
Etude bibliographique de la Corrosion So

Contrainte (CSC) des alliages à base de nickel

De nombreuses études ont été menées sur l'ensemble des matériaux utilisés dans les REP afin d'anticiper leur comportement et de prévenir la fissuration de ces derniers dans les conditions nominales et accidentelles. Dans ce chapitre bibliographique, nous nous intéresserons aux études portant sur les alliages à base de nickel mais plus particulièrement à celles concernant le comportement des alliages à base de nickel soudés.

Après avoir abordé les généralités concernant le comportement des alliages à base de nickel soudés et non soudés, nous nous intéresserons à l'influence des paramètres liés à la CSC. La dernière partie sera consacrée aux études visant à améliorer la compréhension du comportement à l'amorçage ou à la propagation de fissures par CSC, en tenant compte de la caractérisation de la microstructure et du comportement mécanique.

I.1 Généralités sur le comportement en CSC des alliages à base de nickel

Depuis Coriou *et al.* [Coriou1959], un grand nombre d'études a concerné les alliages à base de nickel en milieu primaire REP et notamment l'Alliage 600, qui est l'un des premiers alliages à base de nickel utilisé dans les circuits primaires. En raison de l'apparition plus tardive des fissures de CSC dans les soudures en alliages à base de nickel, ce n'est que depuis le début des années 90 que des études concernant les alliages à base de nickel soudés sont entreprises, notamment sur les alliages 82 et 182, [Mullen1992] [Buisine1994].

La CSC est un phénomène complexe faisant intervenir plusieurs paramètres simultanément. Ces paramètres sont directement liés aux trois facteurs contribuant à la dégradation du matériau par CSC (Figure 0-4), soit :

- l'influence des paramètres métallurgiques de l'alliage (composition chimique, microstructure, sens de prélèvement des éprouvettes, etc...),
- l'influence du milieu corrosif (température, pression partielle d'hydrogène dans le milieu, chimie, pH, etc...),
- l'influence de l'état de contrainte mécanique (solicitation mécanique, présence de contraintes résiduelles).

Les études visant à comprendre le comportement en CSC des alliages à base de nickel A600/A690 et A182/A82 ont révélé des similitudes et des différences, explicitées dans ce chapitre. Des informations concernant la couche d'oxyde formée en surface de ces alliages sont également décrites.

I.1.1 La couche d'oxyde

Tout d'abord, les études de la corrosion des métaux commencent par la caractérisation de la couche d'oxyde formée en leur surface au cours des essais en milieu. En effet, la formation de cette couche est la première étape intervenant pendant la période d'incubation du mécanisme de CSC. Certains auteurs, comme Marchetti [Marchetti2010], étudient particulièrement la formation de cette couche ainsi que son évolution au cours du temps d'exposition en milieu corrosif. Le but de ces études est d'améliorer le plus précocement possible la tenue à la ruine du matériau, qui débute par la rupture de la première barrière que constitue la couche d'oxyde. La caractérisation de ces couches permet d'identifier à la fois leur morphologie et leur composition chimique. Il a été observé dans la littérature ([Marchetti2010]

et [Panter2006]) que les couches d'oxyde sont similaires quelles que soit la nature des alliages à base de nickel, soudés ou non soudés. Elles sont constituées (Figure I-1) :

- d'une couche externe discontinue et non-compacte composée de cristallites dont la taille varie entre quelques dizaines de nanomètres et quelques micromètres, et pouvant se présenter sous différentes formes : plaquettes, pyramides, filaments ou aiguilles,
- d'une couche interne continue et compacte parfois composée de plusieurs sous-couches.

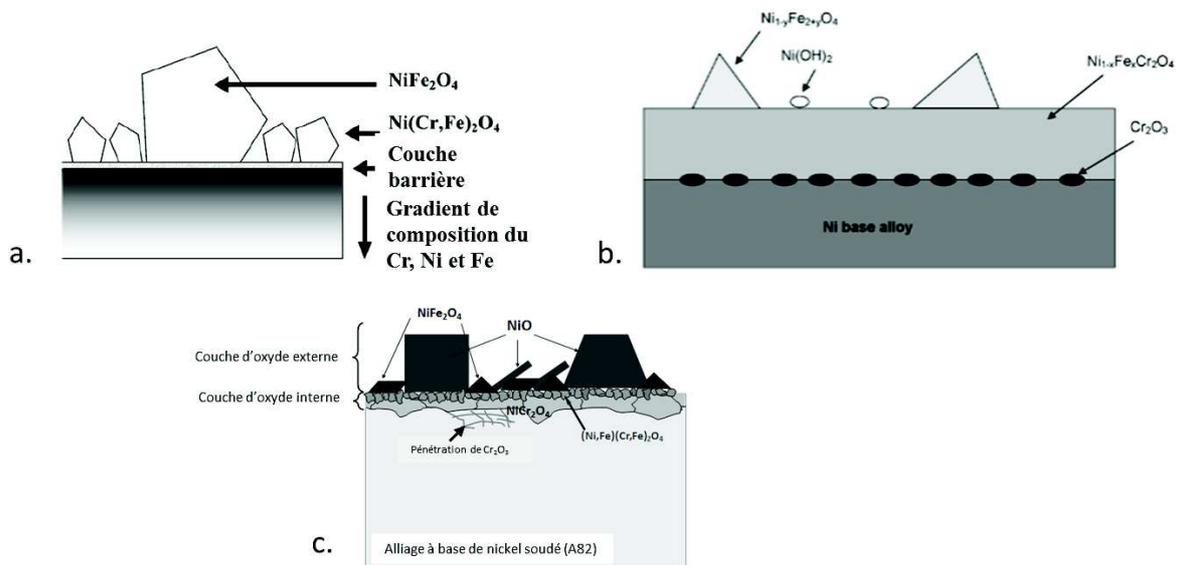


Figure I-1 : Schéma des couches d'oxyde duplex observées sur l'Alliage 600 en milieu primaire à 360°C par Panter et al. [Panter2006] (a.), sur l'Alliage 690 en milieu primaire à 325°C par Marchetti et al. [Marchetti2010] (b.) et sur l'Alliage 82 en milieu primaire à 340°C par Chaumon et al. [Chaumon2012] (c.)

Le tableau donné en annexe 1 propose une synthèse des couches d'oxydes observées en surface des alliages à base de nickel en milieu primaire REP et en milieu vapeur d'eau hydrogénée.

Les auteurs s'accordent sur la présence d'une couche externe composée de cristallites de type spinelles riches en nickel et en fer : NiFe_2O_4 . Les observations montrent qu'il existe deux populations de cristallites en termes de taille : des petits cristallites faisant quelques dizaines de nanomètres et des gros cristallites faisant plusieurs centaines de nanomètres et pouvant aller jusqu'à 3 μm . Delabrouille *et al.* [Delabrouille2005] et Dozaki *et al.* [Dozaki2010] ont mis en évidence la formation de filaments d'oxyde riches en nickel dont la présence dépend de la teneur en chrome du matériau d'après Delabrouille *et al.* ou de la pression d'hydrogène dans le milieu d'après Dozaki *et al.*. Ces filaments d'oxyde sont principalement composés de nickel et sont soit de type NiO ou $\text{Ni}(\text{OH})_2$ [Marchetti2010], soit de type NiFe_2O_4 [Delabrouille2005].

La couche d'oxyde interne est, quant à elle, riche en chrome. Elle est généralement décrite comme double avec une partie externe de type chromite mixte de fer et de nickel $\text{Ni}(\text{Fe,Cr})_2\text{O}_4$ et une partie interne de type Cr_2O_3 (annexe 1). Cette dernière est parfois présente sous forme de nodules [Marchetti2010]. La formation de cette couche peut entraîner, selon certains auteurs, un appauvrissement en chrome dans le substrat proche de cette dernière sur une épaisseur de plusieurs nanomètres ([Delabrouille2005], [Panter2006] et [Dozaki2010]).

Un milieu de vapeur d'eau ultra-pure hydrogénée à 400°C est utilisé dans le but d'accélérer l'amorçage de fissures par CSC tout en gardant les mêmes mécanismes d'amorçage et de propagation [Buisine1994] [Jacko2003] [Economy1987]. C'est ce milieu qui a été choisi pour notre étude. Une comparaison des couches d'oxydes formées sur des coupons en Alliage 82

exposés en milieu primaire nominal à 340°C et en milieu vapeur d'eau à 400°C avec 0,7 bar de pression partielle d'hydrogène sur les alliages à base de nickel soudés (A82) a été réalisée par Chaumon *et al.* [Chaumon2012]. La comparaison des couches a mis en évidence, dans les deux cas, la formation d'une couche d'oxyde duplex avec une couche externe discontinue, composée de cristallites d'oxyde enrichis en fer et en nickel, et une couche interne continue enrichie en chrome. Cependant, certaines différences ont été observées (Figure I-2). En effet, la couche interne est de type chromite mixte $Ni(Fe,Cr)_2O_4$ dans le milieu primaire alors qu'elle est à dominance chromine Cr_2O_3 dans le milieu vapeur d'eau hydrogénée. Par ailleurs, la présence d'oxyde externe de type NiO , soit sous la forme de filaments ou de gros cristallites, n'a été observée que dans le cas du milieu primaire. Notons de plus que des pénétrations d'oxyde riches en chrome ont été observées le long des joints de grains de l'alliage [Chaumon2012].

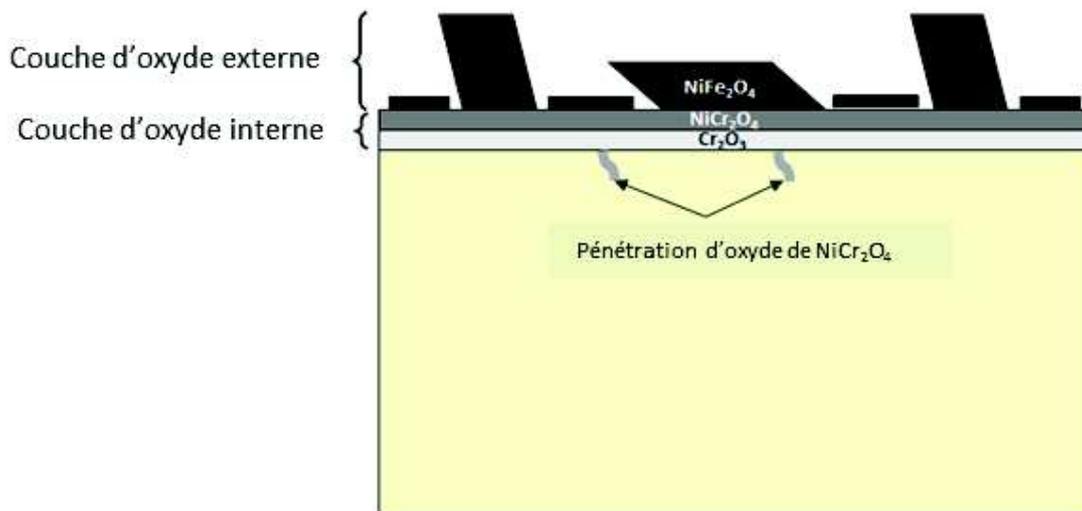


Figure I-2 : Schéma de la couche duplex observée en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C sur l'Alliage 82 par Chaumon *et al.* [Chaumon2012]

I.1.2 Les similitudes et différences de comportement en CSC des alliages à base de nickel soudés et non soudés

A la suite des caractérisations de la couche d'oxyde, les études se tournent vers la compréhension des mécanismes d'amorçage et de propagation des fissures. Pour cela, des essais en laboratoire en milieu primaire entre 285°C et 360°C ou en milieu de vapeur d'eau à 400°C sont mis en œuvre tels que :

- pour l'étude de l'amorçage : des essais de traction avec pilotage du déplacement ou de la contrainte ; des essais à chargement constant pour les essais de fluage ou à chargement cyclique pour les essais de fatigue, ainsi que des essais statiques à déformation imposée à l'aide d'éprouvettes de type U-bend ou RUB (Figure I-3) [Economy1987] [Richey2005] [Vaillant2005],
- pour l'étude de la propagation : des chargements cycliques ou monotones sont principalement appliqués sur des éprouvettes CT (Compact Tension) (Figure I-4) instrumentées ou non d'un suivi électrique qui permet de mesurer in-situ la chute de potentiel, qui est corrélée à la vitesse d'avancée de la fissure de CSC [Mills2003].

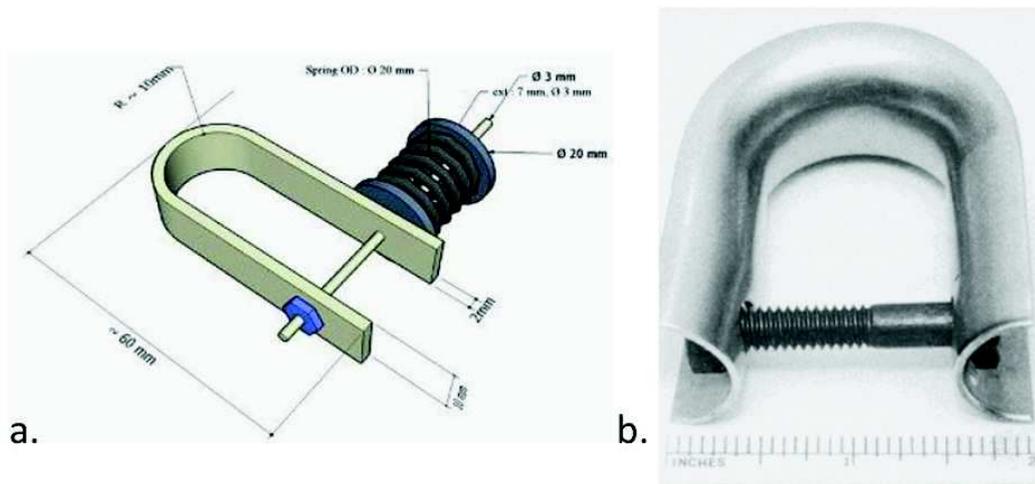


Figure I-3 : Schéma (a.) d'une éprouvette U-bend munie d'un ressort pour maintenir la sollicitation durant toute la durée de l'essai [Calonne2010], (b.) photographie d'éprouvette RUB (Reverse U-Bend) [Economy1987]

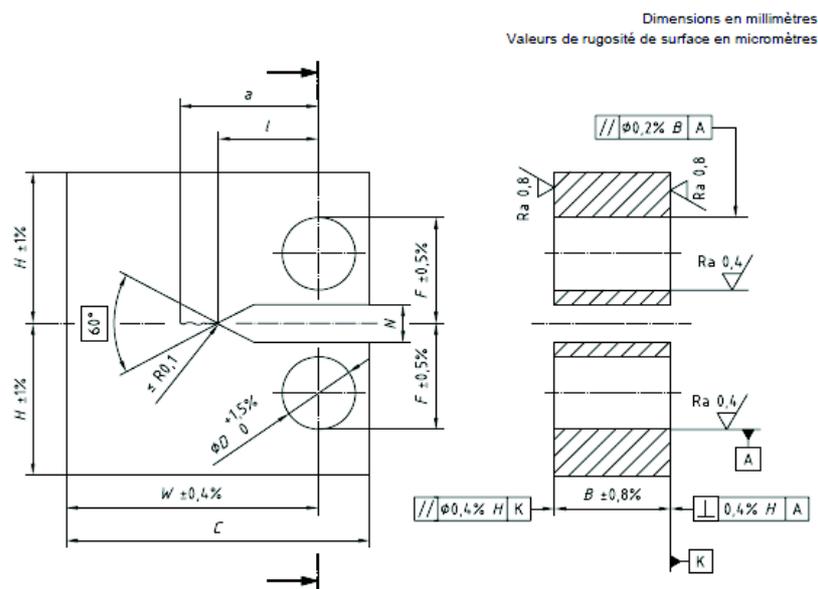


Figure I-4 : Schéma d'une éprouvette CT [Helie2003]

De manière générale, le mécanisme d'amorçage et de propagation des fissures de CSC est thermiquement activé.

Les essais d'amorçage et de propagation ont mis en évidence une fissuration majoritairement intergranulaire ([Alexandreanu2005] [Paraventi2005] [Scott2005] et [Vaillant2006]). Les énergies d'activation apparente d'amorçage ont été déterminées à partir des essais d'amorçage. Fyfitch [Fyfitch2012] propose un intervalle d'énergie apparente d'amorçage compris entre 188 et 230 kJ/mol. Ce résultat est basé sur une compilation d'analyses effectuées par plusieurs équipes et pour lesquelles les méthodes d'essais peuvent varier. Cependant, d'autres auteurs ([Amzallag2001], [Pathania2002] et [Vaillant2005]) s'accordent sur la valeur moyenne de 185 kJ/mol.

Les temps à l'amorçage mis en évidence pour l'Alliage A600 sont plus faibles que ceux révélés par les alliages à base de nickel soudés A82 et A182 [Economy1987] [Buisine1994] [Richey2005] [Dozaki2010]. En effet, Economy *et al.* ont mis en évidence des temps à l'amorçage de l'A600 en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C inférieurs à 1000h tandis que Dozaki *et al.* (320°C) et Richey *et al.* (360°C) ont mis en évidence des temps à l'amorçage

de l'Alliage 600 en milieu primaire inférieurs à 2000h et 4000h, respectivement. En comparaison, les temps à l'amorçage des alliages 82 ont été estimés à 6500h pour l'A82 par Buisine *et al.* [Buisine1994] sur des éprouvettes RUB testées en milieu primaire REP à 360°C (1000 ppm B, 2 ppm LiOH, conditionné à 125°C avec 4 bar de pression d'hydrogène). Dans ces mêmes travaux, une exception a été observée sur une éprouvette RUB en Alliage 82 avec un temps à l'amorçage de 2000h. Des différences du temps à l'amorçage ont également été observées entre les alliages 182 avec des temps à l'amorçage pouvant être 6 à 10 fois plus élevés pour les A82 que pour les A182 en milieu primaire à 360°C [Boursier2005] [Richey2005] [Vaillant2006].

Les efforts de recherche se sont surtout focalisés sur la caractérisation des essais de propagation des fissures de CSC et la détermination de leur vitesse de propagation. Comme écrit précédemment, ces vitesses peuvent être déterminées à l'aide d'un dispositif électrique installé pour la durée de l'essai et qui mesure la chute de potentiel liée à l'avancée de la fissure, ou bien directement d'après l'observation des faciès de rupture et la connaissance de la durée de l'essai. Avec les observations des faciès, la vitesse moyenne est estimée à partir de la distance du front de fissuration pour les alliages A600 et à partir de la fissure la plus longue pour les faciès des alliages 82 et 182. Les auteurs s'accordent tout de même sur une valeur moyenne d'énergie d'activation apparente de propagation de fissures à 130 kJ/mol ([LeHong2001a], [Pathania2002], [Vaillant2001] et [Vaillant2005]). Une synthèse des vitesses de propagation mesurées par différentes équipes est proposée par l'EPRI [EPRI2002] pour les alliages 82/182/13282 et 132 pour les valeurs maximales sur la Figure I-5 et les valeurs moyennes la Figure I-6. Sur ces figures, la vitesse de propagation des fissures est reportée en fonction du facteur d'intensité des contraintes. Une forte dispersion des résultats est ainsi mise en évidence avec des écarts de plusieurs ordres de grandeur [EPRI2002] [Mullen1992] [Mills2003] [Mills2005] [Guerre2011].

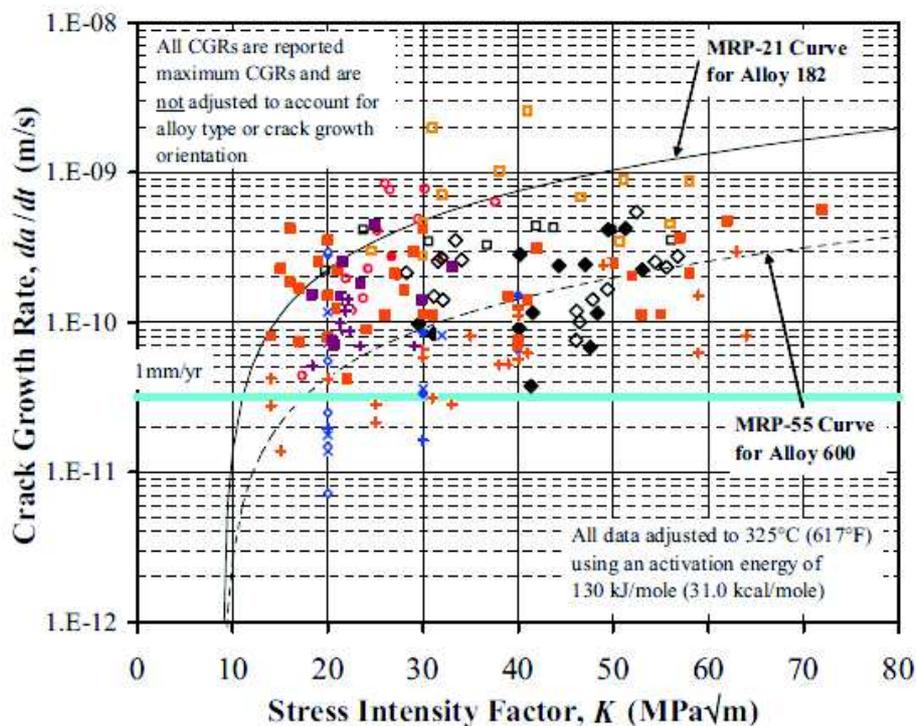


Figure I-5 : Vitesses de propagation maximales des fissures en fonction du facteur d'intensité des contraintes des Alliages 82, 182 et 132 (également un alliage à base de nickel soudé) à 325°C (ligne bleue correspondant à une vitesse de 1mm/an) ([White2005] d'après [EPRI2002]).

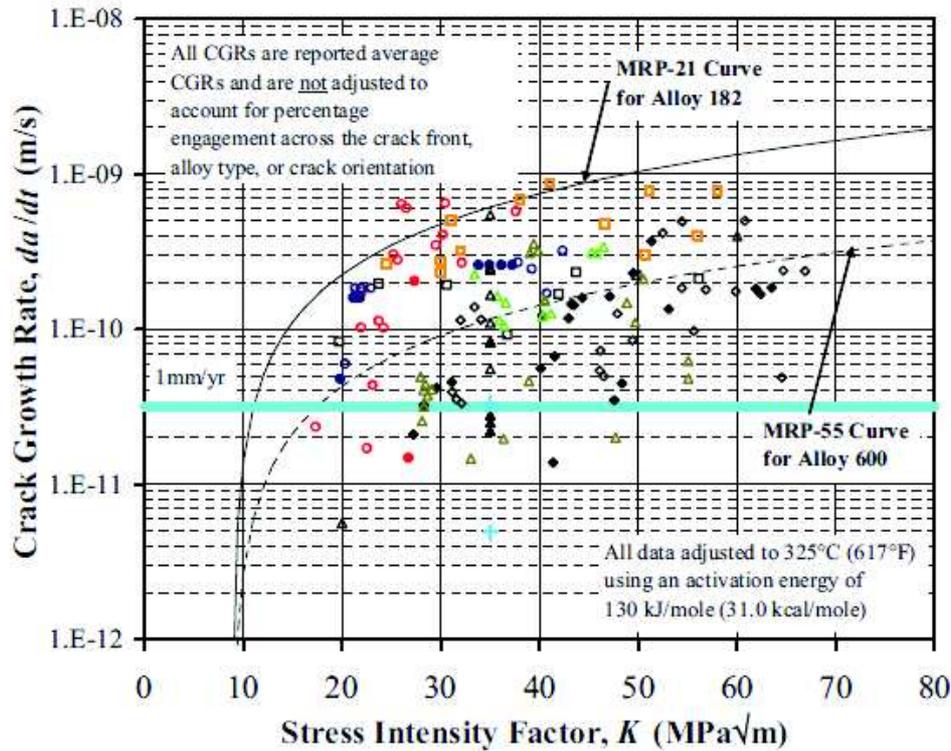


Figure I-6 : Vitesses de propagation moyennes des fissures en fonction du facteur d'intensité des contraintes des Alliages 82, 182 et 132 (également un alliage à base de nickel soudé) à 325°C (ligne bleue correspondant à une vitesse de 1mm/an) ([White2005] d'après [EPRI2002]).

Les figures précédentes révèlent une dispersion des vitesses de propagation en milieu primaire à 325°C pour ces alliages de 1×10^{-11} m/s à 1×10^{-9} m/s pour des facteurs d'intensité des contraintes variant de 20 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ à 70 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.

Ces dispersions de vitesses de propagation des fissures de CSC observées sur les alliages à base de nickel soudés nous amènent à nous interroger sur leurs origines. La première raison pourrait être expliquée par les conditions de mesures des vitesses de propagations qui ne sont pas identiques pour l'ensemble des équipes avec l'utilisation soit de la méthode de suivi électrique, soit de la méthode de mesure par observation des faciès de rupture suivant la longueur moyen ou maximale des fissures [Pathania2002]. La deuxième raison, non négligeable, met en cause les alliages à base de nickel soudés eux-mêmes et leur microstructure résultant de la solidification de l'alliage. En effet, pendant le refroidissement lors de l'opération de soudage, la microstructure se solidifie en grains colonnaires composés de paquets de dendrites faiblement désorientées les unes par rapport aux autres. Cette microstructure est anisotrope et présente des tailles de grains qui peuvent être de plusieurs millimètres ([Couvant2011] [Chaumun2015]). Ce type de microstructure est différent de celui observé sur les alliages 600 qui présentent des microstructures plutôt composées de grains équiaxes. Les Figure I-7 et Figure I-8 permettent de faire une comparaison entre la microstructure à grains équiaxes de l'A600 et à grains colonnaires dendritiques de l'A82, respectivement.

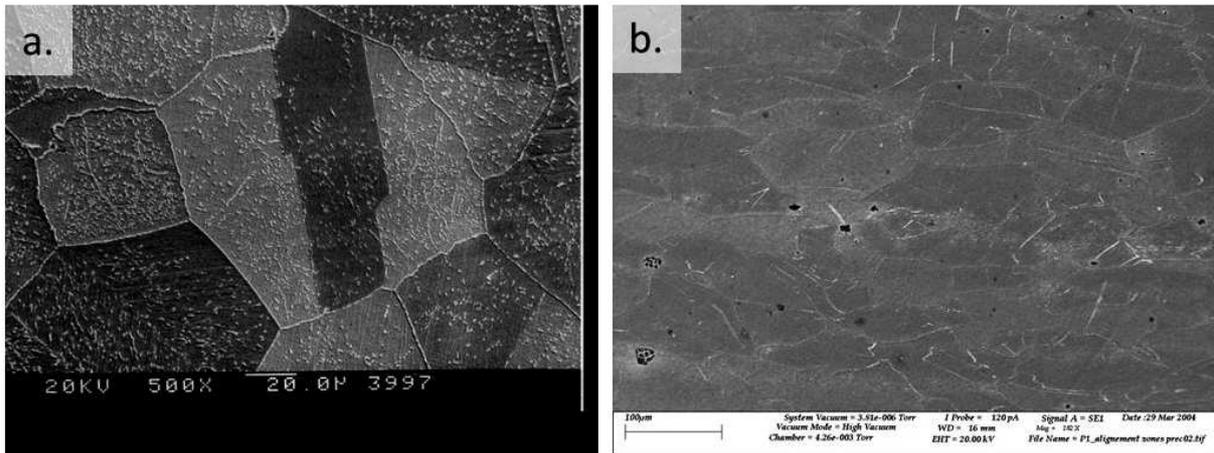


Figure I-7 : Observations au MEB de la microstructure de l'A600 révélée après attaque chimique par une solution de brome-méthanol, (a) [Lee2001] et (b) [Guerre2004]

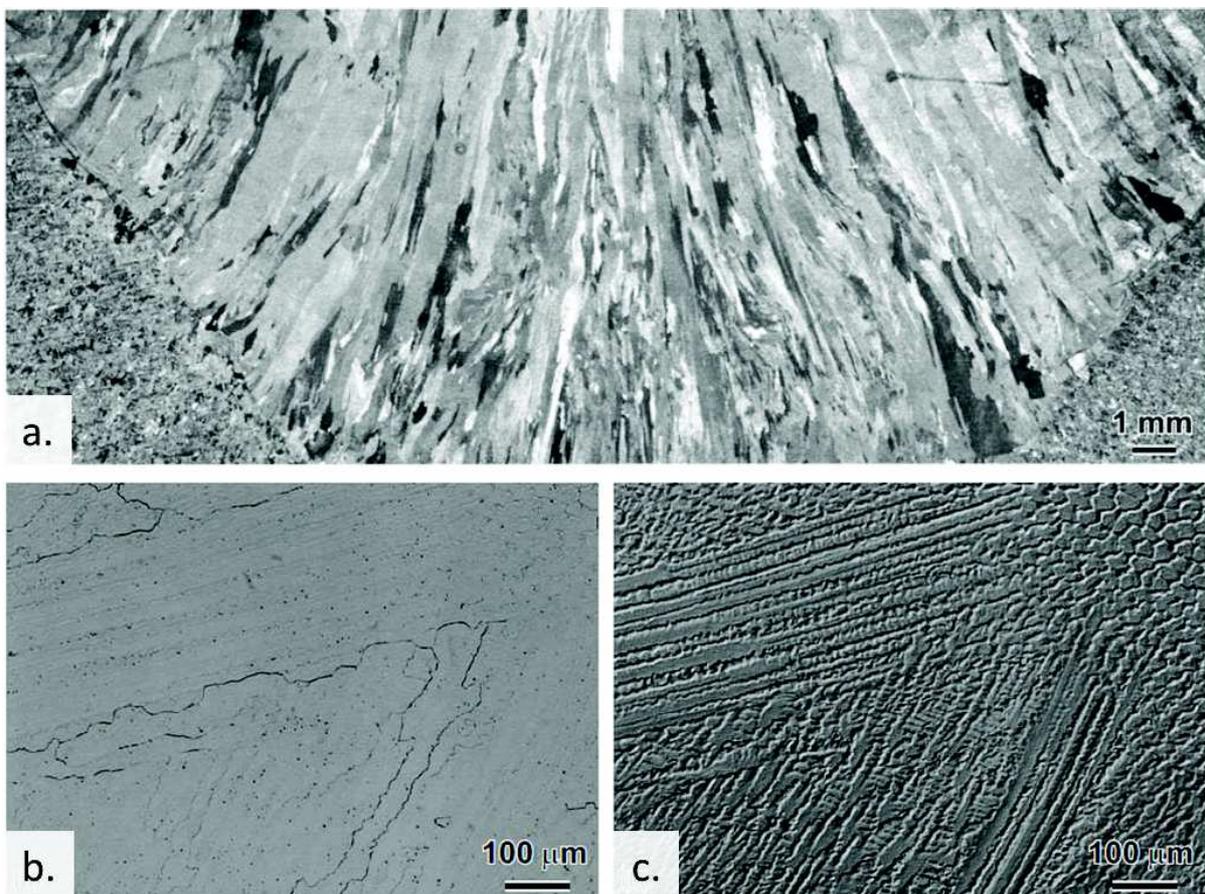


Figure I-8 : Observation macroscopique transverse de la microstructure de grains colonnaires d'un A82 soudé (a.), observation microscopique des dendrites qui composent la structure colonnaire de l'A82 révélant les joints de dendrites et la précipitation intergranulaire (b.) et une observation de la même zone (c.) en contraste noir révélant les zones dendritiques et des espaces interdendritiques par microscopie optique [Brown2005]

L'anisotropie de la microstructure colonnaire dendritique influence probablement le comportement en CSC des alliages soudés. Par ailleurs, la taille macroscopique des grains colonnaires induit un Volume Élémentaire Représentatif (VER) de l'ordre de quelques cm^3 , volume qui est supérieur au volume des éprouvettes utilisées pour les essais d'amorçage ou de propagation par CSC. Mills [Mills2003] [Mills2005] a constaté une différence de vitesse de propagation d'un facteur 2 à 5 entre des éprouvettes provenant d'un même moule de soudure

et des dispersions d'un facteur 10 lors de la comparaison de la vitesse de propagation d'un même alliage à base de nickel mais provenant de moules différents.

Le type de soudage et les paramètres utilisés pour la réalisation des moules de soudure peuvent ne pas être identiques dans l'ensemble des études reportées par l'EPRI [EPRI2004] [Pathania2002]. Les paramètres de soudage peuvent influencer la microstructure, ce point sera discuté dans le paragraphe II.1.2.

De plus, les compositions chimiques des métaux déposés, notamment les taux de carbone et de chrome, peuvent ne pas être identiques entre les différents alliages à base de nickel soudés étudiés, ce qui entraîne des différences significatives sur la distribution et la localisation des précipités [Sennour2013]. Ces diverses sources d'hétérogénéités expérimentales, conséquence des diverses histoires thermomécaniques subies, se traduisent donc par des microstructures variées caractérisées par des taux de couverture de précipités différents.

La différence de composition chimique (Tableau 0-2) et de microstructure entre les alliages à base de nickel de type A600 et les alliages à base de nickel soudés de type A182 et A82 implique des différences de comportement en CSC, notamment en ce qui concerne la vitesse de propagation et les temps à l'amorçage. Ces conclusions ne permettent donc pas d'appliquer aux métaux soudés, A182 et A82, les modèles empiriques proposés par Scott [Scott2001] basés sur le retour d'expérience acquise sur les alliages 600 et visant à estimer le temps à rupture des alliages à base de nickel. Il est donc nécessaire de procéder au même plan d'expériences pour déterminer les paramètres pertinents pour chacun des matériaux utilisés. Les différents paramètres influençant le comportement des alliages à base de nickel soudés seront explicités dans les paragraphes suivants.

I.2 Influence des paramètres « matériaux », environnement et mécanique sur le comportement en CSC des alliages à base de nickel soudés

I.2.1 Influence du matériau

En France, le choix des matériaux utilisés dans la réalisation d'installations nucléaires de type REP est réglementé et doit respecter les normes éditées par le code RCC-M (Règles de Conception et de Construction des Matériels mécaniques des îlots nucléaires des REP) [AFCEN2012]. Il existe tout de même une certaine variabilité entre les matériaux utilisés du fait de l'amplitude des spécifications permises, que ce soit au regard de la composition chimique, des procédés de mise en forme ou des procédures des traitements thermomécaniques utilisés. Comme il a été vu précédemment, la microstructure anisotrope des alliages à base de nickel soudés semble avoir une influence non négligeable sur le comportement en CSC [Scott2007] [Chaumon2015]. Par conséquent, le temps à l'amorçage et/ou la vitesse de propagation des fissures dans les alliages à base de nickel soudés sont donc sujets à de nombreuses variations paramétriques qui font l'objet de l'étude bibliographique ci-dessous.

I.2.1.1 Sens de prélèvement des éprouvettes

La microstructure des Alliages 82 et 182 est une microstructure complexe et anisotrope, consistant en des grains colonnaires composés de paquets de dendrites faiblement désorientées les unes par rapport aux autres [Vaillant2006]. C'est pourquoi les différentes directions de prélèvement des éprouvettes vis-à-vis des paramètres morphologiques doivent être définies (Figure I-9). L'axe principal de croissance des dendrites est perpendiculaire à la direction du dépôt du cordon (axe noté S), ce qui implique que les grains présentent une morphologie très anisotrope dans les plans TS et LS tandis que dans le plan TL, les grains apparaissent plus équiaxes [Chaumon2015].

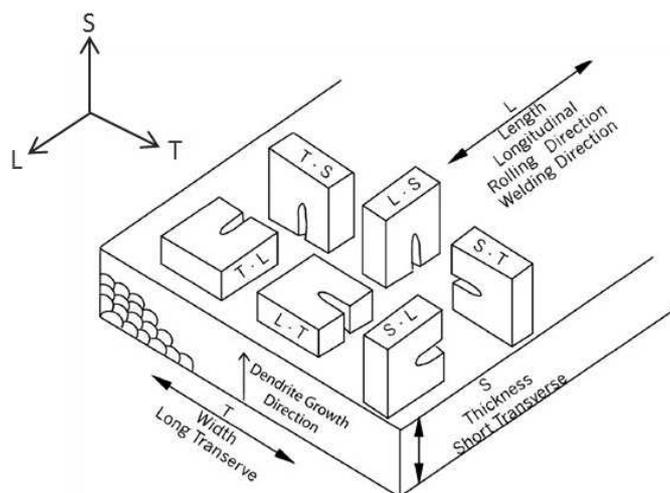


Figure I-9 : Sens de prélèvement des éprouvettes CT suivant la direction de soudage L, la largeur de la soudure T et l'épaisseur de la soudure S [White2005]

La microstructure atypique des alliages soudés peut conduire à l'obtention d'une forte dispersion des résultats que ce soit en amorçage ou en propagation du fait de l'orientation privilégiée des grains ([Amzallag2001], [Scott2005]).

Toutefois, il a été observé que, quelle que soit la direction de prélèvement l'amorçage et la propagation des fissures par CSC sont préférentiellement perpendiculaires à l'axe de sollicitation des éprouvettes favorisant ainsi le mode I d'ouverture des joints de grains [Scott2015] [Wehbi2014] [Chaumun2015]. En effet, Scott *et al.* [Scott2005] ont réalisé des essais de CSC à l'aide de capsules prélevées dans des soudures en A182 (Figure I-10). Ces essais ont mis en évidence un amorçage des fissures intergranulaires lorsque le sens de croissance des dendrites est perpendiculaire à la sollicitation principale.

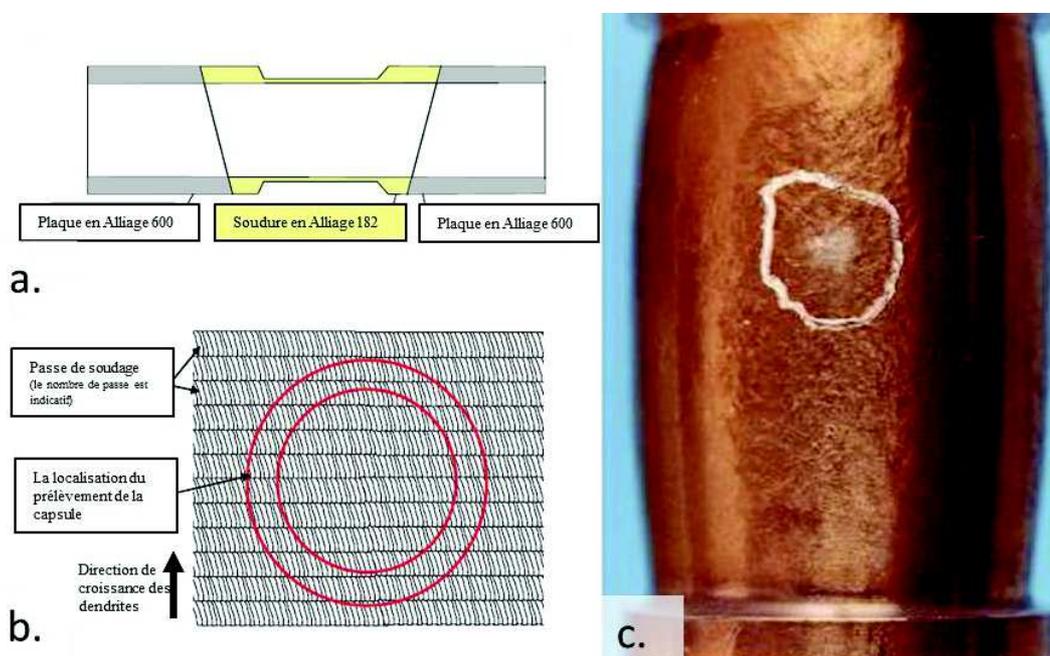


Figure I-10 : (a.) Schéma de la coupe longitudinale d'une capsule prélevée dans une soudure en A182, (b.) schéma de la coupe transversale de la capsule et (c.) vue macroscopique d'une capsule après essai de CSC en milieu primaire sous une sollicitation de pression interne [Scott2005]

L'influence du sens de prélèvement des éprouvettes sur le front de propagation est d'autant plus explicite que celui-ci ne présente pas de front de propagation homogène aussi bien pour

un même sens de prélèvement (Figure I-11) que pour des sens de prélèvement différents (comparaison entre les Figure I-11 et Figure I-12) ([Mills2005] [Vaillant2005] [Garcia2006] [Jenssen2006] [Guerre2011]). Le front de propagation est intergranulaire et composé de ligaments de propagation de fissures de CSC qui sont observables sur les Figure I-11 et Figure I-12. Sur ces figures, les zones oxydées correspondent aux zones de décohésion par CSC des éprouvettes CT ouvertes par fatigue après essai. Ce type de front de propagation irrégulier de fissures de CSC est différent pour un même alliage suivant le sens de prélèvement (TS) ce qui semble être une explication de la dispersion des vitesses de propagation constatée dans la littérature.

Les études concernant l'influence du sens de prélèvement sur la vitesse de propagation des dendrites révèlent une vitesse plus élevée lorsque les éprouvettes sont prélevées suivant le plan TS (plan de fissuration parallèle au sens de croissance des grains dendritiques (Figure I-11)) vis-à-vis du plan TL (plan de fissuration perpendiculaire au sens de croissance des grains dendritiques (Figure I-12)) [Mills2005] [Vaillant2006]. Cette vitesse de propagation dans le plan TS vis-à-vis du plan TL peut être 2 à 5 fois plus élevée d'après [LeHong2001a], [Paraventi2005], [Vaillant2005] et [Garcia2006] et 5 à 10 fois plus élevée d'après [Pathania2002] pour les alliages à base de nickel soudés 182 et 82. Notons de plus, un effet accélérateur d'une sollicitation dynamique, comme un chargement trapézoïdal (chargement-déchargement toutes les heures avec $R=0,9$ à une fréquence de $2,8 \times 10^{-4}$ Hz), vis-à-vis d'une sollicitation statique [Vaillant2005].

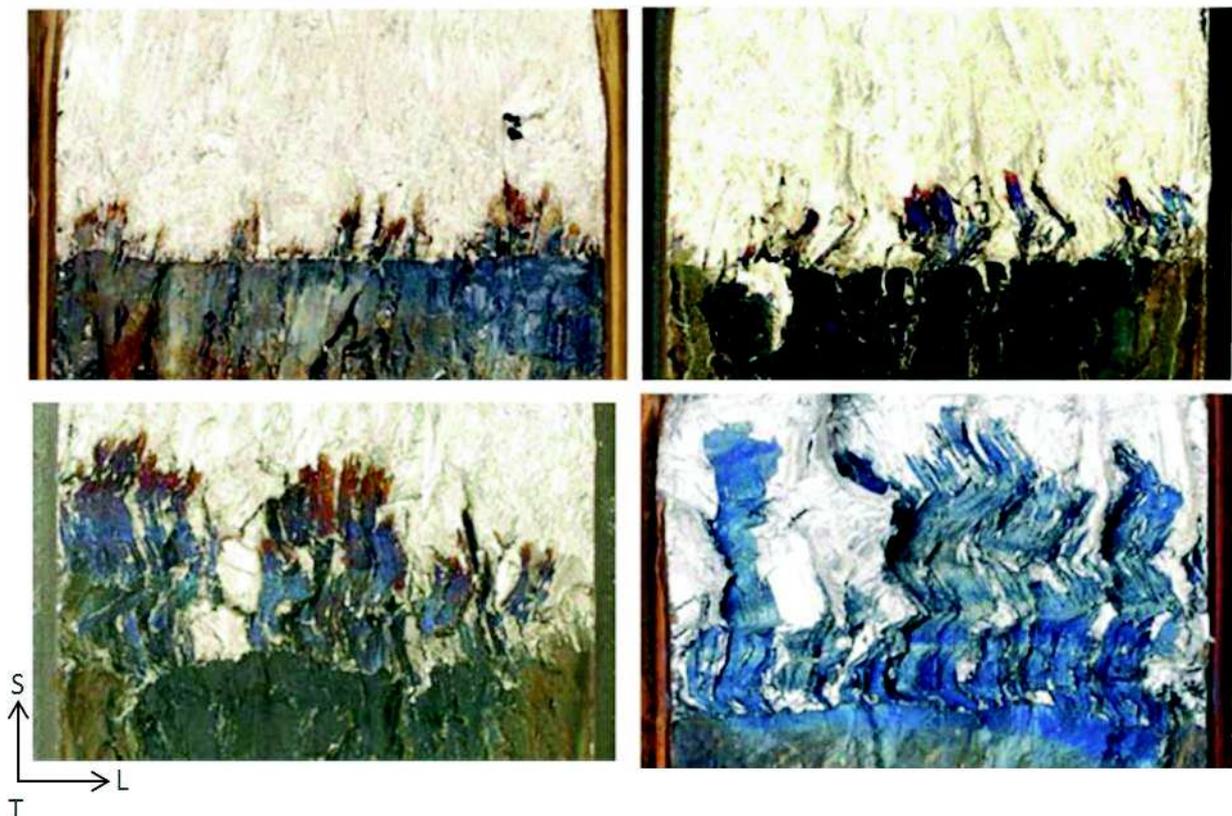


Figure I-11 : Faciès de rupture d'éprouvette CT en Alliage 82H (composition chimique semblable à l'A82 mais avec un taux de carbone $>0,3\%$) après essai de propagation en milieu primaire à 338°C , la direction de propagation est parallèle au sens de croissance des dendrites (TS, Figure I-9) et sont composées d'amorces localisées de CSC réparties de façon hétérogène le long du front de pré-fissuration [Mills2005]

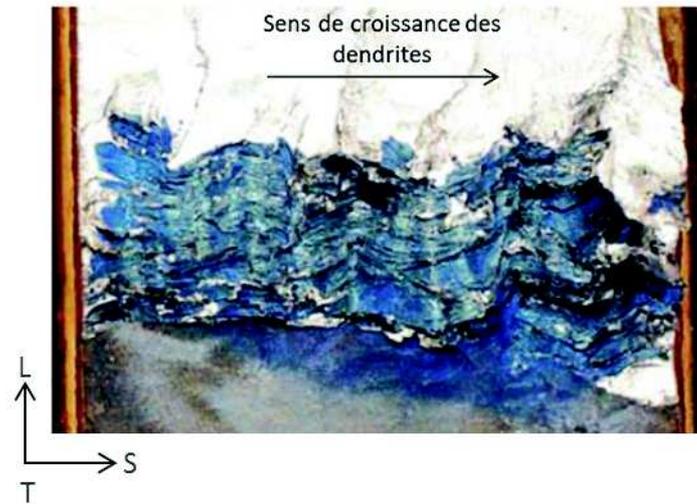


Figure I-12 : Front de propagation de fissure dans une éprouvette CT en Alliage 82H (composition chimique semblable à l'A82 mais avec un taux de carbone >0,3%) après essai de propagation en milieu primaire à 338°C sur une éprouvette prélevée dans le sens TL (Figure I-9) [Mills2005]

1.2.1.2 Composition chimique

Parmi les éléments d'addition entrant dans la composition des alliages à base de nickel soudés, ce paragraphe s'intéressera plus particulièrement à l'influence des teneurs en chrome et en carbone car ces éléments jouent un rôle primordial dans la précipitation intragranulaire et intergranulaire [Vaillant2006].

Dans la littérature, il a été observé que l'accroissement de la teneur en chrome augmentait le temps à rupture des alliages à base de nickel [Yonezawa1988]. Cette observation a été confirmée sur les alliages à base de nickel soudés par Was [Was1992] et par Buisine *et al.* [Buisine1994] en milieu primaire REP à 360°C et en vapeur d'eau hydrogénée à 400°C.

D'autre part, une différence de tenue à la CSC a été mise en évidence entre l'Alliage 82 et l'Alliage 182 ([Amzallag2001], [Pathania2002] [Scott2007]). En effet, il a été observé un temps à l'amorçage 4 à 10 fois plus élevé pour l'Alliage 82 (teneur en chrome comprise entre 18% et 22%) que pour l'Alliage 182 (teneur en chrome comprise entre 14% et 18%) en milieu primaire à 360°C.

En ce qui concerne l'influence de la teneur en carbone, certains auteurs ont mis en évidence une diminution du taux de fissuration avec l'augmentation de la teneur en carbone. Was [Was1992] a observé une diminution du taux de fissuration de 20% à 0% (fraction de la zone de fissuration intergranulaire par rapport à la taille du faciès de rupture de l'éprouvette de traction) avec une augmentation de la teneur en carbone de 0,005% massique à 0,01% massique en milieu eau à 360°C. Mullen et Parrigton [Mullen1992] ont également observé cette tendance avec une diminution notable du taux de fissuration cumulé lorsque l'on augmente la teneur en carbone d'une teneur inférieure à 0,3% massique à une teneur supérieure à 0,3% massique (Figure I-13).

Effect of EN82 Carbon Content

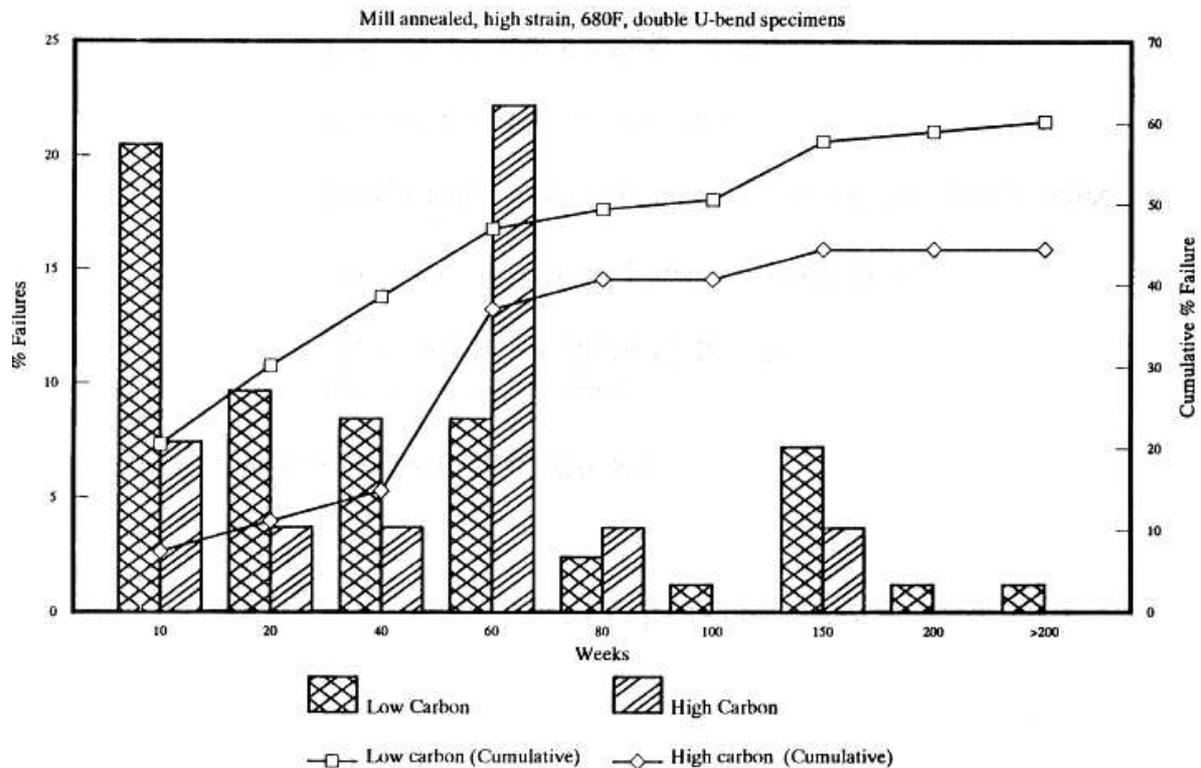


Figure I-13 : Tenue en CSC de l'Alliage 82 avec une teneur faible en carbone $<0,3\%$ (low carbon) et une teneur élevée en carbone $\geq 0,3\%$ (high carbon) en fonction du temps en milieu primaire REP à 360°C [Mullen1992]

D'autres éléments d'addition ont fait l'objet d'études concernant la tenue en CSC. Certaines de ces études ont observé le lien entre la tenue des alliages soudés en CSC et la sensibilité de ces alliages à la fissuration à chaud faisant intervenir principalement les teneurs en carbone et en silicium [Amzallag2001] [Calonne2010]. Calonne *et al.* [Calonne2010] ont mis en évidence que la sensibilité à l'amorçage de fissures par CSC des alliages à base de nickel A182 en milieu primaire à 320°C ne pouvait pas être directement corrélée à la sensibilité de ces mêmes alliages à la fissuration à chaud. En revanche, Amzallag *et al.* [Amzallag2001] reportent dans leurs travaux que les éprouvettes U-bend en A182 sensibles à la fissuration à chaud et testées en milieu primaire à 330°C , présentaient une sensibilité à l'amorçage de fissures par CSC d'autant plus élevée que leurs teneurs en carbone (0,089%) et en silicium (0,79%) étaient élevées. Il semblerait donc que le lien entre la tenue en CSC et la sensibilité à la fissuration à chaud ne soit pas encore clairement établi.

Les teneurs en niobium ou en titane ont un effet sur la précipitation aux joints de grains. Ces éléments chimiques s'associent, en effet, avec le carbone pour former des carbures. Les études portées par l'EPRI [EPRI2004] montrent que la formation de ces carbures aux joints de grains permet d'améliorer la tenue en CSC des alliages à base de nickel soudé et, en particulier, le temps à l'amorçage des fissures. En revanche, il a été observé pour certains alliages, comme l'Alliage 182 étudié par Vaillant *et al.* [Vaillant2006] [Vaillant2007], un effet néfaste de la présence des carbures de niobium de taille micrométrique aux joints de grains en milieu primaire à 360°C tandis que les carbures de niobium nanométriques et les carbures de type M_{23}C_6 ont un effet bénéfique sur la tenue à la CSC.

La composition chimique semble donc jouer un rôle non négligeable du point de vue de la CSC sur le comportement des alliages à base de nickel soudés avec le rôle de la précipitation intergranulaire qui semble être du premier ordre.

1.2.1.3 Etat métallurgique

Dans les REP, un traitement thermique de détensionnement autour des soudures est réalisé après l'opération de soudage pour détensionner les composants adjacents et en particulier l'acier bas carbone de la cuve ([Hanninen2006], [EPRI2004], [Scott2007] et [Amzallag2001]). La température de ce traitement est généralement comprise entre 600°C et 620°C [EPRI2004]. Cependant, il a été observé que ce traitement thermique de détensionnement avait une influence significative sur le comportement en CSC des alliages à base de nickel soudés et qu'il permettait également la diminution des contraintes résiduelles dans ces soudures [Vaillant2006] [EPRI2004]. En effet, lors des retours d'expérience sur le parc [EPRI2007], l'ensemble des fissures sont observées dans les soudures en alliages à base de nickel de type A82 et A182 qui n'ont pas subi de traitement thermique de détensionnement ou qui ont subi des réparations ultérieures.

D'autre part, les essais en laboratoire ont révélé, pour les alliages 82 et 182, une amélioration de la tenue à la CSC à la fois au niveau de l'amorçage et de la propagation des fissures après un traitement thermique à environ 600°C pendant environ 7h ([Mullen1992], [Pathania2002] et [Vaillant2006]). Mullen et Parrington [Mullen1992] ont montré qu'après un traitement thermique de 7h à 607°C, les alliages 82 et 82H (plus de 0,3% de carbone) étaient moins sensibles à l'amorçage de fissures. Une diminution par un facteur 2 de la vitesse de propagation est également observée par Le Hong *et al.* [LeHong2001a] après un traitement thermique de 610°C pendant 6h.

Toutefois, Vaillant *et al.* [Vaillant2006] ont mis en évidence que l'effet bénéfique du traitement thermique sur l'amorçage de fissures en CSC n'était pas systématique pour les alliages 182 et que la sensibilité à la CSC après traitement thermique dépendait de la composition chimique de l'alliage. Ce résultat était déjà mentionné et confirmé par les études [EPRI2004] et [Hanninen2006], qui ont constaté que l'effet bénéfique du traitement thermique de détensionnement dépendait de la sensibilité initiale du matériau à la CSC et/ou de sa composition. En effet, une amélioration de la résistance à la CSC après un traitement thermique de détensionnement est mise en évidence pour les alliages à base de nickel soudés présentant une haute teneur en carbone et en silicium et une forte sensibilité à la CSC [Amzallag2001]. A contrario, le traitement de détensionnement a peu, voire pas, d'effet sur les alliages à base de nickel soudés présentant une faible teneur en carbone et en silicium et faiblement sensibles à la CSC. Ce résultat est probablement dû à la faible teneur en carbone, insuffisante pour développer une précipitation intergranulaire protectrice vis-à-vis de la CSC. En conclusion, la précipitation et l'appauvrissement en certains éléments chimiques au niveau des joints de grains semblent être reliés à la fois à la composition chimique nominale et aux traitements thermiques de détensionnement appliqués.

1.2.1.4 Nature des joints de grains

Les joints de grains des alliages à base de nickel soudés sont des joints de grains sinueux en raison de la solidification spécifique de ces derniers qui est dendritique. Les analyses par la technique EBSD (Electron Back-Scattered Diffraction) permettent de caractériser la morphologie des grains et leurs orientations. Le joint de grains est défini d'après un critère en angle de désorientation. Pour les alliages à base de nickel soudés (Alliage 182 et Alliage 82), l'angle de désorientation choisi pour caractériser un joint de grains est généralement de 15° ([Crawford1992] [Mills2005] [Scott2005] [Tezenas2009]). De plus, comme il a été précisé précédemment, l'amorçage et la propagation des fissures sont intergranulaires, principalement perpendiculaires à la sollicitation. La propagation des fissures est favorisée lorsque le plan de fissuration est colinéaire à la direction de croissance des grains [Scott2005] [Wehbi2014] [Chaumon2015].

La caractérisation des joints de grains, vis-à-vis de l'amorçage et de la propagation des fissures, a donc fait l'objet de plusieurs études sur les alliages à base de nickel soudés (A182

et A82) [Scott2005], [Alexandreau2003], [Alexandreau2005] et [Wehbi2014]. Suite à ces études, il a été mis en évidence que les joints de grains généraux, également appelés High Angle Grain Boundary (HAGB), étaient plus sensibles que les autres types de joints de grains vis-à-vis de la rupture en mode I, mode d'ouverture en CSC.

Les joints de grains sont classés en trois groupes suivant le modèle CSL (Coincidence Site Lattice) [Crawford1992], [Alexandreau2005], [Scott2005] :

- les joints de grains présentant un angle de désorientation $<15^\circ$: ce sont des sous-joints de grains appelés Low Angle Boundaries (LAB),
- les joints de grains présentant un angle de désorientation $>15^\circ$ et contenant des nœuds communs aux réseaux cristallins des deux grains adjacents sont appelés Coincident-Site-Lattice (CSL),
- les joints de grains présentant un angle de désorientation $>15^\circ$ qui ont peu, voire pas, de nœuds communs entre les réseaux cristallins des deux grains adjacents sont appelés High-Angle Grain Boundaries (HAGB) ou joints de grains généraux.

Les joints de grains de type CSL sont identifiés comme des joints de grains spéciaux. Ils sont également caractérisés à l'aide d'un indice de coïncidence Σ . Cet indice de coïncidence Σ est défini par [Priester2006]:

$$\Sigma = \frac{\text{Volume de la maille de coïncidence}}{\text{Volume de la maille primitive du cristal}}$$

Ce critère est applicable pour les trois catégories de joints de grains permettant ainsi de caractériser plus précisément les classes. Les joints de grains de type LAB ont un indice de coïncidence Σ inférieur à 3 et le plus souvent proche de 1. Les joints de grains CSL ont un indice de coïncidence compris entre 3 et 29 et les joints de grains généraux ont un indice de coïncidence supérieur à 29.

De manière générale, il a été observé sur les alliages à base de nickel soudés que la proportion de joints de grains HAGB était plus importante que celles des LAB et CSL. En effet, Peng *et al.* [Peng2013] ont pu déterminer sur deux nuances d'A182 la distribution suivante des joints de grains : environ 80% de HAGB, 15% de LAB et 5% de joint de grains spéciaux CSL (Figure I-14). Cette distribution augmente la probabilité d'amorçage et de propagation de fissures en CSC dans ces matériaux.

Par ailleurs, Wehbi [Wehbi2014] a mis en évidence que les joints de grains HAGB étaient plus sensibles à la pénétration d'oxydes ce qui favoriserait l'amorçage des fissures par CSC.

La littérature référencée précédemment concernant l'influence des paramètres matériaux a mis en évidence que de nombreux paramètres jouaient un rôle non négligeable sur le comportement en CSC des alliages à base de nickel soudés. En effet, la composition chimique joue un rôle sur la résistance des joints de grains en CSC avec la précipitation de certains éléments comme le carbone [Amzallag2001] mais également le chrome qui, en concentration suffisante pour former des carbures de chrome, joue un rôle bénéfique vis-à-vis de la tenue à la CSC [Sennour2013]. Les paramètres morphologiques du matériau sont également importants comme la morphologie et les orientations cristallographiques des grains.

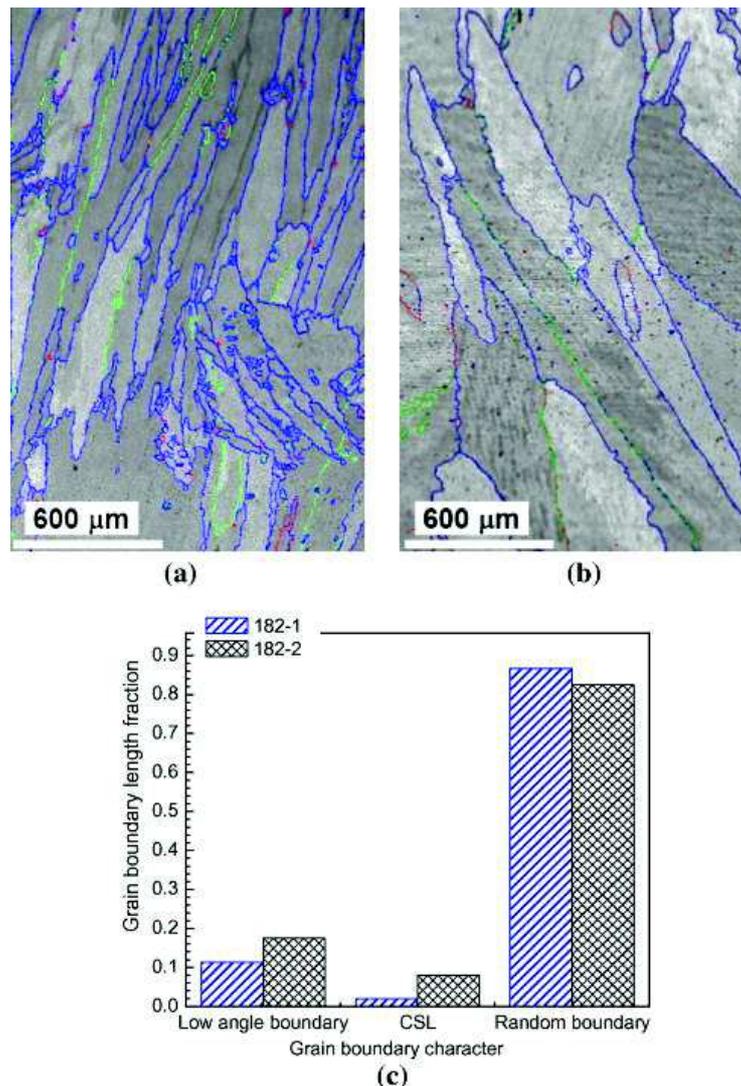


Figure I-14 : Distributions de la nature des joints de grains dans deux nuances d'Alliage 182 soudés, en (a) et (b) : cartographie EBSD de surfaces colinéaires au sens de croissance des dendrites avec les joints de grains repérés en bleu, vert et rouge correspondant respectivement aux joints de grains HAGB, LAB et CSL, et en (c) distribution de chaque nature de joint de grains [Peng2013]

I.2.2 Influence de l'environnement

Bien que le milieu primaire se doit d'être conforme aux spécifications données par le RCC-M (Tableau 0-1 [Laghoutaris2009]), la littérature expose de nombreux paramètres du milieu pouvant influencer le comportement en CSC des alliages à base de nickel. La température et la composition chimique du milieu d'essai en sont les principaux. En effet, la température dans le circuit primaire peut varier entre 285°C et 340°C. Les milieux d'essais de CSC généralement étudiés, sont les milieux primaires REP simulés et testés dans la gamme de température prévue par la spécification ou à des températures supérieures [Jacko2003] [Norrington2005] [Yamamoto2006].

Toutefois, le milieu d'essai de cette étude est constitué de vapeur d'eau hydrogénée, ceci afin d'accélérer les phénomènes de CSC. Dans cette sous-partie, nous nous intéresserons à l'influence des deux paramètres majeurs d'un tel milieu, à savoir la température et la teneur en hydrogène.

I.2.2.1 Influence de la température

Nous avons vu dans le paragraphe I.1.2 que le phénomène de CSC était thermiquement activé pour les alliages à base de nickel en général et pour ceux soudés en particulier [Pathania2002], [Scott2007] et [Fyfitch2012].

Pour la gamme de températures d'essais étudiée, il a été mis en évidence une diminution du temps à l'amorçage [Mullen1992] et une augmentation de la vitesse de propagation des fissures de CSC avec l'augmentation de la température (Figure I-15).

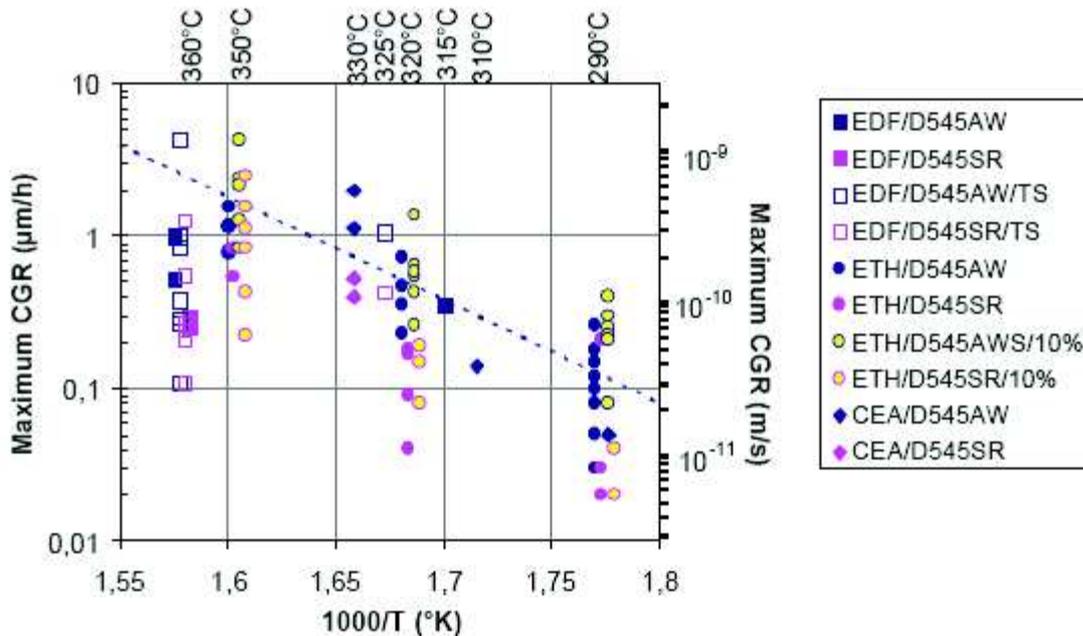


Figure I-15 : Vitesse de propagation en fonction de l'inverse de la température de l'A182 [LeHong2001a]

I.2.2.2 Influence de la teneur en hydrogène dissous

La teneur en hydrogène dissous dans le milieu primaire peut modifier la structure de la couche d'oxyde formée à la surface de l'alliage. Attanasio et Morton [Attanasio2003] ont montré, à 338°C, une différence de propriétés électrochimiques de la couche d'oxyde en fonction de la teneur en hydrogène. Dozaki *et al.* [Dozaki2010] ont observé par Microscopie Electronique à Balayage (MEB) une augmentation de la présence de filaments d'oxyde dans la couche externe avec la diminution de la teneur en hydrogène dissous de 15 cc/kg à 5 cc/kg à 320°C. De plus, ils montrent que le temps à l'amorçage augmente avec la diminution de la pression partielle d'hydrogène dans le milieu : le temps à l'amorçage évolue de 15 000 h à 22 500 h pour l'A182 lorsque la pression partielle d'hydrogène diminue de 25 cc/kg à 15 cc/kg à 320°C. La bibliographie montre donc que la sensibilité à l'amorçage des alliages à base de nickel est maximale pour des valeurs de pressions partielles d'hydrogène comprises entre 25 et 35 cc/kg.

Concernant la propagation, les tendances sont inversées puisque les études montrent que la vitesse de propagation des fissures par CSC passe par un maximum puis diminue avec l'augmentation de la pression partielle d'hydrogène [Attanasio2003] [Paraventi2005] [EPRI2004]. En effet, Attanasio *et al.* [Attanasio2003] présentent clairement dans leurs travaux, l'évolution de la vitesse de propagation des fissures de CSC dans l'A82H en fonction de la teneur en hydrogène de 0 à 120 cc/kg pour des essais en milieu primaire à 338°C (Figure I-16).

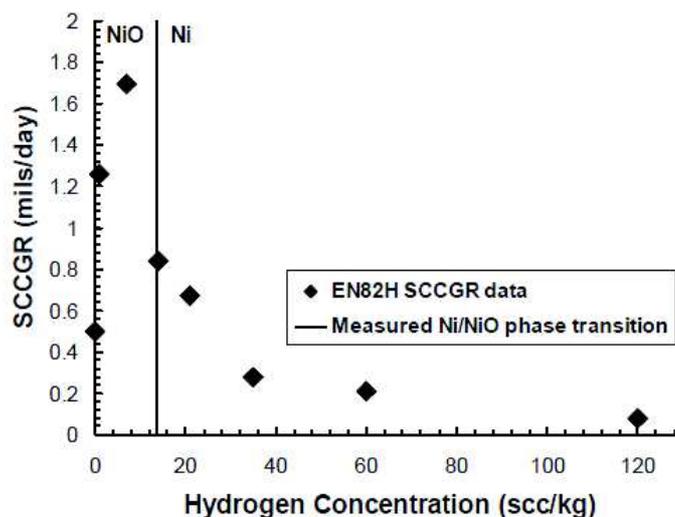


Figure I-16 : Vitesse de propagation des fissures de CSC en fonction de la teneur en hydrogène dans le milieu primaire à 338°C de l'Alliage 82H avec une pression partielle d'équilibre Ni/NiO à 13,8 cc/kg de pression d'hydrogène [Attanasio2003] (scc : Shear-Gradient Concentration Coupling)

Indépendamment de l'effet du sens de prélèvement, l'évolution de la vitesse de propagation observée par Paraventi *et al.* [Paraventi2005], en accord avec celles d'Attanasio *et al.* [Attanasio2003], présente, dans le cas de l'A82 à 288°C, une vitesse de propagation 2 à 3 fois plus élevée à 23 cc/kg qu'à 50 cc/kg d'hydrogène dissous (Figure I-17).

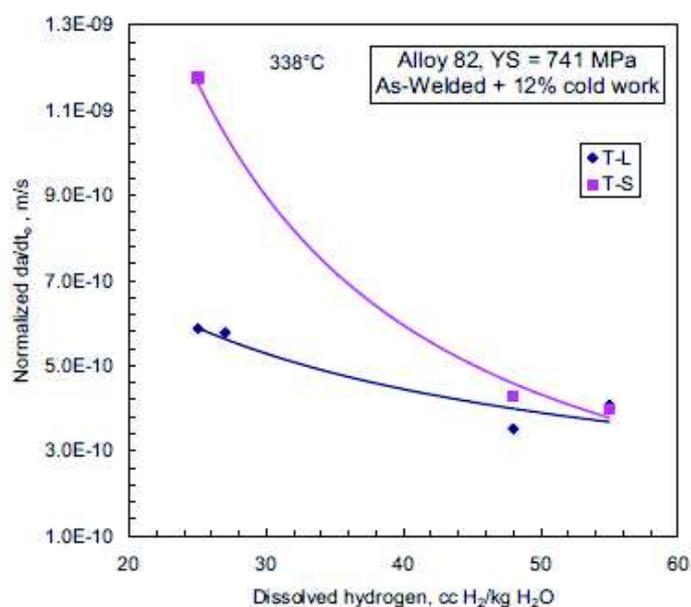


Figure I-17 : Vitesse de propagation de fissures de CSC dans l'A82 en milieu primaire à 288°C en fonction de la teneur en hydrogène dissous [Paraventi2005]

Il semblerait que pour les alliages à base de nickel soudés, la teneur en hydrogène dissous n'ait pas le même effet sur les deux étapes (amorçage et propagation). Toutefois, il semblerait que les basses teneurs soient plus favorables vis-à-vis de l'amorçage qui est l'étape clé pour la durée de vie des composants des REP en alliage à base de nickel soudés.

I.2.3 Influence des paramètres mécaniques

Les contraintes imposées aux matériaux constituant les composants des circuits des REP peuvent être :

- externe (ou appliquée) : en service, ce type de contrainte est le résultat, entre autres, du chargement thermomécanique appliqué aux structures du fait de la pression de l'eau, des vibrations associées à l'écoulement du fluide caloporteur, des différences de coefficient de dilatation thermique entre les composants ou des gradients thermiques imposés [Hanninen2006]. En laboratoire, l'influence de ce type de contraintes mécaniques sur le matériau est étudiée à travers les essais mécaniques comme les essais de traction à chargement constant ou cyclique, ou encore dans le cadre du suivi de la propagation de fissures en CSC à l'aide d'éprouvettes dites CT (Compact Tension) à contrainte d'ouverture imposée,
- interne (ou résiduelle) : les contraintes internes dans un alliage peuvent être soit résiduelles soit liées à un pré-écrouissage (volumique ou surfacique). Sur site, les contraintes résiduelles dans le volume sont principalement introduites lors des opérations de soudage et sont associées au refroidissement du métal d'apport et au bridage des composants adjacents. Ces contraintes résiduelles ne peuvent être évitées et sont présentes naturellement dans les matériaux à l'issue des opérations de soudage. En ce qui concerne l'écrouissage surfacique, celui-ci est induit par les opérations post-soudage comme la rectification ou encore le grenailage [Bonaventure2012] [Scott2007]. En laboratoire, les contraintes résiduelles sont reproduites par les conditions de fabrication des maquettes de soudures (bridage, géométrie et dimensions des plaques ou tubes à souder...). L'influence du taux d'écrouissage est étudiée soit en surface par des préparations spécifiques [deCurières2010], soit en volume par du laminage ou un pré-écrouissage par essai de traction [Couvant2011].

Dans les paragraphes suivants, nous tenterons d'explicitier, par les données de la littérature, l'influence de chaque type de contraintes sur le comportement en CSC des alliages à base de nickel soudés A182 et A82. Toutefois, il est à noter qu'en service, d'après le retour d'expérience [EPRI2007], les contraintes résiduelles ont plus d'influence sur la fissuration par CSC que les contraintes externes appliquées.

1.2.3.1 Influence des contraintes appliquées

Ce type de contrainte a une influence non négligeable sur la tenue du matériau en CSC à la fois vis-à-vis de l'amorçage des fissures mais aussi de leur propagation. Cependant, la majeure partie des études de la littérature se concentre sur l'influence de la contrainte appliquée sur la vitesse de propagation des fissures de CSC.

❖ Influence de la contrainte sur l'amorçage

Quel que soit le type d'éprouvettes utilisées pour l'étude de l'amorçage (C-Ring, U-bend ou Reverse U-bend), il a été observé une diminution du temps à l'amorçage avec l'augmentation du chargement appliqué pour les alliages à base de nickel soudés, comme montré par Mullen et Parrigton [Mullen1992] pour l'A82 en milieu primaire à 360°C.

Cette tendance a également été constatée par Vaillant [Vaillant2005] sur des alliages A182 testés en traction lente ou SSRT (Slow Strain Rate Tensile Test) avec une vitesse de déformation de $5 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ en milieu primaire à 360°C. D'autre part, ce même auteur a également réalisé des essais de traction à chargement cyclique à contrainte imposée sur des éprouvettes en A182 ($R=0,9$ avec une fréquence de $2,8 \cdot 10^{-4} \text{ Hz}$). Ces essais ont mis en évidence la même tendance, c'est-à-dire, une diminution du temps à rupture avec l'augmentation de la charge appliquée : 14034 h et 7372 h pour des chargements cycliques dont la contrainte maximum est respectivement de 350 MPa et 380 MPa à 360°C.

Les essais sous chargement cyclique réalisés par Mills *et al.* [Mills2003] [Mills2005] ont montré une diminution d'un facteur 2 à 4 du temps à l'amorçage lorsque la fréquence de l'essai est supérieure à 10^{-3} Hz .

❖ Influence de l'état de contrainte sur la propagation de fissures

Les vitesses de propagation des fissures ont été de nombreuses fois l'objet d'études par l'EPRI [EPRI2004] [EPRI2007] et par d'autres auteurs comme Le Hong *et al.* [LeHong2001a] et Mills [Mills2003], entre autres. Ces études ont mis en évidence une dispersion des résultats de vitesse de propagation, comme le montre la Figure I-18. Toutefois, ces études réalisées sur une large gamme de facteurs d'intensité de contraintes compris entre 0 et 70 MPa \sqrt{m} permettent d'observer tout d'abord une dépendance de la vitesse de fissuration à la température. D'autre part, l'interpolation des données expérimentales laissent supposer une indépendance de la vitesse vis-à-vis du facteur d'intensité des contraintes (plateau) à partir d'un seuil fixé à 9 MPa \sqrt{m} par analogie avec l'Alliage 600.

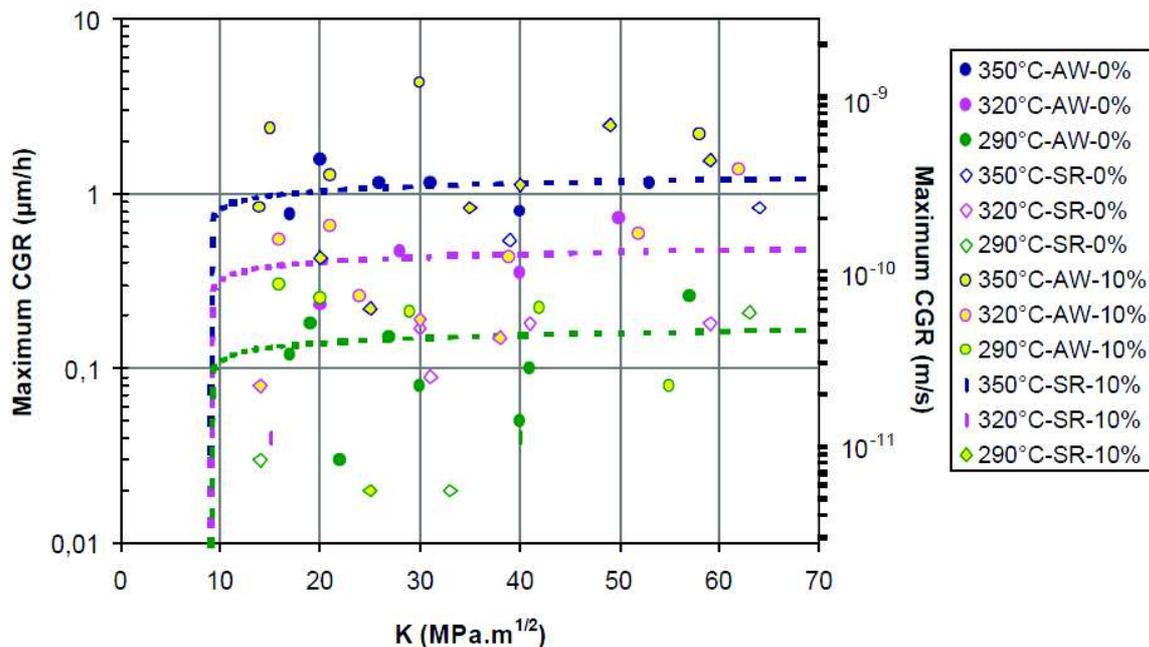


Figure I-18 : Influence du facteur d'intensité des contraintes sur la vitesse de propagation des fissures de CSC dans l'A182 en milieu primaire pour différentes températures [LeHong2001a].

De la même façon, les études réalisées par le CEA et EDF sur l'alliage A182 en milieu primaire entre 290°C et 350°C et rapportées par Pathania [Pathania2002], mettent en évidence la présence de ce plateau pour un facteur d'intensité de contraintes compris entre 15 et 65 MPa \sqrt{m} .

A partir des études réalisées et du retour d'expérience, Le Hong *et al.* [LeHong2001a], d'une part, et Pathania [Pathania2002], d'autre part, ont proposé différents modèles de propagation. Si la philosophie de ces modèles restent la même, à savoir une dépendance de la vitesse de propagation des fissures en fonction de la température et du facteur d'intensité des contraintes, des différences résident dans la simplicité du modèle utilisé, avec pour l'un une approche empirique et pour l'autre la prise en compte de paramètres microstructuraux (écrouissage, morphologie) ou de sollicitations mécaniques (constante ou cyclique).

Le modèle proposé par l'EPRI pour l'A182 et rapporté par Pathania *et al.* [Pathania2002] est le suivant :

$$\frac{da}{dt} \text{ (m/s)} = 1,4 \times 10^{-11} (K - 9)^{1,16} \quad \text{Équation 1}$$

Avec da/dt la vitesse de propagation et K le facteur d'intensité des contraintes en MPa \sqrt{m} . Il permet de relier directement la vitesse de propagation des fissures au facteur d'intensité des contraintes.

Le modèle d'estimation de la vitesse de propagation des fissures établi par [LeHong2001a] est le suivant :

$$CGR(\mu\text{m}/h) = 175 \cdot 10^{-9} (K - 9)^{0,1} \exp. \left[-\frac{130000}{8,32} \left(\frac{1}{T} \right) \right] \left(1 + \frac{CW}{10} \right) \left\langle \begin{array}{l} 1 \\ 0,5 \end{array} \middle| \begin{array}{l} AW \\ SR \end{array} \right\rangle \left\langle \begin{array}{l} 1 \\ 0,5 \end{array} \middle| \begin{array}{l} \text{parallel} \\ \text{perpendiculaire} \end{array} \right\rangle \left\langle \begin{array}{l} 1 \\ 2 \end{array} \middle| \begin{array}{l} \text{constant} \\ \text{cyclic} \end{array} \right\rangle$$

Équation 2

Ce modèle fait intervenir d'autres paramètres en plus du facteur d'intensité des contraintes (K en $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$) et de la température (T en Kelvin). Les facteurs compris dans l'exponentiel du modèle sont basés sur des observations du comportement en CSC des alliages à base de nickel soudés, A182 et A82. Parmi ces facteurs, l'influence du type de chargement appliqué lors de l'essai de propagation est représentée par un facteur 1 ou 2 suivant que ce dernier soit constant ou cyclique, comme observé par Mills [Mills2003] [Mills2005]. Les trois autres facteurs sont associés au matériau comme le pourcentage de laminage (CW) ou encore l'état métallurgique de l'alliage, qui peut être brut de soudage (AW : As-Welded) ou traité thermiquement (SR : Stress Relieved). L'influence de ce dernier paramètre a été explicitée dans le paragraphe I.2.1. Le troisième facteur concerne un paramètre lié à la microstructure des alliages à base de nickel soudés à savoir : le sens de prélèvement des éprouvettes dans les soudures vis-à-vis de la direction de croissance des grains colonnaires dendritiques (parallèle ou perpendiculaire au sens de sollicitation) (paragraphe I.2.1.).

Bien que ce modèle soit plus physique, il ne permet toutefois pas de diminuer la dispersion générale observée, qui est associée à la très grande dépendance de cette vitesse aux paramètres microstructuraux, mais aussi à celle associée au chargement appliqué.

I.2.3.2 Influence des contraintes internes

Lors de l'opération de soudage, le bridage des pièces à souder empêche leur déformation, ce qui conduit à l'instauration de contraintes internes. Le refroidissement des passes de soudage ainsi que les cycles thermiques associés aux opérations de soudage multipasses ou de beurrage ou encore aux opérations post-soudage sont donc des paramètres qui affectent la microstructure mais également l'état de contraintes résiduelles dans la zone soudée et dans les zones affectées thermiquement. Quelques mesures de contraintes résiduelles ont été réalisées sur site sur les soudures ou au voisinage des interfaces zone fondue/métal de base (à base de nickel ou d'acier austénitique) et ont permis de mesurer des contraintes, de traction et/ou de compression, variables sur plusieurs centaines de MPa [Hanninen2006].

Rhorer [Rhorer1981] a étudié à l'échelle de la structure, dans le cas de procédés multipasses, l'influence de la répartition et du séquençage des passes sur l'état des contraintes résiduelles dans la soudure. Ces études avaient pour but d'optimiser le procédé de soudage et de minimiser ces contraintes résiduelles qui, au premier ordre, peuvent être initiatrices de défauts de soudage (fissurations à chaud ou à froid) [Bonaventure2012].

En laboratoire, les contraintes résiduelles sont étudiées à l'aide de maquettes de soudure [Bonaventure2012]. Cependant, les études concernant l'influence des contraintes résiduelles sur le comportement en CSC n'ont pas été lues à ce jour. En revanche, l'influence de l'écrouissage en surface est étudiée avec une préparation de surface spécifique (polissage, meulage ou rectification) et a été abordée, entre autres, par [deCurières2010] et [LeHong2001b]. Celle de l'écrouissage volumique simulé en laboratoire par des opérations de laminage (contraintes de compression) ou encore par un pré-écrouissage en (contraintes de traction) a été entreprise par [Paraventi2011] et [Yamazaki2008] entre autres.

❖ Influence des contraintes internes sur l'amorçage

De manière générale, le temps à l'amorçage des éprouvettes diminue lorsque l'écrouissage de surface ou de volume augmente pour les alliages à base de nickel soudés 182 et 82 en milieu primaire [Amzallag2001] [Scott2001] [deCurières2010].

L'influence des défauts de collage et de microfissuration à chaud, liés aux opérations de soudage, a été étudié notamment par [Jacko2003] [Calonne2010] sur des éprouvettes en alliage à base de nickel soudé en traction lente et en milieu primaire. Ces auteurs ont montré que les défauts de soudage n'étaient pas source d'amorçage de fissure de CSC. Cette observation a également été observée par [White2005] sur des éprouvettes CT en alliage à base de nickel soudé, A82. Les défauts de soudage peuvent toutefois influencer localement la relaxation ou la concentration de contrainte.

Enfin, les opérations post-soudage influencent l'état de contraintes résiduelles. La réalisation d'un traitement thermique de détensionnement sur les composants adjacents à la soudure a une influence bénéfique sur la tenue en CSC des soudures, également observée en laboratoire [Scott2007] par abaissement du niveau global de ces contraintes.

Les couches écrouies générées en surface par les opérations post-soudage de type meulage/rectification créent des contraintes superficielles de compression qui ont un effet bénéfique tant que la sollicitation imposée ne dépasse pas la limite élastique de la zone écrouie, du fait du décalage de la valeur du chargement effectif. En revanche, dès lors que la sollicitation permet de dépasser la limite élastique, le matériau se déforme plastiquement et par conséquent la couche écrouie ne joue plus son rôle protecteur [Scott2001] [Scenini2008].

❖ Influence des contraintes internes de traction sur la propagation

La plupart des auteurs s'accordent sur l'augmentation de la vitesse de propagation des fissures de CSC en milieu primaire avec l'augmentation du taux d'écrouissage en volume dans les alliages à base de nickel soudés de type A82 et A182 [LeHong2001a] [Pathania2002] [Paraventi2005] [Paraventi2011]. En effet, il a été observé par Paraventi *et al* [Paraventi2011] sur l'Alliage 82 en milieu primaire à 338°C, une augmentation de la vitesse de propagation des fissures de CSC d'un facteur 3 (de $1,5 \times 10^{-7}$ m/s à 5×10^{-7} m/s) après un laminage de 12%. Le Hong *et al* [LeHong2001a] ont, quant à eux, mis en évidence une augmentation d'un facteur 2 de la vitesse de propagation de fissures de CSC en milieu primaire à 360°C sur des éprouvettes en alliage 182 après un laminage de 10%.

En outre, Paraventi *et al*. [Paraventi2011] ont également observé la perte du bénéfice d'un traitement thermique au cours d'essais de CSC réalisés en milieu primaire à 338°C et 316°C après la réalisation d'un laminage sur un alliage à base de nickel soudé (A82H) traité thermiquement. La vitesse de propagation mesurée sur cet alliage traité thermiquement puis laminé s'est révélée être plus élevée que celle du même alliage à l'état brut de soudage.

Par ailleurs, LeHong [LeHong2001b] constate que le taux d'écrouissage en surface a un impact plus significatif sur l'amorçage des fissures que sur la propagation de celles-ci [LeHong2001b] puisque la propagation est un phénomène qui se produit dans le volume. Ainsi, Amzallag *et al* [Amzallag2001] ont pu constater sur site, dans des soudures en A182, des amorçages de fissures dans le circuit primaire dans les zones martelées. Ces amorces de fissures ne se sont pas propagées dans le métal sous-jacent non écroui par le martelage (la profondeur de la zone écrouie a été estimée à 2,3 mm).

En ce qui concerne les contraintes résiduelles, la plupart des études traitent de l'effet des traitements thermiques de détensionnement qui améliorent le comportement en CSC des alliages à base de nickel soudés.

1.2.4 Synthèse de l'influence des paramètres sur le comportement en CSC des alliages à base de nickel soudés

La Corrosion Sous Contrainte des alliages à base de nickel soudés (A182/A82) est étudiée afin de prévoir le temps à l'amorçage et la vitesse de propagation des fissures en milieu primaire REP. De manière générale, l'amorçage et la fissuration par CSC des alliages à base de nickel sont intergranulaires et se propagent préférentiellement dans la direction de

croissance des grains. Les énergies d'activation apparentes mesurées par la majorité des auteurs sont de 185 kJ/mol pour l'amorçage et de 130 kJ/mol pour la propagation des fissures.

L'objectif de ces études est de comprendre dans quelle mesure les paramètres liés respectivement au matériau, à l'environnement et à la sollicitation influencent le comportement en CSC des alliages à base de nickel soudés. Le Tableau I-1 présente un récapitulatif non exhaustif des différentes influences recensées : en amorçage et en propagation.

Tableau I-1 : Synthèse bibliographique non exhaustive des paramètres influençant le comportement en CSC des alliages à base de nickel soudés

Paramètres		Observations	Bibliographie
Matériaux	Sens de prélèvement	<ul style="list-style-type: none"> - la vitesse de propagation des fissures plus élevée lorsque le plan de fissuration est parallèle au sens de croissance des dendrites et donc aux joints de grains - Les joints de grains perpendiculaires à l'axe de la sollicitation sont plus affectés que les joints de grains parallèles 	[Amzallag2001], [LeHong2001a], [Pathania2002], [Paraventi2005], [Vaillant2005], [Scott2005], [Garcia2006].
	Composition chimique	<ul style="list-style-type: none"> - L'augmentation des teneurs en chrome et en carbone diminue le taux de fissuration de CSC - La sensibilité à l'amorçage de fissures par CSC ne peut pas être directement liée à la sensibilité des alliages à la fissuration à chaud (plus sensible avec une haute teneur en carbone et en silicium) 	[Was1992], [Mullen1992], [Buisine1994], [Amzallag2001], [Pathania2002], [Calonne2010]
	Etat métallurgique	<ul style="list-style-type: none"> - Le traitement thermique de 7h à 600°C : - augmente le temps à l'amorçage des fissures d'un facteur 2 à 4 - joue un rôle dans la précipitation des carbures de chrome, ce qui semble être bénéfique vis-à-vis de la sensibilité à la CSC 	[Mullen1992], [Amzallag2001], [EPRI2004], [Hanninen2006], [Vaillant2006]
	Nature des joints de grains	<ul style="list-style-type: none"> - Les joints de grains à faible angle de désorientation (LAB) et les joints de grains spéciaux (CSL) sont moins sensibles à l'amorçage et à la propagation des fissures de CSC que les joints de grains généraux (HAGB) 	[Alexandreau2005], [Scott2005], [Peng2013]
Milieu	Température	<ul style="list-style-type: none"> - La CSC est un phénomène thermiquement activé 	[LeHong2001b], [Amzallag2001], [Pathania2002], [Norrington2005], [Vaillant2006], [Scott2007], [Fyfitch2012]
	Teneur en Hydrogène	<ul style="list-style-type: none"> - Une augmentation de la sensibilité à la CSC est observée avec l'augmentation de la pression partielle d'hydrogène avec un maximum à 8 cc/kg suivi d'une diminution de la 	[Attanasio2003], [Paraventi2005], [Dozaki2010]

		sensibilité à la CSC avec l'augmentation de la pression partielle d'hydrogène	
Sollicitations/ contraintes	Appliquées	<ul style="list-style-type: none"> - L'augmentation de la concentration de contraintes dans les éprouvettes d'amorçage diminue le temps à l'amorçage des fissures - Il existe un seuil de facteur d'intensité des contraintes ($9 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) à partir duquel la vitesse de propagation varie peu quelle que soit la valeur du facteur d'intensité des contraintes (présence d'un plateau). 	[Mullen1992], [LeHong2001a], [Pathania2002], [Mills2003], [Mills2005],
	Internes (dues à un écrouissage surfacique ou volumique)	<ul style="list-style-type: none"> - Sur sites, les contraintes résiduelles sont la conséquence du procédé de soudage et des conditions de soudage et sont plus souvent la raison des fissurations par CSC - L'augmentation du taux d'écrouissage de traction en surface et en volume diminue le temps à l'amorçage - L'augmentation du taux d'écrouissage en volume augmente la vitesse de propagation des fissures 	[Amzallag2001], [LeHong2001a], [Pathania2002], [Paraventi2005], [deCurières2010], [Paraventi2011]

Les vitesses de propagation mesurées en laboratoire présentent une importante dispersion. Cette dispersion peut être due aux conditions d'essais (milieu et sollicitations) qui peuvent ne pas être rigoureusement les mêmes, mais est surtout corrélée aux différences « matériau » recensées dans les études. En effet, parmi les paramètres « matériau » influençant le comportement en CSC, la composition chimique joue un rôle sur la précipitation intragranulaire, et surtout intergranulaire, et par conséquent sur la résistance des joints de grains. L'orientation du prélèvement des éprouvettes joue également un rôle significatif sur l'amorçage et la propagation des fissures par CSC. Cette dépendance au matériau est d'ailleurs prise en compte dans la modélisation de la vitesse de propagation des fissures établie par [LeHong2001a].

Nous pouvons conclure que de nombreux paramètres influencent le comportement à l'amorçage et à la propagation de fissures de CSC des alliages à bases de nickel soudés. Cependant, ces paramètres ont souvent été étudiés indépendamment les uns des autres et peu d'études les corrélient entre eux. La suite de ce chapitre bibliographique est donc consacré aux quelques études associant à la fois le matériau, l'environnement et la sollicitation pour s'affranchir du comportement global et ainsi réaliser une étude locale du comportement au niveau des joints de grains fissurés.

I.3 Corrélation entre la microstructure et/ou son état mécanique local et l'amorçage de la fissuration en CSC des alliages à base de nickel soudés

Cette partie concerne des études motivées par l'objectif de limiter la sensibilité des alliages à la CSC en s'intéressant aux corrélations entre paramètres à l'échelle locale (celle de la microstructure).

Parmi ces études, celle de Young *et al.* [Young2005] tente d'expliquer la propagation d'une fissure de CSC dans les alliages à base de nickel (Alliage 600 et Alliage X-750) en milieu primaire simulé REP à 360°C en corrélant la microstructure et le comportement mécanique et plus particulièrement les hétérogénéités locales de déformation. Dans cette étude, la microstructure et les déformations locales ont été caractérisées à l'aide d'analyses EBSD. Une éprouvette CT a été découpée en son milieu de manière à pouvoir analyser la zone autour de la fissure propagée. Au cours de cette étude, les auteurs se sont focalisés sur les cartographies de désorientations des grains, ce qui leur a permis d'obtenir une caractérisation, tout du moins qualitative, des déformations intragranulaires et intergranulaires dans la zone analysée. Cette analyse ne leur a cependant pas permis de mettre en évidence de localisation significative de la déformation le long de la fissure par rapport à des zones plus éloignées (Figure I-19). Il est à noter que les analyses EBSD sont réalisées à posteriori sur une éprouvette découpée et polie et que l'état initial de la déformation avant essai des zones analysées n'a pas pu être mesurée. En complément, les auteurs ont réalisé des analyses de la microstructure par microscopie électronique en transmission (MET), ce qui leur a permis de confirmer l'absence de dislocations donc de contraintes au niveau de la pointe de fissure (Figure I-20).

Bien que la démarche soit intéressante, les conclusions sont tout de même limitées par les techniques utilisées pour mesurer les champs de déformation. Ils sont estimés qualitativement d'après la mesure des désorientations locales après essai.

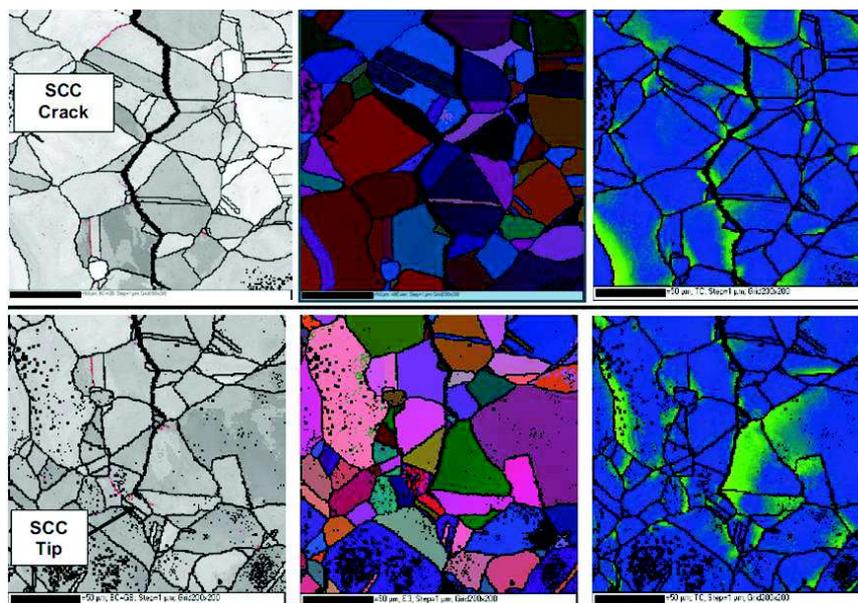


Figure I-19 : Analyses EBSD réalisées autour d'une fissure de CSC d'une éprouvette CT en A600 testée en milieu d'eau pure à 360°C avec la représentation des joints de grains (gauche), des désorientations cristallographiques en fonction des angles d'Euler (centre) et des désorientations donnant les informations qualitatives de la déformation (droite) d'une zone autour de la fissure (SCC crack) et en pointe de fissure (SCC tip) associée à la désorientation intergranulaire, illustrant le degré de plasticité du métal d'une faible désorientation (bleu) à une forte désorientation (rouge) [Young2005]

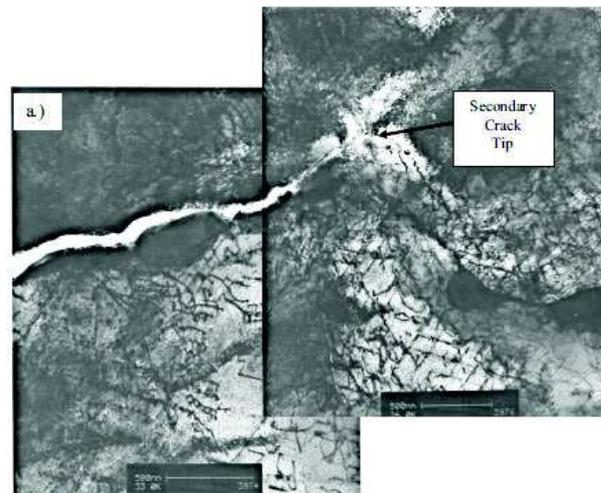


Figure I-20 : Absence d'amas de dislocations en pointe de fissure observé par MET sur une lame mince provenant d'une éprouvette CT en A600 découpée en son milieu après un essai de propagation en milieu eau pure désaérée à 360 °C [Young2005]

Sáez *et al.* utilisent la même méthode [Sáez2011]. Cependant, les champs de déformation sont calculés à partir de l'évolution de la désorientation de chacun des pixels avant et après essai mécanique. Ils ont ainsi mis en évidence, pour l'acier austénitique 304L, une augmentation de la désorientation locale (et donc de la déformation locale) avec l'augmentation de la déformation plastique suivant une relation linéaire entre ces grandeurs (comportement également observé par Kamaya *et al.* [Kamaya2009] dans l'acier inoxydable austénitique 316L). En utilisant cette méthode, l'analyse de la déformation plastique dans un dépôt d'Alliage 182 sur une plaque en A600 met en évidence des niveaux de déformations plastiques différents avec des valeurs moins élevées dans les zones à gros grains vis-à-vis des zones à petits grains [Sáez2011]. Ces mêmes auteurs mettent en avant le fait que les désorientations mesurées dépendent fortement du pas d'acquisition (step size), soulevant ainsi le problème de la résolution spatiale vis-à-vis de l'échelle de la localisation de la plasticité.

Les champs de déformation en surface des échantillons sont généralement étudiés à partir de corrélation d'images numériques, dont l'objet est de mesurer le champ de déplacements de motifs sur la surface du matériau. La résolution du motif définit la base de mesure du champ de déplacement, puis par méthode de dérivation discrète, la base de mesure du champ de déformation associé ([Allais1994], [Bornert1996], [Doumalin2000], [Grediac2012]). L'application à la problématique de la CSC a fait l'objet notamment des études récentes de [Couvant2011] [LeMillier2014] [Wehbi2014]. Pour des questions de milieu et de température ainsi que de résolution souhaitée, l'application de microgrilles métalliques est souvent privilégiée en CSC par rapport aux mouchetis de peinture. Le couplage entre la microstructure et le comportement mécanique s'effectue par corrélation entre les champs de déformation et les champs d'orientations cristallographiques obtenus par EBSD [Couvant2011] [LeMillier2014] [Wehbi2014].

Cette démarche a été appliquée pour les alliages à base de nickel soudés, A182 et A82 [Couvant2011] [Wehbi2014]. Couvant *et al.* [Couvant2011] ont mené des études sur le comportement de l'A182 en milieu primaire à 360°C. Les essais mécaniques ont été réalisés sur des éprouvettes en croix permettant d'étudier l'effet du trajet de chargement (direct : une seule direction de chargement ou complexe : changement de direction de chargement), pour une même valeur de déformation équivalente, sur la localisation de la déformation et la sensibilité à la fissuration par CSC. Le recours à une analyse EBSD sur le même élément de matière a confirmé la nature intergranulaire de l'amorçage de la fissuration

Cette même démarche a été également utilisée par Wehbi sur l'Alliage 182 en milieu primaire à 340°C [Wehbi2014]. En effet, l'analyse des facteurs de Schmid couplée à la mesure des déformations locales intragranulaires a été effectuée autour des joints de grains fissurés. Les

résultats ont pu mettre en évidence un seuil local de déformation équivalente de von Mises compris entre 0,04 et 0,05 pour l'ensemble des fissures observées ainsi qu'un développement privilégié de la fissuration lorsqu'il y a une incompatibilité de déformation autour d'un joint de grains. L'incompatibilité de déformation a été définie par un delta de déformation mesuré localement sur les grains adjacents aux joints de grains fissurés. Dans cette étude Wehbi [Wehbi2014] a également associé l'incompatibilité de déformation avec la pénétration d'oxyde, en corrélant les plus grandes pénétrations d'oxyde aux incompatibilités de déformation.

C'est dans cette dynamique de couplage des paramètres que s'inscrit ce manuscrit. En effet, afin de tenter d'identifier les paramètres influençant l'amorçage de fissures par CSC en milieu de vapeur d'eau hydrogénée à 400°C, un couplage des amorces de fissures avec la microstructure et le comportement mécanique a été entrepris. La méthodologie appliquée pour chacune des caractérisations sera explicitée dans les chapitres concernés après la présentation du matériau. Elle s'inspire des méthodes mises en œuvre par Couvant *et al.* [Couvant2011], Wehbi [Wehbi2014] et Le Millier [LeMillier2014].