Etude des joints soudés caractérisation microstructurale

3.1 Les joints soudés

3.1.1 Composition chimique

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

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

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

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

	С	Mn	Р	S	Si	Cr	w	Мо	v	AI	Ni	Nb	N	В
Thermanit MTS 616	0,099	0,73	0,010	0,004	0,25	8,64	1,72	0,49	0,198	0,02	0,50	0,064	0,042	-
Böhler P92 IG	0,109	0,46	0,008	0,001	0,38	8,76	1,55	0,40	0,201	-	0,53	0,06	0,044	-

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

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

3.1.2 Réalisation

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

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

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

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

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

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

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



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

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

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

Mn + Ni ≤1,5 %

Ni \leq 0,4 % dans le métal de base

Ni ≤ 1 % dans le métal d'apport

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

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

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

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

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

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

3.2 Caractérisation microstructurale de base des joints soudés.

3.2.1 Hétérogénéités microstructurales

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

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



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



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

Ainsi, différentes transformations de phases se produisent lors du soudage, liées aux différents cycles thermiques subis [Mythili, 2003], et en particulier en rapport avec les températures de transformations Ac₁ et Ac₃, qui dépendent à leur tour de la vitesse de chauffage. Ainsi, différentes microstructures sont observables dans le joint soudé.

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



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



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

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

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

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



Figure 3-6 : schéma du joint soudé.

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



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

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

D'après la Figure 3-4, la Figure 3-5 et la Figure 3-7, la zone la plus molle, appelée zone adoucie, a une dureté de l'ordre de 200HV0,5. Cette zone se situe dans la ZAT. Les largeurs des zones adoucies sont comparables entre les deux joints soudés (1 à 2 mm).

Le métal de base a une dureté d'environ 220 Hv₁ (+/- 5 Hv₁), d'après les cartographies. La filiation de dureté révèle néanmoins que la dureté continue de croître dans le métal de base lorsque l'on s'éloigne du joint soudé, et atteint plutôt une valeur proche de 230 HV_{0.5}.

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

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

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

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

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

3.2.2 Microstructures à différentes échelles

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

La zone à gros grains dans la ZAT (CGHAZ), à côté de la zone fondue correspond à une région dans laquelle la température maximale a largement dépassé Ac₃. Ainsi, la transformation austénitique est complète et les grains austénitiques croissent, éventuellement limités par des précipités de NbC. Mythili et al [Mythili et al., 2003] estiment la largeur moyenne de ces grains larges à 72 μ m. A la suite de l'austénitisation complète et du refroidissement rapide, la structure à gros grains présente peu de précipités [Kasl et al., 2009]. Seuls certains NbC n'ont pas été dissous lors du cycle. Le détensionnement qui suit entraîne la précipitation des gros carbures M₂₃C₆ [Spigarelli et al ., 2002].

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



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

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

mesurée par Mythili et al. [Mythili et al, 2003] sur un acier 9Cr-1Mo² est de 18 μ m. Abe et al. [Abe et al., 2007] estiment la taille moyenne de grains de la FGHAZ d'un acier de Grade 92 inférieure à 10 μ m. Le joint de son étude est formé par l'assemblage de tôles en aciers de 300 mm d'épaisseur, par procédé de soudage Gas Tungsten Arc (GTA) avec une énergie de soudage de 16,7 kJ/cm.

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



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

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



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



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

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

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

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



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

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

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



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

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

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

3.2.3 Densité de dislocations dans les différentes zones du joint soudé

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

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

Zone du joint soudé	Densité de dislocations (m ⁻²)
Métal de base	2,7 . 10 ¹⁴
CGHAZ	2,7.10 ¹⁴ à 6,4.10 ¹⁴
Métal fondu	1,0.10 ¹⁴ à 1,9.10 ¹⁴

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

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

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



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

3.2.4 Précipités

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