Contrairement à l'acier 316L(N), l'acier 316H est certainement le siège de la précipitation de carbures intragranulaires lors des traitements au-dessus de 600°C. De nombreux auteurs cités dans l'étude bibliographique affirment que les carbures intragranulaires apparus par précipitation induite par écrouissage retardent la restauration du réseau de dislocations. Pourtant, la Figure 85 indique que la dureté de ces aciers évolue de façon identique lors des traitements thermiques. Il nous semble que le rôle de ces précipités intragranulaires ait été surestimé par le passé car les comparaisons s'effectuaient uniquement entre des aciers à haut carbone (qui précipitent rapidement et se restaurent lentement) et des aciers à bas carbone sans ajout d'azote (qui ne précipitent pas et qui se restaurent rapidement). L'ajout d'azote dans un acier à bas carbone ne favorise pas la précipitation de carbures intragranulaires alors qu'il retarde bien la restauration. L'effet durcissant des carbures M₂₃C₆ n'est apparemment pas plus efficace que celui du carbone et de l'azote en solution. On retiendra donc que les aciers à haute teneur en interstitiels résistent mieux à la restauration que les aciers à bas interstitiels, qu'il y ait précipitation ou non.

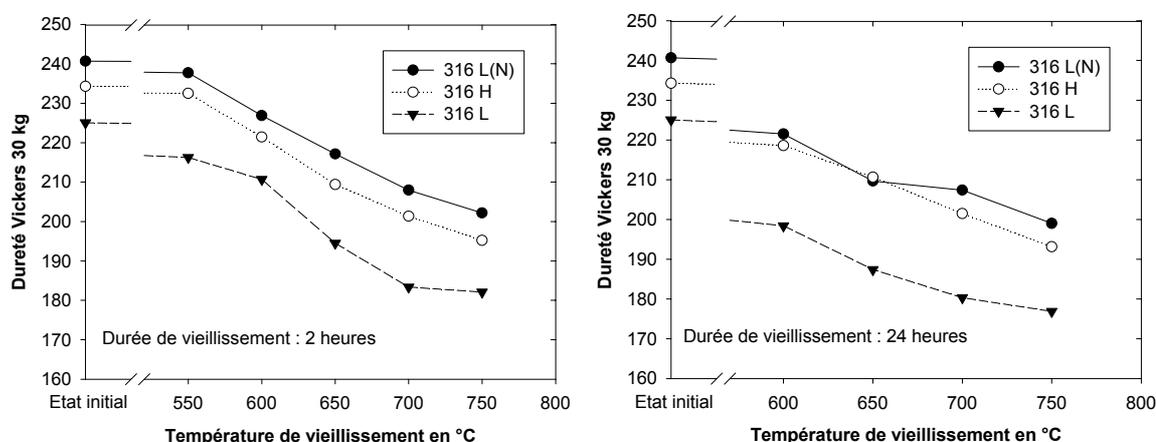


Figure 85 : Dureté Vickers des zones affectées simulées en fonction de la température et de la durée de vieillissement

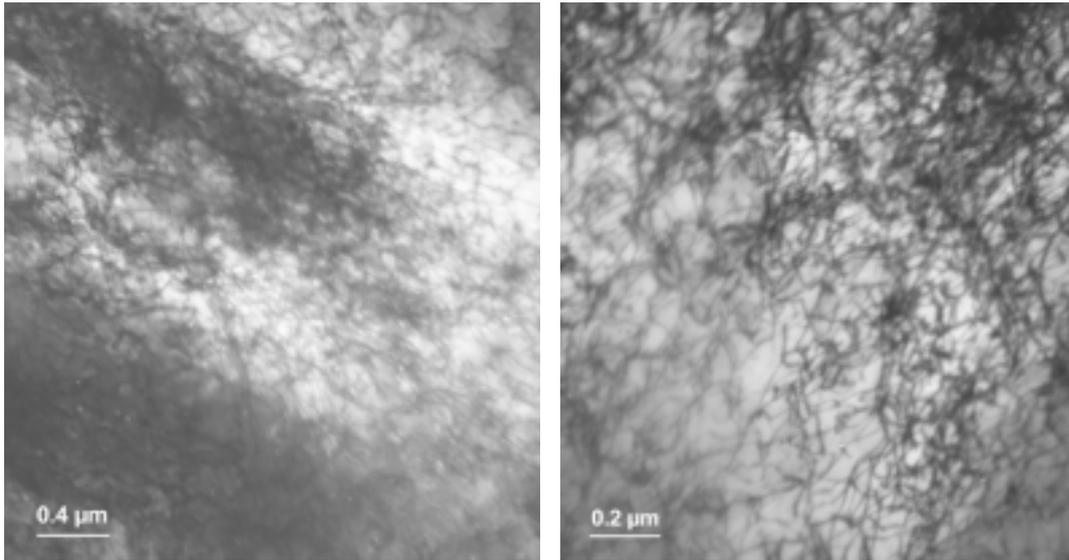


Figure 86 : Acier 316 L(N) écroui puis vieilli 2 heures à 700°C, microscopie électronique en transmission

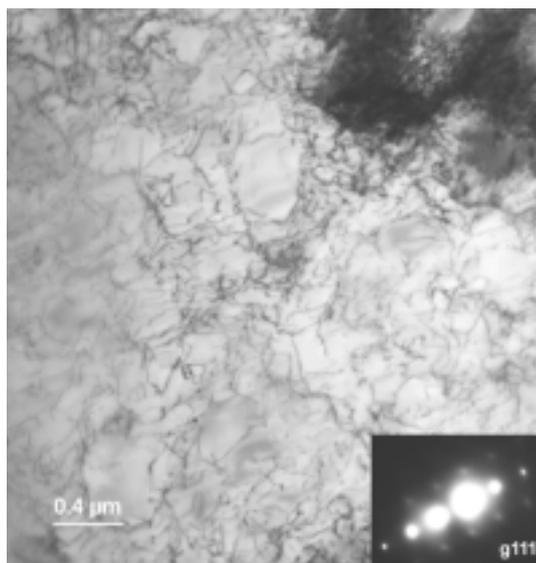


Figure 87 : Acier 316 L écroui puis vieilli 2 heures à 700°C, microscopie électronique en transmission

II.3.4 Résumé du paragraphe II.3

Analyse de zones affectées simulées

- *Afin de disposer de matériaux de référence, caractéristiques du métal de base non vieilli, les aciers 316 H et 316 L(N) ont subi une hypertrempe à 1170°C. La dureté de cet état hypertrempé vaut 135 HV₃₀ environ*
- *Par laminage entre 400°C et 600°C des trois aciers à l'état hypertrempé une microstructure représentative de la partie la plus dure (230 HV₃₀ environ) des zones affectées non vieilles a été reproduite*
- *L'écroissage par laminage n'étant malheureusement pas homogène dans l'épaisseur des tôles, nous serons attentifs dans la suite de l'étude au lieu de prélèvement des éprouvettes destinées aux essais mécaniques sur l'état écroui*
- *Pour les aciers 316H et 316L(N), ces "zones affectées simulées" que l'on appellera souvent état écroui, présentent, comme les zones affectées réelles non vieilles, une forte densité de dislocations arrangées en bandes ou en cellules, une faible précipitation intergranulaire de carbures M₂₃C₆ mais pas de précipitation intragranulaire*
- *Lorsque ces zones affectées simulées sont vieilles quelques centaines d'heures à 600°C, des carbures intragranulaires précipitent dans l'acier 316H mais pas dans l'acier 316L(N)*
- *La restauration de l'écroissage est plus lente dans le cas des aciers 316H et 316L(N) que dans le cas de l'acier 316L. Etonnamment, on n'observe pas de différence de cinétique de restauration entre l'acier 316H et l'acier 316L(N). La précipitation intragranulaire de carbures M₂₃C₆ induite par écroissage ne jouerait donc pas un rôle plus important dans le retard à la restauration que l'azote en solution*