

Etude du métal de base Grade 92 détensionné

Les tubes d'acier Grade 92 de l'étude ont été assemblés par soudage. Un traitement thermique post-soudage (PWHT) a été appliqué à la soudure afin de réduire les contraintes internes introduites lors du procédé de soudage. Il consiste en un revenu de 2h à 760 °C. Une caractérisation microstructurale approfondie du métal de base détensionné, à différentes échelles de la microstructure, est détaillée dans cette partie.

Brozda et Zeman [Brozda et Zeman, 1996] indiquent qu'un traitement thermique minimal à 750 °C pendant 3h est requis afin de relâcher une grande partie des contraintes résiduelles et de conférer au matériau des propriétés en ténacité suffisantes.

La microstructure martensitique du métal de base détensionné, formée en paquets et en blocs de lattes est observable sur la micrographie de la Figure 2-7. La surface de l'échantillon a été polie puis attaquée au réactif de Villela.

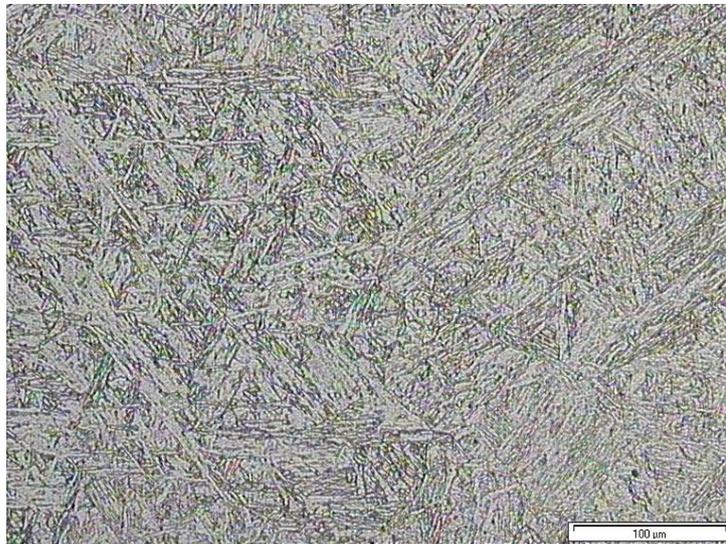


Figure 2-7 : micrographie optique du métal de base.

La taille des anciens grains austénitiques dans le métal de base est de l'ordre de 80 µm avec une dispersion importante. La dureté mesurée est de 230 Hv_{0,5}.

2.2.1 Caractérisation microstructurale du métal de base détensionné à l'échelle du bloc de lattes

Une caractérisation approfondie de la microstructure du métal de base à l'échelle du bloc de lattes a été réalisée. L'étude s'est portée sur les blocs et non sur les anciens grains austénitiques car l'échelle du bloc de lattes est considérée comme étant la plus pertinente pour l'étude de la tenue en fluage. Plusieurs zones du métal de base détensionné ont été étudiées à travers des cartographies EBSD (Electron Backscattered Diffraction ou diffraction des électrons rétrodiffusés). Les cartographies ont été réalisées avec un MEB-FEG ZEISS DSM 982 Gemini, sous une tension de 20 kV, une distance de travail de 19mm, un angle d'inclinaison de 70° et un courant de sonde de quelques dixièmes de nA. Trois cartographies ont été réalisées dans le métal de base et leur caractéristiques sont données dans le Tableau 2-7. La cartographie MB2 du métal de base est de dimension inférieure aux autres mais avec un pas d'analyse plus fin.

L'acquisition des données d'une cartographie prend typiquement entre 2 et 3 heures.

Zone	Nom de la cartographie	Pas d'analyse (nm)	Dimensions de la cartographie ($\mu\text{m}\times\mu\text{m}$)	% de pixels non indexés
Métal de base détensionné	MB1	150	174×84	14
	MB2	70	43×44	4,9
	MB3	150	152,7×117,6	10

Tableau 2-7 : caractéristiques des cartographies EBSD réalisées.

La microstructure a été caractérisée en termes de tailles de blocs, de facteurs de forme et de désorientations entre les blocs.

2.2.1.1 Acquisition des cartographies et méthode de dépouillement

Avant de procéder à l'étape des mesures de taille de grains, les cartographies obtenues ont subi une procédure de « nettoyage ».

Elle consiste à supprimer les points considérés comme sans signification physique réelle (artefacts de mesure). Une étape dite de « détection de grains » a donc été faite sur chaque cartographie brute préalablement à tout dépouillement. Le logiciel détecte toute succession continue de pixels formant un contour fermé et dont l'angle de désorientation est supérieur à une valeur seuil imposée. Une étude [Barcelo, 2010] a montré que la relation d'orientation de Greninger-Troiano (GT) était la mieux adaptée pour décrire les désorientations dans les aciers martensitiques à 9%Cr. Cette relation révèle que la plus faible désorientation théorique entre deux blocs de lattes est de 5° . La valeur seuil a donc été choisie à 5° . Le logiciel Channel 5 modélise chaque contour fermé par un cercle équivalent. La taille de grain obtenue correspond au diamètre du cercle équivalent. Cette étape fait apparaître des petits grains isolés, constitués de un ou quelques pixels. Les grains détectés de diamètre inférieur à $0,3\mu\text{m}$ (soit 2 à 5 pixels selon le pas utilisé pour la cartographie) ont été jugés sans signification et ont été supprimés. Cette valeur de $0,3\mu\text{m}$ correspond à la taille moyenne d'un sous-grain, mesurée par microscopie électronique en transmission [Ennis et al., 1997, P.F. Giroux, 2010].

L'annexe 0 présente la cartographie MB3 en IPF avant et après l'étape de nettoyage.

L'étape suivante est une étape de reconstruction de la cartographie. Les cartographies brutes présentent un certain nombre de points non indexés, liés par exemple à un état de surface de l'échantillon imparfait. Il peut également s'agir d'une mauvaise indexation au niveau des joints de grains, zones où plusieurs clichés de diffraction se superposent. Une partie de ces pixels supprimés vient en outre de l'étape précédente. L'étape de reconstruction consiste alors à remplacer les points non indexés, auxquels sera attribuée l'orientation de leurs plus proches voisins indexés. Par ailleurs, on considère qu'un minimum de trois points indexés adjacents et ayant la même orientation (à quelques degrés près), est nécessaire pour représenter un bloc.

L'outil de dépouillement des cartographies EBSD est le logiciel Channel 5 [HKL]. Cet outil fournit trois méthodes de mesure de tailles de « grains » (pour nous, de blocs) à partir de cartographies. Il a donc dans un premier temps été nécessaire de choisir et de valider la méthode de dépouillement.

La première est la méthode de détections de grains, décrite ci-dessus.

Les deux autres méthodes sont celles dites des « intercepts » linéaires horizontaux et verticaux. Une dizaine de lignes horizontales ou verticales (le nombre varie de 12 à 16 selon la cartographie) est tracée sur la cartographie et chaque distance entre deux intersections d'une ligne et d'un contour est mesurée. Ces méthodes mesurent des distances entre les contours détectés, qui ne sont pas nécessairement fermés, contrairement à la première méthode.

Les distributions de tailles de grains ont été mesurées avec ces trois méthodes. Les premiers résultats ont montré que les distributions obtenues par les deux méthodes des « intercepts » sont très proches. Par la suite, l'utilisation d'une seule des deux méthodes des « intercepts » a été jugée suffisante et le choix s'est arbitrairement porté sur la méthode des « intercepts horizontaux ». L'objectif sera ensuite de ne sélectionner qu'une seule méthode, entre celle de la « détection de grains » et celle des « intercepts ».

2.2.1.2 Cartographies réalisées

Les Figure 2-8 à 2.10 présentent les différentes cartographies réalisées dans le métal de base. Pour chaque zone sont données les cartographies en IPF (orientation de la direction Z dans le triangle standard du cristal de structure cubique centrée), en angles d'Euler et en contraste de bandes. Les cartographies en IPF sont prises selon la direction Z, qui correspond à l'axe orthogonal du tube. Les couleurs des cartographies correspondent à celles du triangle standard. La cartographie des grains détectés représentés en couleurs aléatoires est également introduite, de même que la cartographie des joints désorientés de plus de 5°, 10° et 40°, et les figures de pôles en isodensité.

On observe une morphologie en lattes, caractéristique de la microstructure martensitique.

Une portion de la cartographie MB3 semble présenter une morphologie légèrement différente, des blocs plus « arrondis ». Cela est lié à la reconstruction de la cartographie par traitement des points non indexés (ou supprimés), estimés à 10% du nombre total de points.

Certaines cartographies ne présentent pas de texture particulière. Cependant, la figure de pôles de la cartographie MB3 présente un ensemble de maxima typiques de microstructures de trempe issues de quelques grains austénitiques seulement. Ce constat suggère que cette cartographie contient peu d'anciens grains austénitiques.

L'observation de ces cartographies met également en évidence la difficulté de la détection de grains à prendre en compte l'ensemble des grains de la structure. Certains grains d'orientations différentes, observables sur les cartographies en IPF ou en contraste de bande, ne sont pas distingués par la cartographie de détection de grains, les contours de ces grains n'étant pas parfaitement fermés (les zones entourées d'un cercle noir sur les cartographies de la Figure 2-8 illustrent ce constat). Les mesures de tailles de grains obtenues par cette méthode sont donc légèrement surestimées.

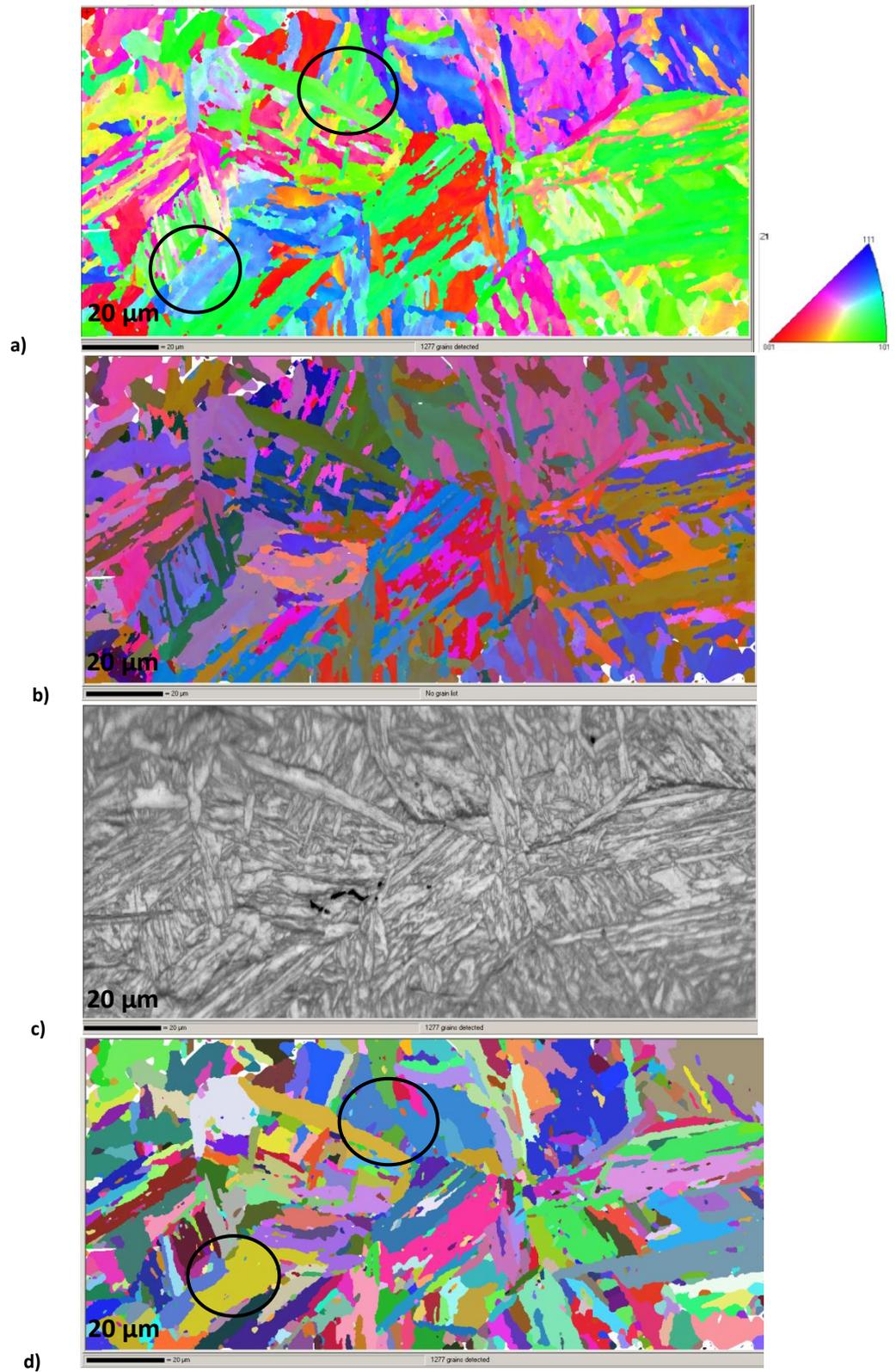
Par ailleurs, les cartographies d'orientation des joints révèlent l'existence de joints au sein de certains grains détectés. La plupart sont des joints faiblement désorientés (5°). Ces joints ne forment pas des contours fermés et les grains n'apparaissent pas sur la cartographie de détections de grains (les zones entourées d'un cercle noir sur les cartographies de la Figure 2-10 illustrent ce constat).

Les cartographies des désorientations aux joints révèlent une prépondérance des joints désorientés de plus de 40°. Ce constat est en accord avec les distributions des angles de désorientation prédits par la relation GT (existence de pics de désorientations entre 47 et 60°). Par ailleurs, le critère de désorientation imposé à 5° explique l'absence de joints de faibles désorientations, également très nombreux dans la structure.

Certains anciens grains austénitiques sont repérables sur les cartographies du métal de base. D'après les cartographies MB1 et MB3 (Figure 2-8 et Figure 2-10) les tailles moyennes de ces quelques anciens grains sont estimées visuellement à environ 40 µm, ce qui correspond aux valeurs usuelles obtenues pour des aciers martensitiques à 9% de chrome, ayant subi des traitements de normalisation similaires.

La figure de pôles de la cartographie MB2 (Figure 2-9) indique que la zone observée ne comprend que très peu d'anciens grains austénitiques (environ 2 ou 3).

Les cartographies en contraste de bande révèlent davantage d'interfaces que les cartographies de joints désorientés. La mise en parallèle des deux types de cartographies montre qu'une grande quantité d'interfaces correspond à des désorientations inférieures à 5°. Cependant, ces interfaces délimitent des zones dont la taille moyenne est supérieure à la taille des sous-grains déterminée au MET [Ennis et al., 1997, P.F. Giroux, 2010]. Ce paradoxe n'est pas encore résolu à ce jour.



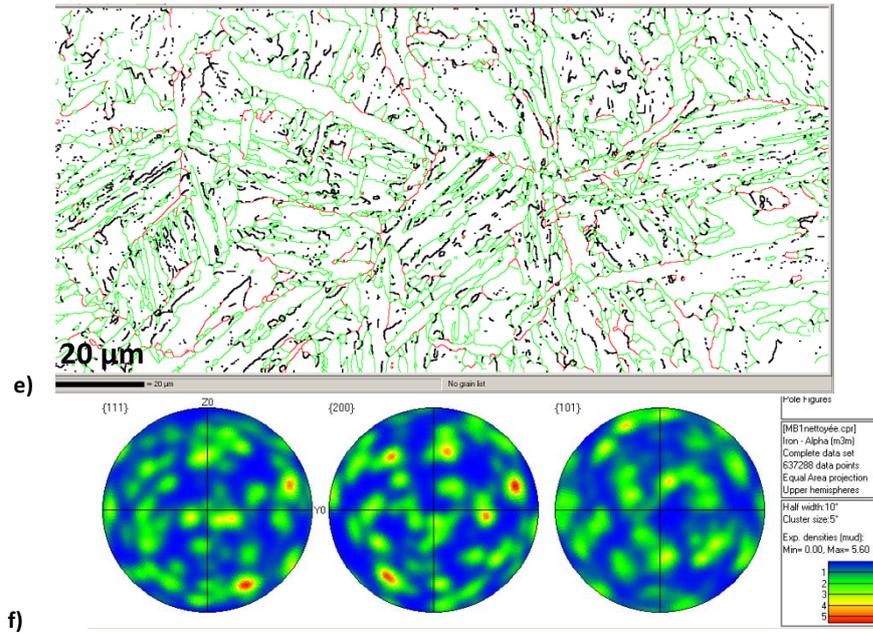


Figure 2-8 : cartographies de MB1 : a) en orientation de la normale à la surface observée, dans le repère du cristal (« IPF »), b) en angles d'Euler (codage rouge-vert-bleu) et c) en contraste de bande. d) Cartographie des grains détectés en couleurs aléatoires. e) Cartographies des joints désorientés de plus de 5° (en noir), 10° (en rouge) et 40°(en vert). f) Trois projections stéréographiques en isodensité.

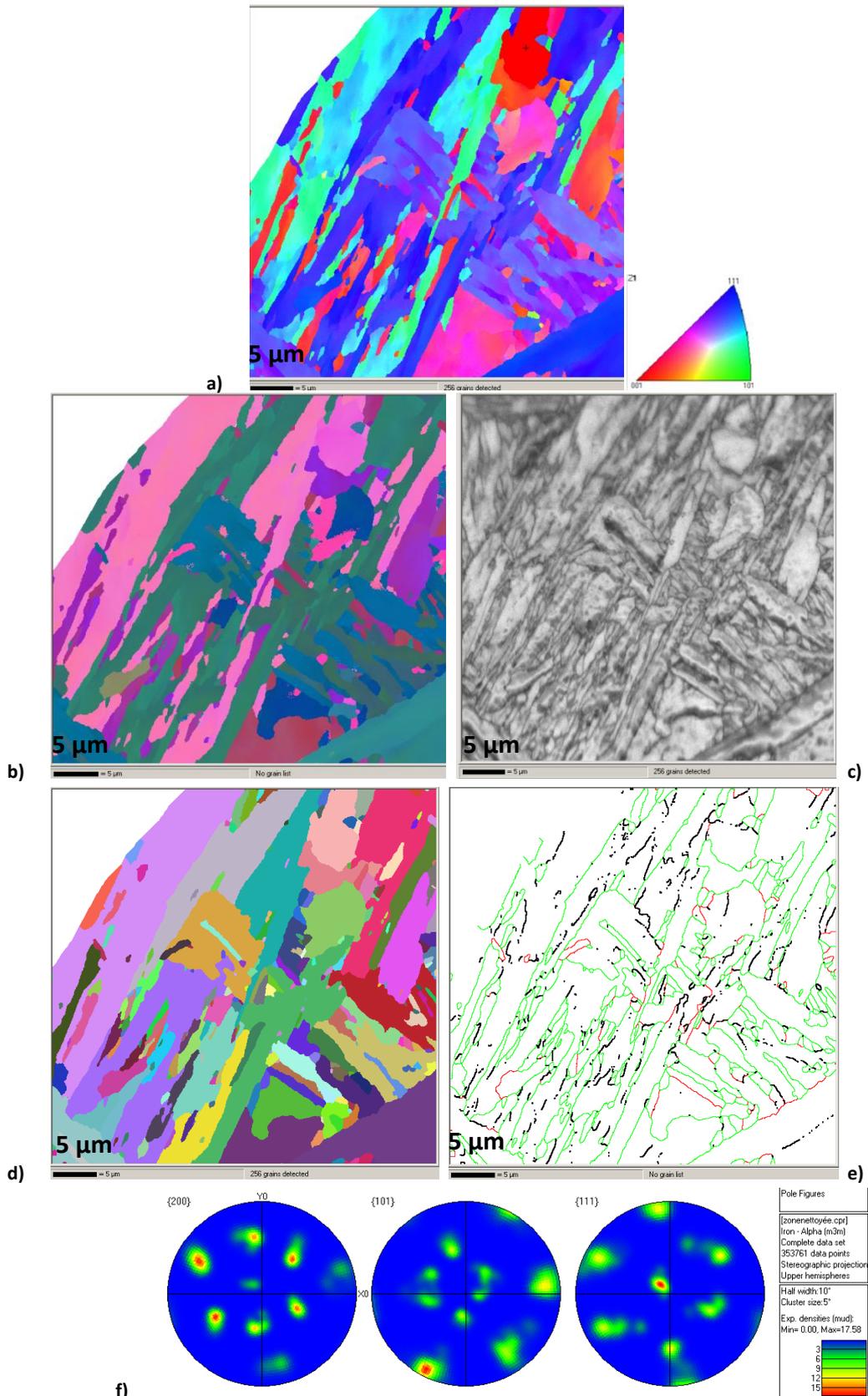


Figure 2-9 : cartographies de MB2 : a) en orientation de la normale à la surface observée, dans le repère du cristal (« IPF »), b) en angles d'Euler (codage rouge-vert-bleu) et c) en contraste de bande. d) Cartographie des grains détectés en couleurs aléatoires. e) Cartographies des joints désorientés de plus de 5° (en noir), 10° (en rouge) et 40° (en vert). f) Trois projections stéréographiques en isodensité.

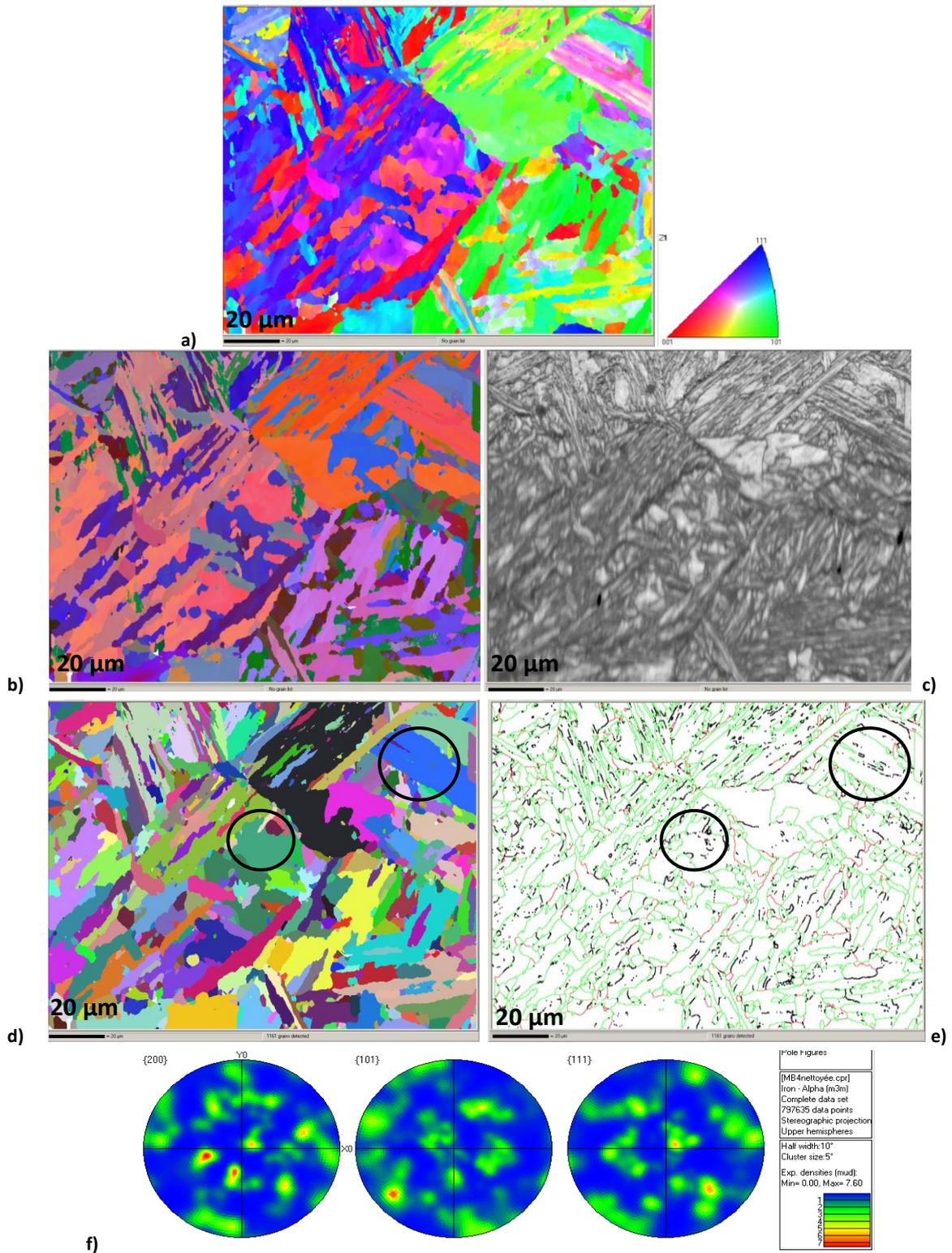


Figure 2-10 : cartographies de MB3 : a) en orientation de la normale à la surface observée, dans le repère du cristal (« IPF »), b) en angles d'Euler (codage rouge-vert-bleu) et c) en contraste de bande. d) Cartographie des grains détectés en couleurs aléatoires. e) Cartographies des joints désorientés de plus de 5° (en noir), 10° (en rouge) et 40° (en vert). f) Trois projections stéréographiques en isodensité.

2.2.1.3 Taille de blocs

2.2.1.3.1 Choix de la méthode de détermination des « tailles de grains »

Avant d'étudier les distributions de tailles de blocs, il est important d'estimer la représentativité des distributions en termes de grains austénitiques considérés. Les tailles de grains austénitiques sont comprises entre 10 et 80 μm . Au vu des cartographies MB1 à MB3, on peut considérer qu'une dizaine de grains austénitiques a été étudiée ici. Ce n'est pas suffisant pour considérer les résultats comme statistiquement représentatifs, on les considérera donc comme indicatifs, à des fins de comparaison avec les autres zones du joint soudé. .

Les distributions de tailles de blocs du métal de base détensionné, obtenues à partir des deux méthodes (méthode de détection de grains et méthode dite des « intercepts » horizontaux) sur les trois cartographies, ont tout d'abord été comparées graphiquement (Figure 2-11 et 2-12). Les courbes correspondent aux distributions des effectifs cumulés. La distribution MB-total correspond à l'ensemble des données concaténées.

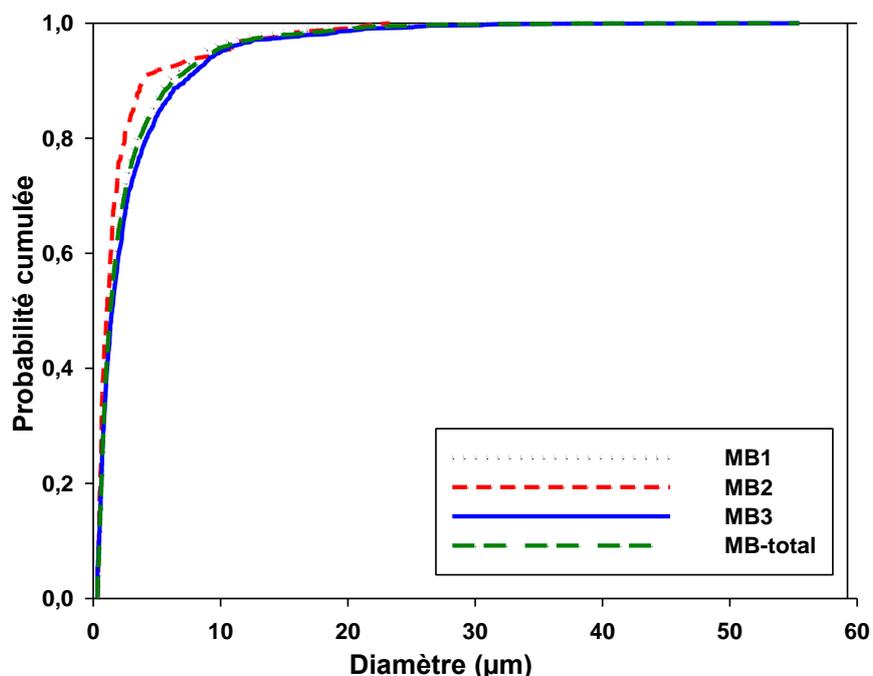


Figure 2-11 : distributions des tailles de blocs mesurées sur les trois cartographies du métal de base par la méthode de « détection de grains », comparées avec la distribution de l'ensemble de ces données.

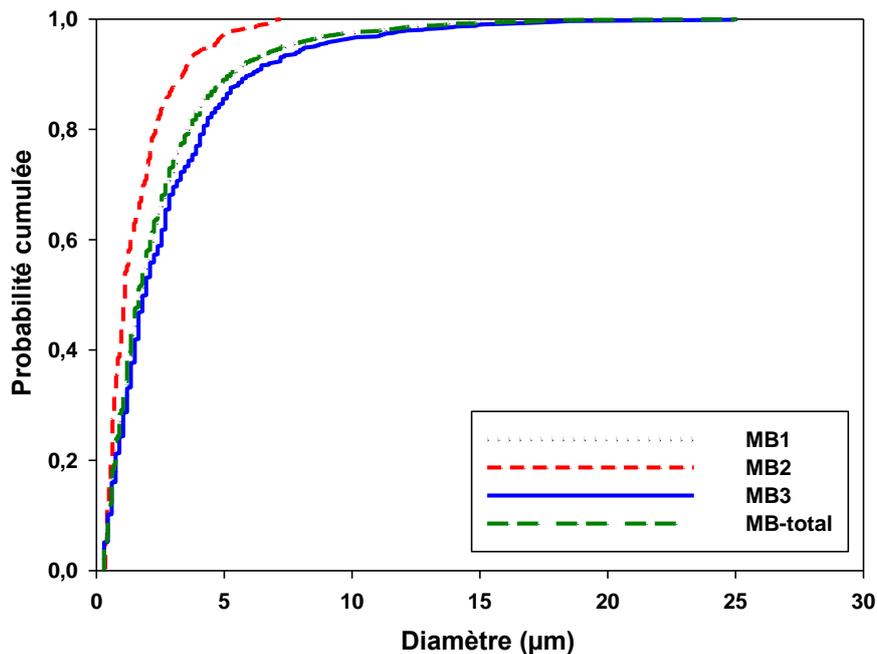


Figure 2-12 : distributions des tailles de blocs mesurées sur les trois cartographies du métal de base par la méthode des « intercepts » horizontaux, comparées avec la distribution de l'ensemble de ces données.

Pour les deux méthodes, les trois distributions MB1, MB3 et MB-total sont assez proches. En particulier, pour la méthode des « intercepts », les deux courbes de distributions MB1 et MB-total sont pratiquement superposées.

Les distributions obtenues avec les deux méthodes ne présentent pas de différences significatives, pour une cartographie donnée. Pour les deux méthodes, environ 85% des grains mesurés ont un diamètre inférieur à 5 µm. On note que la méthode de détection de grains mesure des tailles maximales de grains supérieures à celles fournies par l'autre méthode : un maximum d'environ 35 µm mesuré par la méthode de détections de grains contre 22,5 µm environ estimé par la méthode des « intercepts ». Plusieurs hypothèses peuvent justifier ce constat. D'une part, la détection de grains passe outre plusieurs joints puisqu'elle ne prend en compte que les contours fermés. D'autre part, les mesures obtenues par la méthode des intercepts sont dépendantes de l'orientation des lignes, ici tracées horizontalement. La plupart des grains sont orientés aléatoirement et les longueurs maximales ne sont pas systématiquement prises en compte. Quelle que soit l'orientation de la ligne, la probabilité de couper un bloc dans le sens de la longueur est faible. Cela introduit un biais systématique dans les mesures. Dans le cadre de l'étude, l'objectif est d'obtenir des distributions moyennes représentatives. L'étude microstructurale d'un matériau dans le cadre d'une campagne d'essais de résilience ou de ténacité, nécessiterait des mesures plus précises des blocs de grandes tailles et l'utilisation de la méthode de « détection de grains » serait alors plus appropriée.

Pour les deux méthodes, la distribution MB2 est décalée vers les plus petites valeurs par rapport aux autres distributions. Ce constat résulte de deux caractéristiques de la cartographie. D'une part, les dimensions de MB2 sont inférieures à celles des autres cartographies. La cartographie étant plus petite, peu de blocs de grande taille sont observables. D'autre part, le pas de MB2 est plus fin que celui des autres cartographies. Ainsi, plus de détails et donc de petits contours de grains sont observables. Cette remarque reflète en outre que le pas introduit un biais statistique dans les

mesures de tailles de blocs. En effet, le nombre de pixels nécessaires pour former un bloc varie en fonction du pas utilisé. Ainsi, la cartographie MB2, réalisée avec un pas plus fin, fait apparaître des blocs de plus petites tailles que les cartographies MB1 et MB3.

Par ailleurs, les joints d'une cartographie réalisée avec un faible pas sont représentés par un nombre de pixels plus important par rapport à une cartographie présentant un pas plus élevé. Plus le nombre de pixels est élevé, plus les possibilités d'obtenir deux pixels adjacents orientés différemment sont grandes. Dans le cas de la détection de grains, la probabilité d'obtenir un contour fermé est donc plus grande.

Les distributions MB-total obtenues avec les deux méthodes sont comparées sur le graphique de la Figure 2-13. Ces distributions sont très proches mais diffèrent par leur borne supérieure. La méthode de détection de grains mesure des tailles maximales nettement supérieures à l'autre méthode (50 μm contre 30 μm).

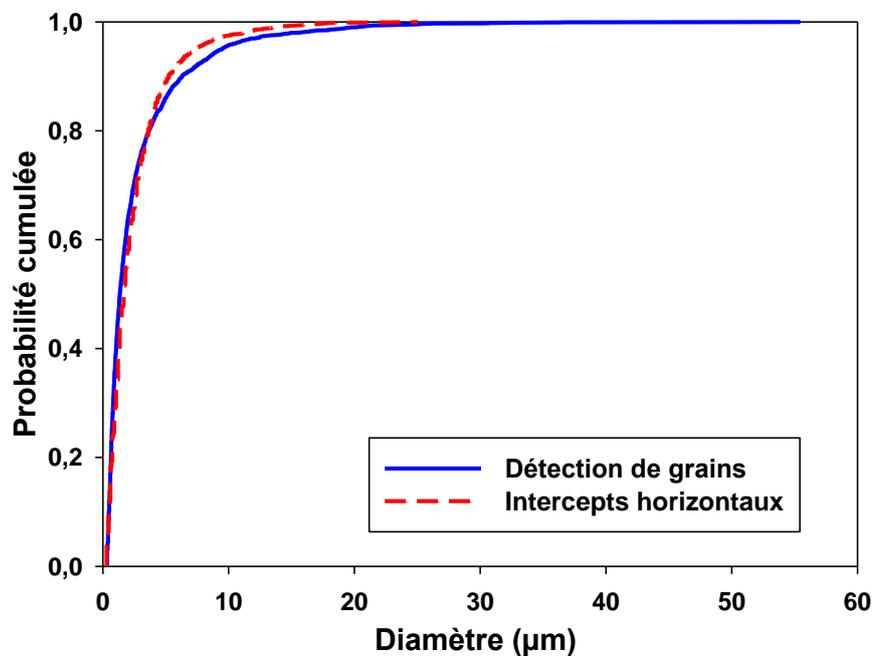


Figure 2-13 : distributions des tailles de blocs de la série MB-total, mesurées à partir de la méthode des « intercepts » horizontaux et par la méthode de détection de grains.

Ces deux différences entre les distributions des données concaténées du métal de base ne sont néanmoins pas considérées comme significatives.

Les statistiques descriptives des distributions obtenues avec les deux méthodes sont rassemblées dans le Tableau 2-8 et le Tableau 2-9.

Cartographies	Nombre de grains mesurés	Moyenne (μm)	Ecart-type (μm)	Coefficient d'asymétrie	Bornes de définition (μm)
MB1	1250	2,57	3,6	4,75	0,34/48,49
MB2	245	2,23	3,5	3,68	0,34/23,27
MB3	1126	2,99	4,3	4,43	0,34/55,45
MB-total	2621	2,72	3,9	4,56	0,34/55,45

Tableau 2-8 : statistiques descriptives de chaque série de données expérimentales de tailles de blocs dans le métal de base, obtenues par la méthode de détections de grains.

Cartographies	Nombre de grains mesurés	Moyenne (μm)	Ecart-type (μm)	Coefficient d'asymétrie	Bornes de définition (μm)
MB1	795	2,51	2,5	2,66	0,3/17,85
MB2	348	1,57	1,3	1,80	0,35/7,21
MB3	821	2,87	3,1	2,93	0,3/25,05
MB-total	1964	2,50	2,7	3,04	0,3/25,05

Tableau 2-9 : statistiques descriptives de chaque série de données expérimentales de tailles de blocs dans le métal de base, obtenues par la méthode des « intercepts » horizontaux.

Les moyennes des distributions obtenues avec les 2 méthodes sont relativement proches. En particulier les moyennes sur les distributions MB-total sont voisines.

Les valeurs maximales mesurées par la méthode de détection de grains sont plus élevées par rapport à celles mesurées avec l'autre méthode, ce qui explique les valeurs d'écart-types globalement supérieures.

Chaque distribution a été représentée par une loi log-normale. La densité de probabilité de la loi log-normale utilisée par Matlab est notée de la manière suivante :

$$f(x, \mu, \sigma) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \int_0^x \frac{e^{-\frac{(\ln(t)-\mu)^2}{2\sigma^2}}}{t} dt$$

μ et σ sont respectivement la moyenne et l'écart-type de la distribution log-normale ajustée à partir d'une distribution expérimentale, soit si on note μ' et σ' la moyenne et l'écart-type de la distribution expérimentale :

$$\mu' = \exp(\mu)$$

$$\sigma' = \exp(\sigma)$$

La distribution de tailles de blocs mesurés par la méthode des intercepts horizontaux est comparée graphiquement à la loi log-normale associée sur la Figure 2-14.

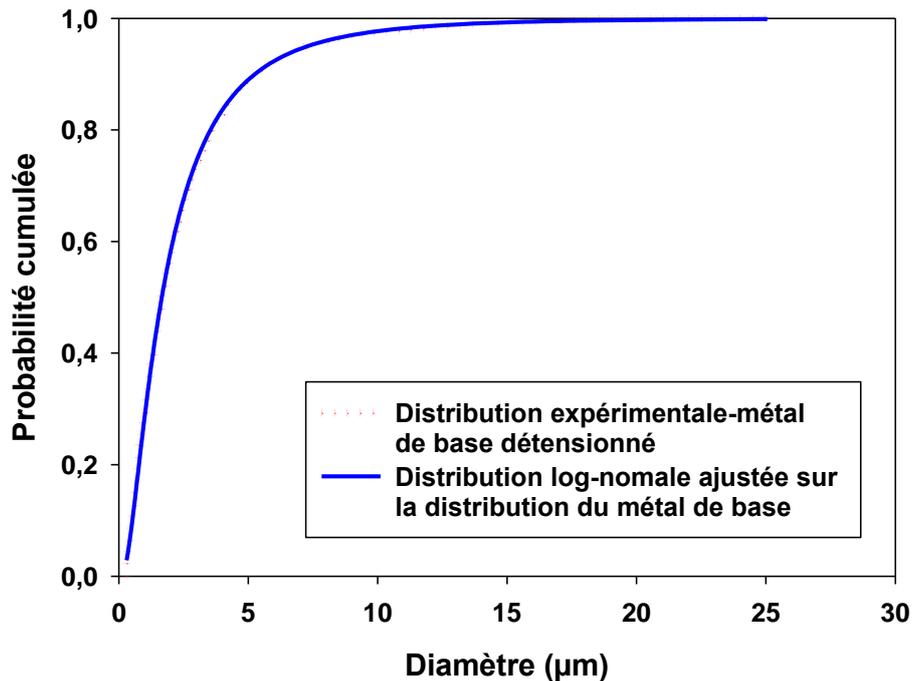


Figure 2-14 : distributions de tailles de blocs mesurées par la méthode des intercepts horizontaux comparée à la distribution log-normale ajustée.

Les deux distributions sont pratiquement superposées. La distribution des tailles de blocs dans le métal de base détensionné, mesurées par la méthode des intercepts horizontaux, semble donc bien suivre une loi de type log-normale.

La fonction de distribution de tailles de grains expérimentales la plus utilisée est la loi log-normale (Dronhofer et al, 2003, Humphreys et al., 1997), mais il n'était pas certain que ce type de loi puisse s'appliquer à des blocs de lattes martensitiques, dont le mécanisme de formation n'est pas lié à une transformation de phase diffusionnelle.

Une étude statistique de traitement de ces données de tailles de blocs a été entreprise. Les outils statistiques et la méthode de dépouillement utilisés sont présentés en annexe. Des tests d'adéquation ont été appliqués entre chaque distribution expérimentale et la distribution log-normale associée, pour les deux méthodes. Les deux tests utilisés sont le test de Kolmogorov-Smirnov (test de « KS ») et le test du χ^2 .

Ces deux tests sont basés sur le même principe, à savoir la mesure de la distance entre un échantillon de données et la loi statistique, ici la loi log-normale, ou la distance entre deux séries de données.

Pour chaque test seront données les valeurs suivantes :

- K, pour le test de KS : cette valeur correspond à la distance mesurée entre la valeur expérimentale et la distribution log-normale.
- Q, pour le test du χ^2 : il s'agit de la distance du Chi2.
- P : il s'agit de la valeur p. Elle correspond à la probabilité que la distance mesurée (Q ou K) provienne uniquement du hasard de l'échantillonnage. En d'autres termes, elle représente

la probabilité de rejeter à tort l'adéquation. Elle est calculée à partir des données expérimentales. Cette valeur est comparée à la valeur de risque imposée (5%). Si la valeur p est supérieure à 5%, l'adéquation n'est pas rejetée.

Ces deux tests ont été systématiquement utilisés afin d'obtenir des données complémentaires.

L'utilisation de tels tests statistiques suppose une indépendance totale des variables aléatoires réalisées dans les distributions étudiées. Cette hypothèse n'est pas vérifiée dans le cas des tailles de blocs d'une même cartographie. En effet, la croissance de chaque grain est liée à celle de ses proches voisins. Les valeurs de tailles de blocs sont caractérisées par une corrélation spatiale. Cette corrélation, déjà difficile à quantifier en 3D, est encore plus difficile à évaluer sur les coupes métallographiques cartographiées par EBSD. On ne s'attachera donc pas à la quantification de telles corrélations.

Pour cette raison, l'étude s'est également basée sur des représentations graphiques et des statistiques descriptives pour valider les conclusions.

Les résultats des tests sont présentés dans le Tableau 2-10 et le Tableau 2-11.

	MB1	MB2	MB3	MB-total
<u>Test de KS</u>	Rejet $P_1 = 5,3876 \cdot 10^{-07}$ $K_1 = 0,0776$	Rejet $P_2 = 0,0168$ $K_2 = 0,0982$	Rejet $P_3 = 3,4026 \cdot 10^{-04}$ $K_3 = 0,0619$	Rejet $P_T = 3,0911 \cdot 10^{-10}$ $K_T = 0,0655$
<u>Test du χ^2</u>	Rejet $P_1 = 5,1763 \cdot 10^{-05}$ $Q_1 = 19,7377$	Rejet $P_2 = 0,0026$ $Q_2 = 14,2557$	Rejet $P_3 = 1,9399 \cdot 10^{-04}$ $Q_3 = 13,8884$	Rejet $P_T = 3,2844 \cdot 10^{-09}$ $Q_T = 39,0682$

Tableau 2-10 : résultats des tests d'adéquation entre chaque série de données expérimentales du métal de base obtenues par la méthode de « détections de grains », et la loi log-normale ajustée.

	MB1	MB2	MB3	MB-total
<u>Test de KS</u>	Non rejet $P_1 = 0,0333$ $K_1 = 0,0506$	Rejet $P_2 = 0,0186$ $K_2 = 0,0816$	Non rejet $P_3 = 0,0391$ $K_3 = 0,0488$	Rejet $P_T = 6,1988 \cdot 10^{-04}$ $K_T = 0,0453$
<u>Test du χ^2</u>	Non rejet $P_1 = 0,2181$ $Q_1 = 7,0348$	Non rejet $P_2 = 0,1511$ $Q_2 = 8,0954$	Non rejet $P_3 = 0,8426$ $Q_3 = 1,4090$	Non rejet $P_T = 0,2656$ $Q_T = 6,4415$

Tableau 2-11 : résultats des tests d'adéquation du KS et du χ^2 entre chacune série de données expérimentales du métal de base, obtenues par la méthode des « intercepts » horizontaux, et la loi log-normale ajustée.

Les résultats des deux tests montrent qu'aucune série de données expérimentales obtenues par la méthode de détections de grains ne peut être représentée par une loi log-normale avec les critères fixés.

Les résultats du test de KS réalisés sur la méthode des « intercepts » horizontaux valident cependant l'adéquation entre les séries de données expérimentales MB1 et la distribution des données ajustées par une loi log-normale. Par ailleurs, les valeurs de p obtenues pour MB1 et MB3 sont relativement élevées et peu éloignées du seuil critique (5%).

Malgré ce dernier point, le test de KS semble inadapté à l'étude des distributions de tailles de blocs. Le rejet systématique du test est lié d'une part à la dépendance des variables étudiées (les tailles de bloc), et d'autre part à un effet de seuil. En effet, la loi log normale débute à l'origine alors que les distributions de tailles de bloc sont seuillées. Les pentes à l'origine de la distribution log-normale et la distribution expérimentale sont donc décalées et le test mesure automatiquement un écart important.

Le test du χ^2 valide l'adéquation entre les quatre séries de données et la distribution log-normale associée. Par ailleurs, les résultats de ces tests révèlent la nature log-normale des distributions de tailles de blocs dans le métal de base, obtenues par la méthode des « intercepts » horizontaux.

Suite à ces premiers constats, il a été décidé de poursuivre l'étude de la distribution des tailles de grains uniquement avec la méthode des « intercepts » horizontaux. Cette méthode semble représentative de la distribution de taille de blocs dans le métal de base et reproductible d'une distribution à une autre.

2.2.1.3.2 Etude des distributions de taille de blocs dans le métal de base détensionné

Les statistiques descriptives estimées à partir des séries de données obtenues par la méthode des « intercepts » horizontaux sur les 3 cartographies du métal de base et MB-total, sont reportées dans le Tableau 2-9.

On constate que les moyennes et les écarts-types des données expérimentales de MB1, MB3 et MB-total sont très proches. Les allures des distributions semblent identiques.

En particulier, les moyennes obtenues avec MB1 et MB-total sont identiques.

Ces constats suggèrent que les cartographies MB1 et MB3 sont suffisamment étendues pour représenter la distribution MB-total. Cette distribution comporte au minimum 7 grains austénitiques.

La cartographie MB2 est de dimension inférieure aux deux autres. Ainsi, les diamètres de grains mesurés sont plus petits, la borne supérieure étant de 7,21 μm , ce qui explique une moyenne de tailles de grains si différentes de celles obtenues par MB1 et MB3.

Les coefficients d'asymétrie sont tous positifs. Les queues de distributions sont donc étalées vers les valeurs élevées.

Etant donnée la superficie de la zone couverte par MB-total, on considérera que ladite distribution est caractéristique de l'ensemble du métal de base. Le matériau de l'étude est considéré comme homogène, selon la circonférence et dans l'épaisseur du tube soudé. En effet, Giroux et al., [Giroux et al., 2010] ont mesuré une dureté similaire dans l'épaisseur du même tube Grade 92 non détensionné, à la fois parallèlement et perpendiculairement à l'axe du tube. Le traitement de détensionnement ne modifie pas cette homogénéité. Les tailles de grains n'ont pas été mesurées en peau interne et en peau externe du tube. Néanmoins, les éprouvettes sont prélevées à mi-épaisseur du tube, là où le matériau a été caractérisé par EBSD. Le métal de base détensionné caractérisé est donc considéré comme représentatif du matériau testé en fluage.

Le test de KS a été appliqué pour étudier l'adéquation entre les courbes expérimentales. Les résultats sont présentés en annexe. Les résultats du test ne valident pas l'adéquation entre toutes les

courbes. Or, le graphique de la Figure 2-12 révèle une réelle similarité des distributions MB1, MB3 et MB-total. La sévérité de ce test statistique nous a conduits à écarter l'utilisation de tels tests pour l'étude des tailles de blocs.

Cette première étape de l'étude a essentiellement permis d'approcher par une loi log-normale des distributions de tailles de blocs. Par ailleurs, les distributions de tailles de blocs de MB1, MB3 et MB-total semblent représentatives des distributions de tailles de blocs dans le métal de base.

2.2.1.4 Distributions des facteurs de forme

Les distributions des facteurs de forme sont obtenues par la méthode de « détection de grains ». Le logiciel Channel 5 modélise chaque contour fermé par une ellipse équivalente. Le facteur de forme correspond au rapport du grand axe de l'ellipse sur le petit axe. Dans cette partie de l'étude, il est nécessaire de tenir compte de l'erreur induite par la méthode de mesure, dont l'utilisation est inévitable ici.

Dans un premier temps, les séries de données du métal de base ont été comparées entre elles ainsi qu'avec la série des données concaténées, MB-total (Figure 2-15).

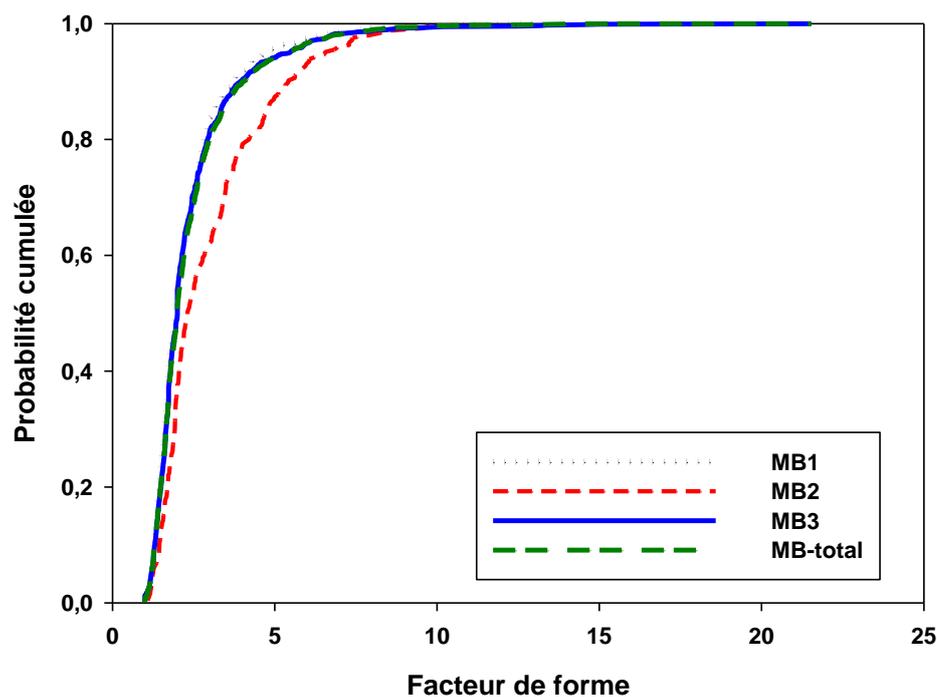


Figure 2-15 : distributions des facteurs de forme mesurées sur les trois cartographies du métal de base, comparées avec la distribution de la série MB-total.

On constate que les courbes des distributions cumulées des trois séries de données MB1, MB3 et MB-total sont très proches. Pour ces zones, on constate que 80% des blocs ont un facteur de forme inférieur à 3.

La distribution MB2 ne présente pas la même allure. On y trouve (proportionnellement) beaucoup de blocs « allongés », comme le confirme la Figure 2-16, qui présente l'ensemble des tailles de blocs des trois cartographies du métal de base en fonction de leur facteur de forme. Ce graphique fournit

une idée globale de la forme des blocs. On constate que la cartographie MB2 contient principalement des petits grains minces et des petits blocs plus arrondis mais comprend également quelques gros blocs de forme arrondie. En outre, les gros blocs sont presque tous de forme équiaxe. En revanche, seuls les plus petits ont des facteurs de forme relativement élevés et donc des formes allongées.

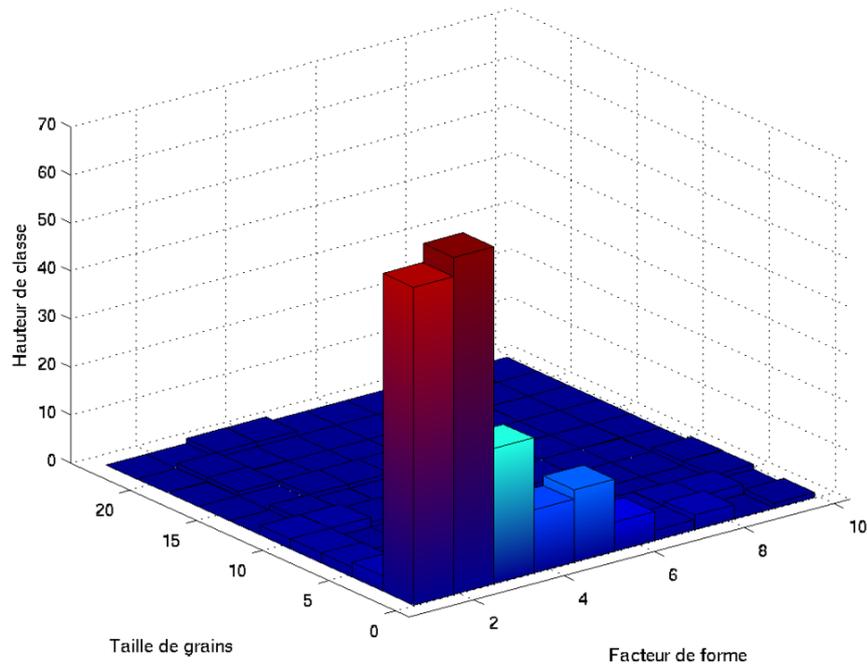


Figure 2-16 : taille de blocs de la cartographie MB2 en fonction de leur facteur de forme.

Comme pour la taille des blocs, on peut supposer que la cartographie MB2 ne fournit pas un nombre de données suffisant pour représenter entièrement la distribution des facteurs de forme dans le métal de base. En particulier, la distribution présente peu de grains de forme très allongée et avec un facteur de forme supérieur à 10.

Les données statistiques des trois distributions du métal de base et de la série MB-total sont rassemblées dans le Tableau 2-12.

Cartographies	Nombre de grains mesurés	Moyenne	Ecart-type	Coefficient d'asymétrie	Valeurs minimales/maximales
MB1	1250	2,32	1,3	2,97	1/13,29
MB2	245	3,02	1,7	1,56	1,08/9,92
MB3	1126	2,42	1,6	4,27	1/21,53
MB-total	2621	2,43	1,5	3,49	1/21,53

Tableau 2-12 : données statistiques obtenues à partir des séries de données de facteurs de forme du le métal de base.

On constate que les moyennes et les écarts-types sont relativement proches pour les cartographies MB1, MB3 et MB-total.

La borne supérieure des facteurs de forme mesurés sur MB2 est très petite par rapport aux autres, en raison des dimensions inférieures de la cartographie. Ce résultat a également été mis en valeur à travers la Figure 2-16.

Le test du KS a été utilisé pour comparer les distributions expérimentales de facteurs de forme entre les cartographies faites dans le métal de base détensionné. Les résultats des tests sont présentés en annexe. A nouveau, ces résultats ne sont pas considérés pour l'étude des tailles de blocs.

2.2.1.5 Etude des désorientations

En premier lieu, les désorientations corrélées ont été considérées. Il s'agit des désorientations entre chaque paire de points indexés voisins, qui correspondent aux « joints » potentiels. Le logiciel les calcule deux à deux et fournit une distribution de l'ensemble des désorientations.

Les distributions des désorientations dans le métal de base sont présentées sur la Figure 2-17. Ces courbes correspondent à l'enveloppe des histogrammes des désorientations, d'une largeur de classe de 1°. Les données traitées ont été seuillées à une désorientation minimale de 2°. Le choix de cette valeur est lié à la précision angulaire de l'indexation, d'environ 0,5°. En-deçà de 2°, la distinction entre les très faibles désorientations et les artefacts de mesure est difficile [Panait, 2010]. Sonderegger et al. [Sonderegger et al., 2008] ont analysé le rapport signal sur bruit à partir de mesures de désorientations sur plusieurs échantillons en acier 9-12% de chrome. Leur analyse a montré que l'angle de désorientation minimum pour lequel le niveau de bruit n'augmente pas considérablement, est d'environ 1,5°.

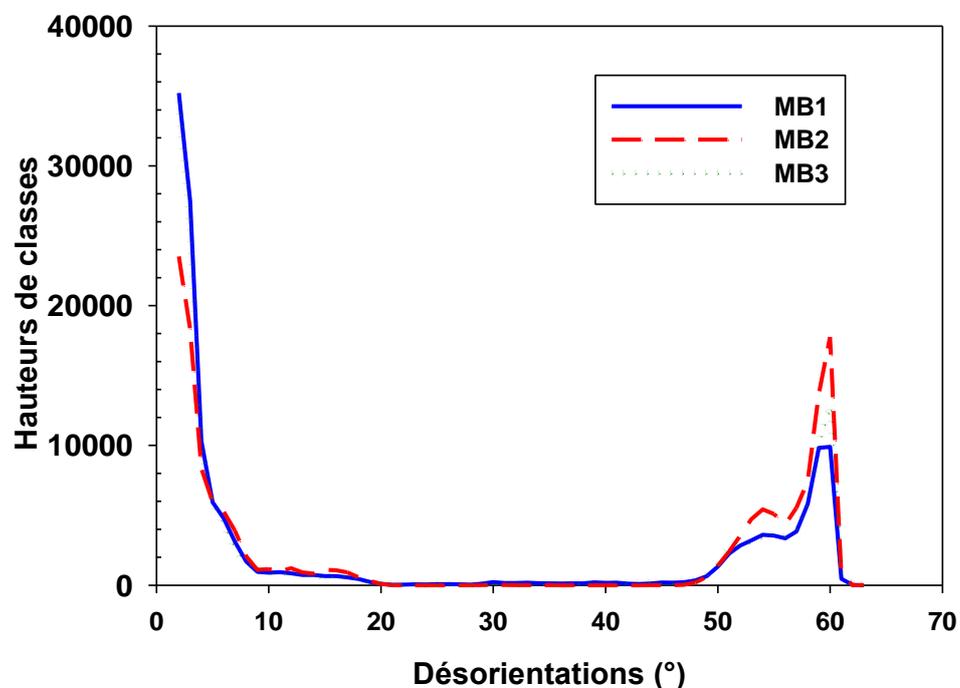


Figure 2-17 : distribution des désorientations corrélées mesurées sur les trois cartographies du métal de base.

Les hauteurs de classe ont préalablement été pondérées par le rapport entre le nombre de données de la cartographie considérée et le nombre de données de la plus grande cartographie (en

l'occurrence, MB1). Ce calcul permet de comparer directement les distributions des différentes cartographies.

Les courbes issues des différentes cartographies sont similaires et présentent la même position des pics de désorientation.

Ces distributions sont considérées comme représentatives de la distribution des désorientations dans le métal de base.

Les désorientations non corrélées ont également été comparées afin d'évaluer la texture globale du matériau. Dans ce cas, le logiciel calcule les désorientations entre deux points indexés pris aléatoirement sur la cartographie et fournit une série de ces mesures. Cette série de données correspond à la distribution des désorientations entre blocs non nécessairement voisins.

Les distributions obtenues avec les cartographies de la microstructure du métal de base ont été concaténées. La distribution complète, appelée MB-total, est comparée à la distribution théorique de MacKenzie (texture aléatoire) [MacKenzie, 1985] et présenté sur la Figure 2-18.

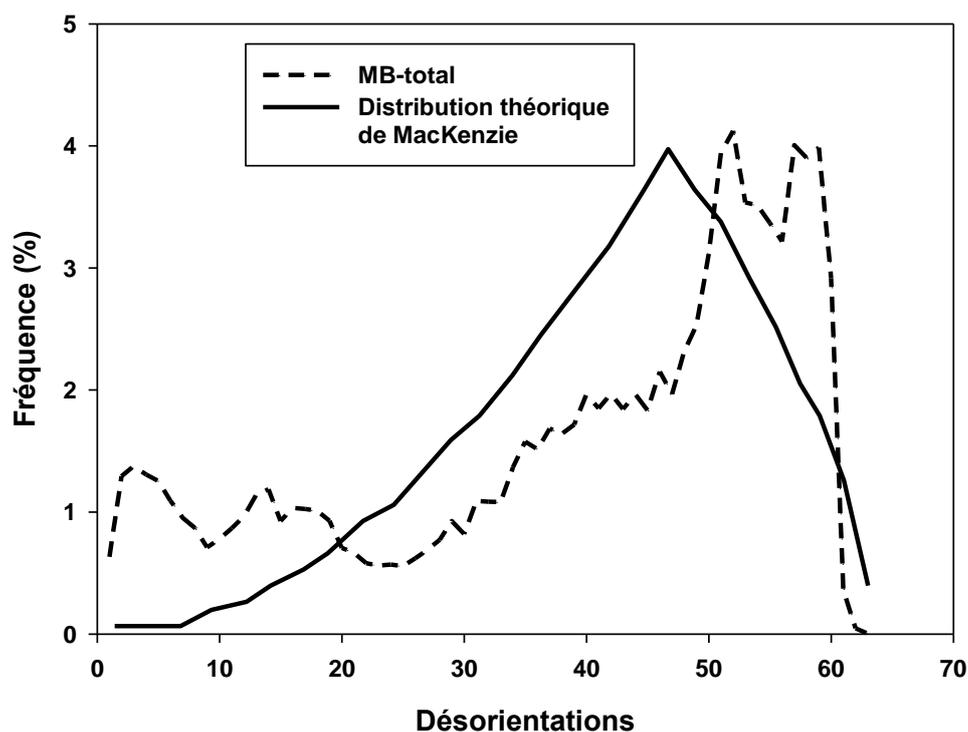


Figure 2-18 : distributions des désorientations non corrélées des deux séries de données MB-total et ZA-total, comparées à la distribution théorique de Mackenzie [MacKenzie, 1985].

Cette distribution ne suit pas la distribution théorique établie par MacKenzie [MacKenzie, 1985]. Ce constat est lié au faible nombre de grains austénitiques étudié.

La distribution présente un certain nombre de sous-joints et un maximum de désorientations situé vers 55-60°. Cette distribution des désorientations dans le matériau est cohérente avec la relation d'orientation de Greninger-Troiano (GT).

2.2.1.6 Conclusions

A la suite de cette partie de l'étude, différents constats sont faits.

Tout d'abord, des données quantitatives sur les distributions de tailles et de facteurs de forme de blocs, ainsi que sur les distributions de désorientations entre les blocs ont été obtenues. La taille moyenne des blocs de lattes est estimée à 2,5 μm (l'écart-type vaut 2,7 μm). Le facteur de forme « moyen » est évalué à 2,43 (l'écart-type vaut 1,5). Ces données seront réutilisées dans la suite de l'étude.

Ensuite, une méthode d'analyse de la microstructure du matériau à l'échelle du bloc de lattes a été définie.

En premier lieu, des critères d'acquisition des cartographies ont été établis. Afin de représenter précisément ces distributions, des tailles de cartographies minimales de l'ordre de 130 μm par 130 μm sont donc requises. Le pas maximal acceptable dépend de la taille minimale des entités à mesurer. Nous avons fait l'hypothèse qu'une taille inférieure à 300 nm n'est pas représentative d'une taille de bloc. Par ailleurs, on considère qu'un minimum de trois points indexés adjacents et ayant la même orientation, est nécessaire pour représenter un bloc. Ainsi, afin de prendre en compte l'ensemble des blocs, un pas maximal de 150 nm est requis. Un pas fin permet de visualiser plus de détails et ainsi plus de contours de grains. Les cartographies les plus grandes réalisées ici représentent donc un bon compromis entre la résolution spatiale et la représentativité statistique des données. Cette méthode a donc été mise en application pour la présente étude et la représentativité des distributions de tailles de blocs dans le métal de base a été confirmée. La plupart des cartographies réalisées sont considérées comme de tailles suffisamment grandes et fournissent un échantillonnage représentatif des distributions de tailles de blocs dans le métal de base détensionné. La plus petite cartographie, MB2, semble être la seule à ne pas représenter fidèlement la distribution de tailles de blocs dans le métal de base, sans doute en raison de ses dimensions insuffisantes.

En second lieu, une méthode traitement des cartographies EBSD pour ce type de microstructure a été proposée. La représentativité de la méthode de mesures de tailles de blocs, dite des « intercepts » horizontaux, a été validée. Cette méthode présente l'avantage de détecter toutes les interfaces, à l'inverse de la méthode de détections de grains qui ne prend en compte que les contours fermés. Néanmoins, cette méthode sous-estime la taille des grains les plus grands. La méthode des « intercepts » a été conservée pour la suite de l'étude.

L'utilisation de tests statistiques pour le traitement et la comparaison de distributions de tailles de blocs a été étudiée. Les résultats de l'étude indiquent que ces tests sont trop sévères pour l'étude de telles entités dans les conditions explorées. En outre, ces entités sont des variables dépendantes et la mise en application des tests statistiques requiert l'indépendance des variables.

2.2.2 Caractérisation microstructurale du métal de base détensionné à l'échelle du sous-grain

2.2.2.1 Taille de sous-grains

La sous-structure du métal de base détensionné est observable sur le cliché MET de la Figure 2-19. Les mesures de tailles de sous-grains ont été réalisées grâce à des observations par microscopie électronique en transmission sur des lames minces. Le MET utilisé est un PHILIPS EM430, dont la tension d'accélération est de 300 kV.

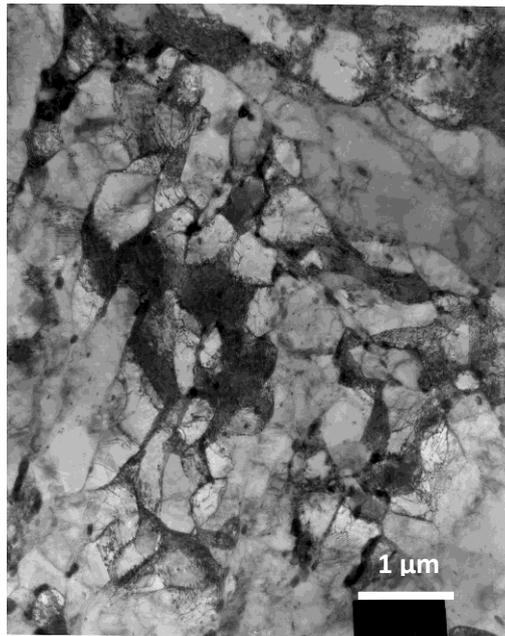


Figure 2-19 : micrographie au MET de la sous-structure du métal de base détensionné.

La taille moyenne des sous-grains a été mesurée sur cinq micrographies, prises à différentes zones dans la lame et avec un grandissement de 36000. La procédure de mesures de sous-grains est la même que celle utilisée par Giroux et al. [Giroux et al., 2010] sur le métal de base non détensionné et décrite au paragraphe 2.1.4. La taille moyenne évaluée est de $0,28 \mu\text{m} \pm 0,12 \mu\text{m}$. La taille moyenne des sous-grains de cette étude est plus faible que celles fournies par la littérature sur des aciers Grade 92 non détensionnés. Elle est également plus faible que celle évaluée par la même méthode sur le même métal de base non détensionné. Ce résultat n'est pas en accord avec ce qui est attendu compte-tenu du traitement post soudage appliqué à la microstructure, et qui aurait dû avoir tendance à les faire grossir.

La filiation de dureté réalisée dans la section transversale du joint soudé (présentée dans la partie 3.2.1) révèle une évolution de la dureté entre le métal de base proche de la zone affectée thermiquement et le métal de base situé à une plus grande distance, estimée à environ 5 mm. Un écart de $10 \text{HV}_{0,5}$ est constatée entre ces deux zones.

Les tailles moyennes de sous-grains dans le métal de base détensionné ont été réévaluées mais l'échantillon a cette fois-ci été prélevé à une plus grande distance de la soudure, à plus de 15 mm de la ligne de fusion. Six micrographies ont été utilisées pour réaliser les distributions. Elles ont cette fois-ci été réalisées à l'aide d'un MET JEOL 2100, fonctionnant à une tension d'accélération de 200 kV, à un grandissement de 20000. La taille moyenne mesurée pour cette seconde distribution est estimée à $0,45 \mu\text{m} \pm 0,2 \mu\text{m}$. Cette valeur est cohérente avec les résultats de la littérature. Cette

taille moyenne est supérieure aux valeurs obtenues par Giroux et al et Ennis et al.. Cela s'explique par une légère restauration survenue lors du traitement post-soudage.

Le Tableau 2-13 compare les tailles moyennes de sous-grains mesurées dans le métal de base non détensionné et dans le métal de base détensionné, situé à la fois à moins de 5 mm de la ligne de fusion et à plus de 15 mm de la ligne de fusion. Les nombres de clichés et de sous-grains considérés sont également indiqués.

Matériau	MB non détensionné [Giroux et al., 2010]	MB détensionné A moins de 5 mm de la ligne de fusion	MB détensionné A plus de 15mm de la ligne de fusion
Nombre de clichés	3	5	7
Nombre de sous-grains mesurés	4956	1108	642
Moyenne (μm)	0,37	0,28	0,45
Ecart-type (μm)	0,17	0,12	0,2
Moyenne μ de la distribution log-normale ajustée	-0,43	-0,55	-0,35
Moyenne σ de la distribution log-normale ajustée	-0,77	-0,92	-0,70

Tableau 2-13 : tailles moyennes de sous-grains mesurées dans le métal de base non détensionné et dans le métal de base détensionné, situé à moins de 5 mm de la ligne de fusion et à plus de 15 mm de la ligne de fusion.

Les deux distributions de tailles de sous-grains dans le métal de base détensionné sont présentées sur la Figure 2-20. Les distributions de tailles de sous-grains suivent une loi de type log-normale, dont les paramètres sont donnés dans le Tableau 2-13.

La distribution de tailles de sous grains examinés loin de la ligne de fusion est décalée vers les plus grandes valeurs.

Les tailles de sous-grains mesurées dans le métal de base près de la ligne de fusion sont donc petites et inférieures à ce qui est attendu. Une hypothèse a été formulée afin d'expliquer ce constat. Cette microstructure est probablement liée aux conditions de soudage. Les tubes sont bridés lors du soudage. Une zone de métal de base, confinée entre un métal de base dans lequel la température est relativement faible et dont la microstructure n'évolue pas, et le métal fondu dans lequel se produisent des transformations et des changements de phases. La microstructure confinée de cette zone de métal de base a donc probablement subi une déformation plastique (et donc une augmentation de la densité de dislocations) résultant des contraintes thermiques liées au confinement. Le traitement de détensionnement consécutif au soudage aurait activé le phénomène de restauration à l'origine de cette fine sous-structure. On aurait donc affaire à une zone affectée thermomécaniquement (TMAZ) située entre la ZAT et le métal de base détensionné.

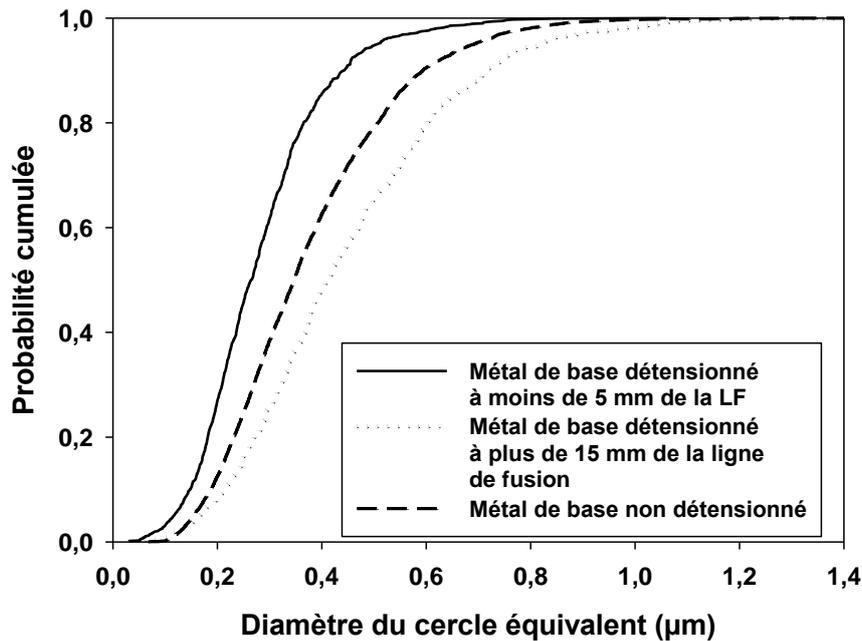


Figure 2-20 : distributions en probabilités cumulées des tailles de sous-grains dans le métal de base à moins de 5 mm de la ligne de fusion (LF) et le métal de base à plus de 5 mm de la ligne de fusion.

2.2.2.2 Densités de dislocations

La densité de dislocations mesurée dans le métal de base détenteionné est estimée à $3,5 \times 10^{14} \text{m}^{-2}$.

Cette valeur est cohérente avec les valeurs trouvées dans la littérature sur du métal de base en acier Grade 92 non détenteionné (Tableau 2-4).

Cette valeur a été obtenue suite à des mesures faites sur cinq sous-grains. Ces mesures fournissent un ordre de grandeur de la densité de dislocations dans le métal mais ne sont pas des mesures précises. Afin d'améliorer la précision, il serait plus rigoureux de mesurer systématiquement l'épaisseur de la lame mince à chaque cliché. Par ailleurs, pour qu'elle soit représentative, il faudrait mesurer cette valeur sur un plus grand nombre de clichés et donc de sous-grains. En effet, la densité de dislocations est répartie de manière très hétérogène dans ce matériau, comme l'illustre le cliché en champ clair de la Figure 2-21 a). D'après cette micrographie, certains sous-grains comportent beaucoup de dislocations et d'autres en semblent presque exempts, du moins pour les conditions de diffraction utilisées ici.

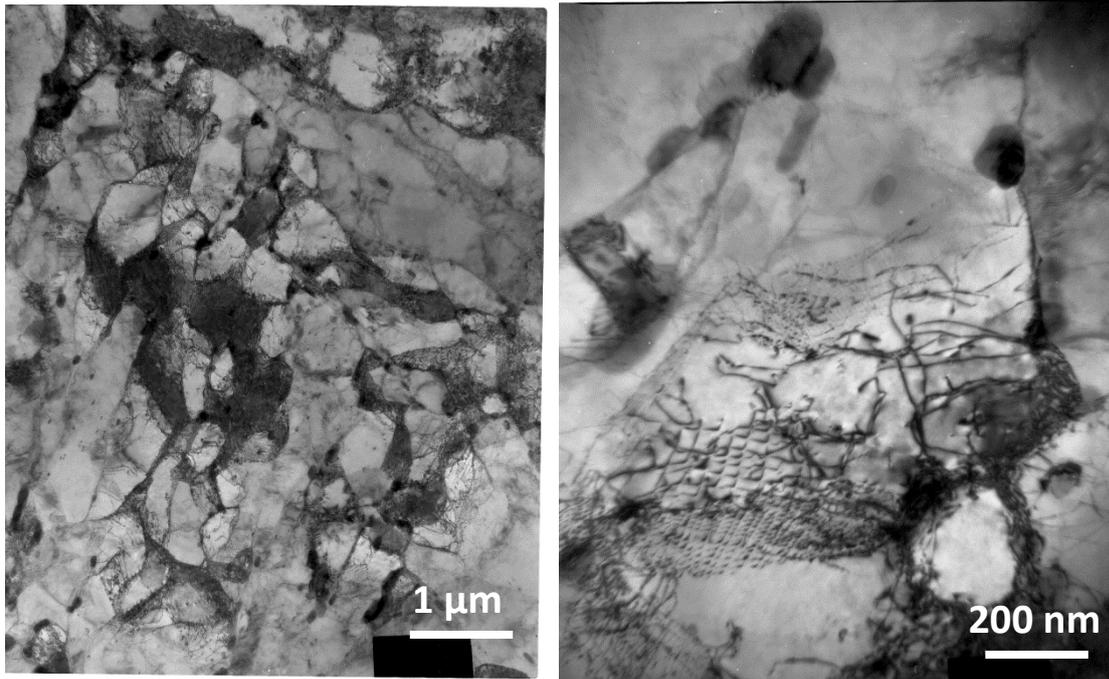


Figure 2-21 : images en champ clair réalisées au MET a) de la sous-structure du métal de base détensionné, et b) d'une paroi de dislocations.

Les clichés MET de la Figure 2-21b) illustre la répartition des dislocations dans ce matériau. Le cliché présente un enchevêtrement de dislocations formant très probablement un sous-joint.

Les incertitudes liées à ces mesures ont été quantifiées. Ces incertitudes sont liées aux caractéristiques de l'échantillon, à la méthode d'analyse ainsi qu'à la qualité de l'image. Deux paramètres, l'épaisseur de la lame et le nombre d'intersections, ont été modifiés et leur influence sur la mesure finale a été estimée.

L'incertitude sur l'épaisseur de la lame mince est généralement proche de 50 nm. L'épaisseur estimée de la lame a donc été modifiée de 50 nm. Les densités de dislocation sont estimées, à partir des mêmes mesures, pour des épaisseurs de lame de 150 nm et de 250 nm.

Une moyenne de 52 intersections sur l'ensemble des sous-grains est mesurée pour le métal de base détensionné « TMAZ » (proche de la ligne de fusion) avec un écart-type de 8. Les calculs ont été faits en faisant varier de 10 le nombre d'intersections. Cet écart peut, en outre, être lié à l'erreur induite par les différences de grandissement des clichés MET, ce qui entraîne alors un nombre d'intercepts différent.

Les densités de dislocations estimées ont été recalculées après modification de ces différents paramètres (Tableau 2-14).

Zone	Métal de base	
	Moyenne ($10^{14}m^{-2}$)	Ecart-type ($10^{13}m^{-2}$)
Valeur initiale	3,5	4,9
e - 50 nm	4,7	6,6
e + 50 nm	2,8	3,9
n - 10	2,8	3,9
n + 10	4,2	6,2
e - 50 nm n + 10	5,6	8,2
e + 50 nm n - 10	2,3	3,2

Tableau 2-14 : sensibilité de la valeur moyenne et de l'écart-type des densités de dislocations dans le métal de base (proche de la ligne de fusion), calculées en fonction des paramètres utilisés pour leur estimation.

On observe qu'une augmentation de l'épaisseur de la lame de 50 nm diminue la valeur de la densité de dislocations de 20% et une réduction d'épaisseur de 50 nm augmente la densité de dislocation de 35%.

La modification du nombre d'intersections modifie de 20% les densités de dislocations.

La densité de dislocations a également été calculée en modifiant cette fois-ci les deux paramètres. L'erreur induite est évaluée entre 35 et 60 %.

2.2.2.3 Caractérisation des précipités dans l'acier de l'étude.

Les précipités présents dans le métal de base ont été caractérisés en microscopie électronique en transmission par énergie filtrée (EFTEM) et en haute résolution. Les observations et analyses ont été faites sur des répliques extractives et sur des lames minces. La microscopie électronique en transmission par énergie filtrée est une technique puissante pour la détection et la quantification de précipités dans les aciers [P. Warbicheler et al., 1998]. Hättestrand and Andrén [M. Hättestrand and H.-O. Andrén, 2001] ont utilisé l'EFTEM afin de déterminer les distributions de tailles de précipités VN, $M_{23}C_6$ et des phases de Laves dans un acier Grade 92 dans des conditions à réception et après essais de vieillissement et de fluage. Les auteurs ont constaté une augmentation de 20% de la taille des $M_{23}C_6$ après vieillissement à 600 °C pendant 26 000 h et une augmentation de 70 % à 650 °C. Les précipités VN sont stables dans ces conditions de vieillissement (environ 40 nm). Hättestrand and Andrén ont également constaté l'apparition de phases de Laves à partir de 10 000 h de vieillissement à 600 °C.

Les analyses en EFTEM ont été faites à l'aide d'un microscope électronique en transmission JEOL 2100 équipé d'un filtre d'image Gatan (GIF) travaillant avec une tension d'accélération de 200kV. Les observations en haute résolution ont été faites à l'aide d'un microscope électronique en transmission JEOL 2010.

Les observations en microscopie électronique en transmission révèlent que deux types de précipités sont présents dans le matériau et qu'ils se distinguent par leur taille. Des précipités de plusieurs dizaines de nanomètres de diamètre sont observables, ainsi que des précipités de plus de 100 nanomètres. Les précipités majoritairement présents dans ce matériau sont les Cr_{23}C_6 et les VN.

Afin d'obtenir et de détecter ces précipités, des cartographies du chrome et du vanadium ont été faites sur lames minces en métal de base à plus de 15 mm de la ligne de fusion. Pour l'acquisition des cartographies, le seuil pour les deux éléments correspond à L_2 . Le temps d'acquisition est de 10 secondes.

Une des zones analysées est présentée sur la Figure 2-22. En premier lieu, on observe l'image en champ clair (Figure 2-22a)). Les cartographies du chrome et du vanadium sont observables sur les Figure 2-22 b) et c).

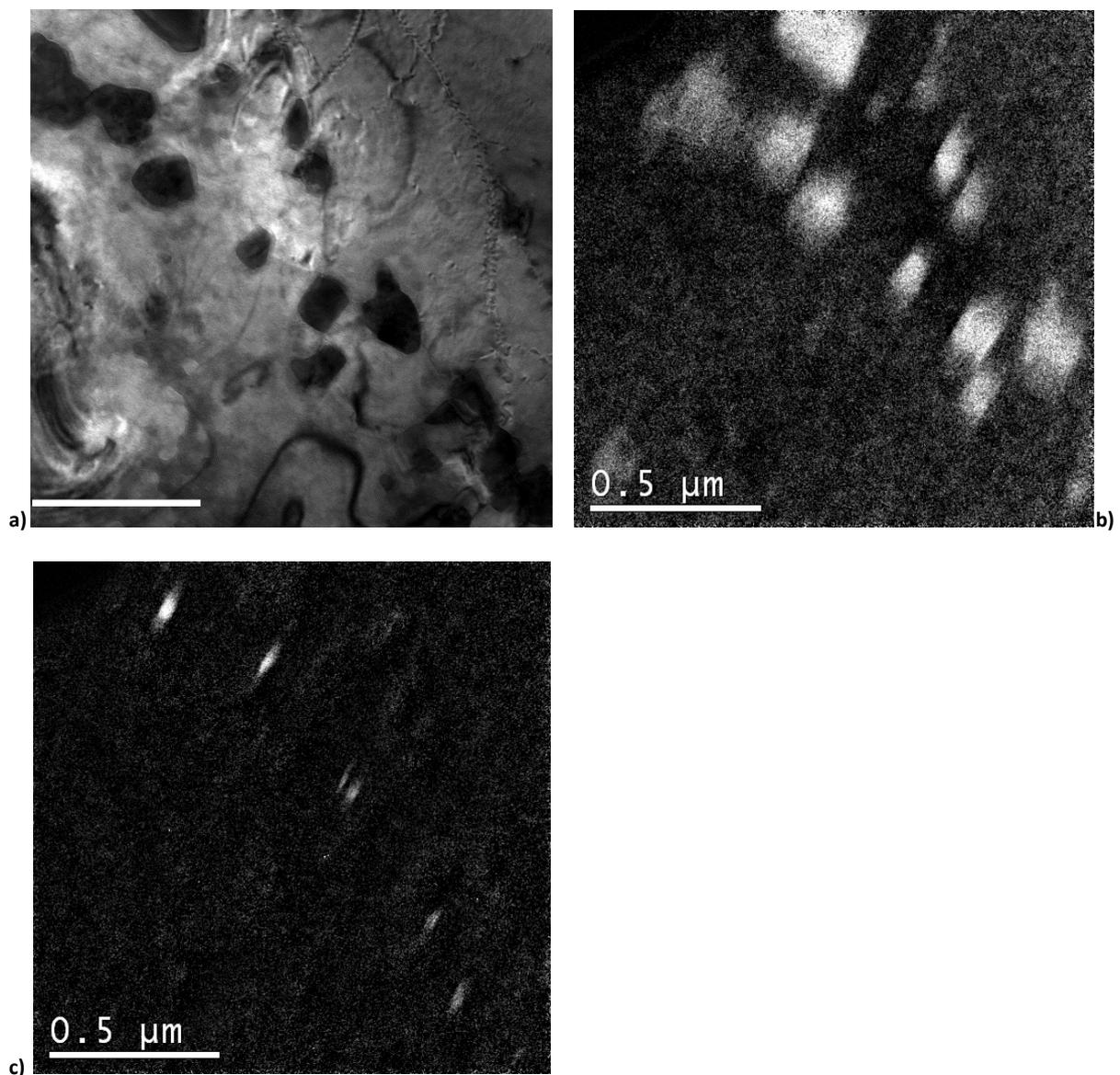


Figure 2-22 : a) image en champ clair sur cliché obtenu dans le métal de base, b) cartographie du chrome, c) cartographie du vanadium.

On constate que deux types de phases sont présents dans le matériau Grade 92. On observe des phases riches en chrome, qui sont des particules de grande taille, typiquement comprise entre 80 nm et 200 nm, et des phases riches en vanadium, de taille plus petite, typiquement comprise entre 20 nm et 50 nm.

L'analyse chimique de ces précipités est complétée par une caractérisation de leur structure cristallographique. Pour cela, la microscopie en haute résolution est utilisée.

L'étude des structures cristallographiques des précipités n'a pas pu être faite sur les précipités analysés en EFTEM.

Néanmoins, seulement deux types de précipités ont été mis en évidence en EFTEM. Les analyses en haute résolution n'ont révélé que deux structures cristallographiques différentes. Deux particules analysées sont présentées ci-dessous.

Les précipités étudiés et les clichés issus des transformées de Fourier sont présentés sur la Figure 2-23 et la Figure 2-24. L'indexation du premier cliché (Figure 2-23) indique qu'il s'agit d'une structure cubique à faces centrées (CFC). Ce cliché coïncide avec le cliché de diffraction d'un précipité MX selon l'axe de zone (1 1 0). Le paramètre de maille est évalué à 3,6 Å. Il s'agit bien d'un précipité MX [Ennis et al., 2000, Shen et al., 2009].

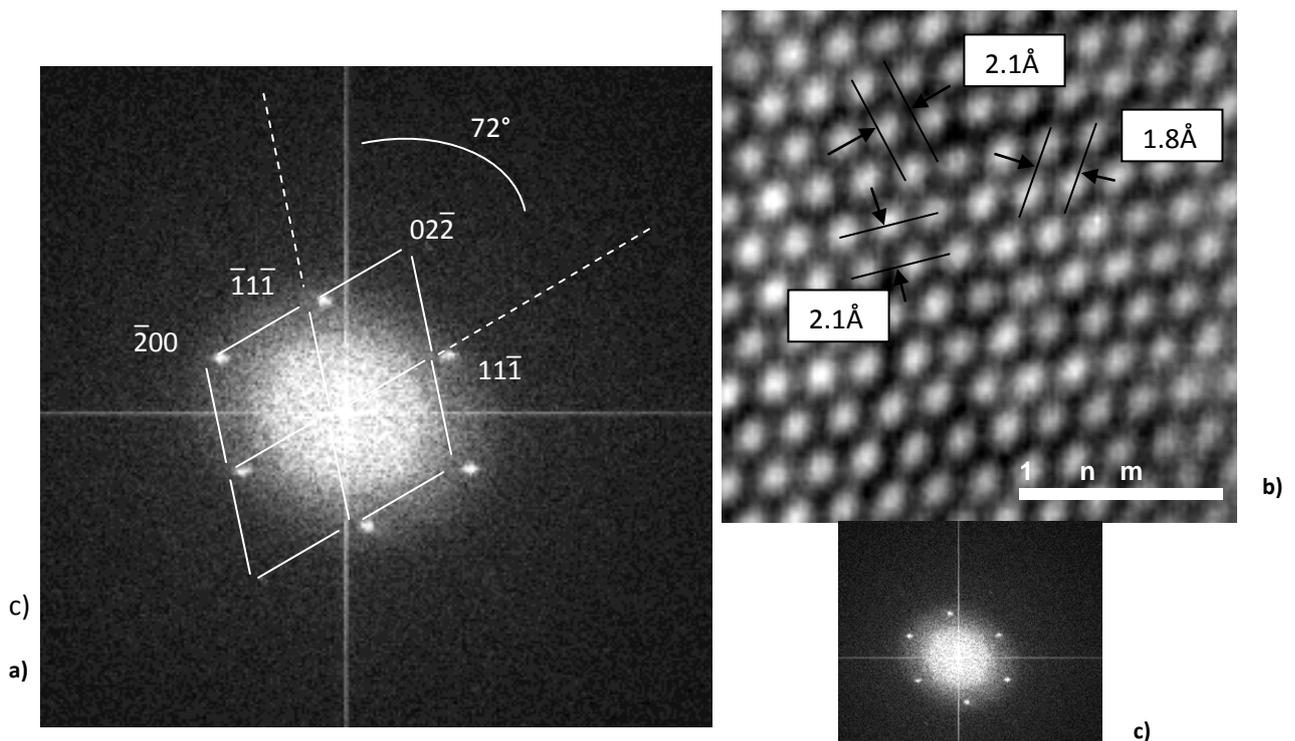


Figure 2-23 : a) image d'un précipité MX étudié, b) cliché issu de la transformée de Fourier et c) cliché de diffraction.

L'indexation du second cliché indique également que la structure est CFC (Figure 2-24). Ce cliché coïncide avec le cliché de diffraction d'un précipité M₂₃C₆ selon l'axe de zone (1 -1 2). Le paramètre de maille est évalué à 10,3 Å. Il s'agit bien d'un précipité M₂₃C₆ [Ennis et al., 2000, Shen et al., 2009].

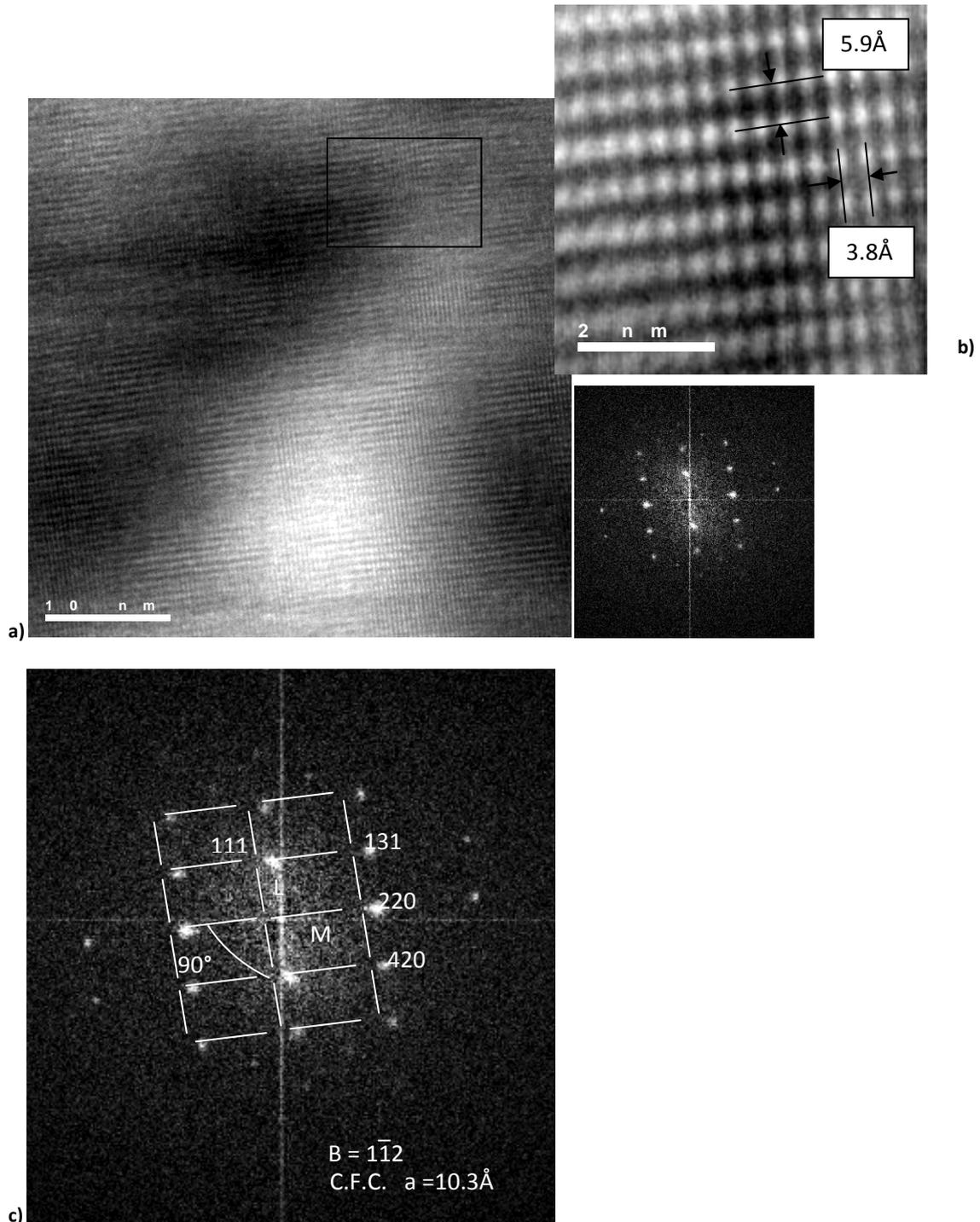


Figure 2-24 : a) image du précipité $M_{23}C_6$ étudié, b) cliché issu de la transformée de Fourier et c) cliché de diffraction.

Les analyses ont donc permis de caractériser les précipités présents dans ce matériau. Les phases majoritairement présentes dans ce métal de base Grade 92 détensionné sont des précipités $M_{23}C_6$ riches en chrome et des précipités MX riches en vanadium. Ces résultats sont en accord avec les résultats de la littérature (paragraphe 2.1.7).

Les analyses réalisées en EFTEM sont également utilisées afin de définir une taille seuil permettant de différencier les deux types de précipités sur des observations au MEB FEG, sans utiliser systématiquement l'EFTEM. Des distributions de tailles de particules ont été obtenues grâce à cinq

cartographies élémentaires faites dans le métal de base détensionné. 72 particules riches en chrome et 40 particules riches en vanadium ont été considérées.

Les cartographies ont été traitées à l'aide du logiciel d'analyse d'images Visilog. Le contour de chaque particule a été dessiné manuellement au moyen d'un stylet. Cette étape a dans un premier temps été réalisée sur les particules riches en chrome et dans un second temps sur les particules riches en vanadium. Le logiciel réalise ensuite des opérations de binarisation puis affecte aléatoirement des couleurs aux contours dessinés, afin ensuite d'obtenir une cartographie des contours de précipités. Un exemple de cartographie obtenue suite à ce traitement est observable sur la Figure 2-25. Pour terminer, le logiciel réalise des opérations morphologiques sur les particules dessinées, afin d'obtenir les distributions de diamètres circulaires équivalents de particules. Il est difficile de quantifier précisément l'erreur sur les mesures de tailles de particules à l'aide de cartographies faites en EFTEM. Les incertitudes sont liées à l'outil d'observation et de caractérisation, ainsi qu'à la mesure par l'opérateur en elle-même. En effet, la démarche utilisée a fait appel à des étapes de traitement d'images et du signal. L'incertitude est arbitrairement estimée à 10%.

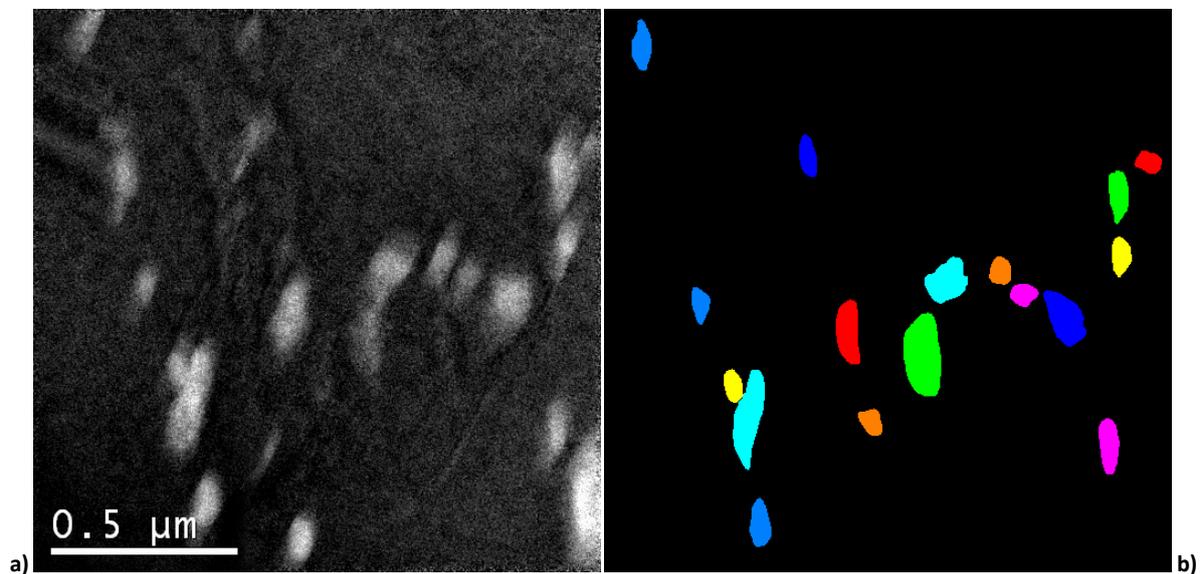


Figure 2-25 : a) cartographie du chrome faite dans le métal de base et b) cartographie des particules associée obtenue avec Visilog.

Les distributions des tailles des deux types de particules sont présentées sur le graphique de la Figure 2-26.

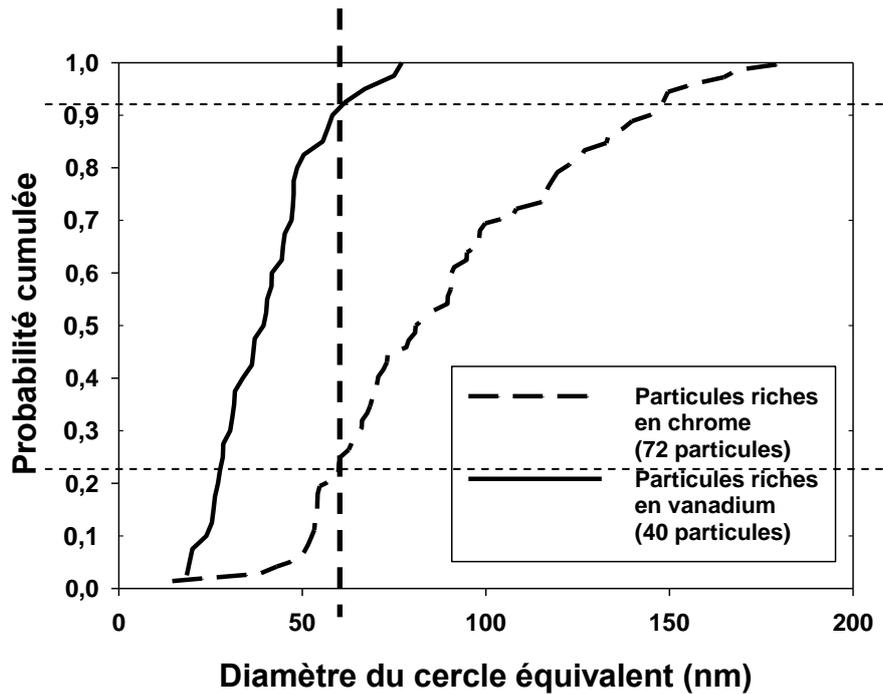


Figure 2-26 : évolution des fréquences cumulées en fonction du diamètre circulaire équivalent.

Les tailles des plus petites particules mesurées sont de l'ordre de 15 nm. Les tailles minimales mesurables sont donc supérieures à la limite de résolution. En effet, une particule de 2 nm de rayon est supérieure à la taille de pixels. Les diamètres maximaux des particules riches en vanadium sont de l'ordre de 50 nm.

On constate un recouvrement des distributions de tailles pour les deux types de précipités. Près de la moitié des précipités $M_{23}C_6$ présente des diamètres du même ordre de grandeur que les MX.

Il est donc difficile sans analyse chimique EFTEM de différencier les plus larges MX des plus fins $M_{23}C_6$.

L'étape suivante a consisté à déterminer une taille seuil afin de différencier ces deux types de précipités à travers des observations au MEB FEG ou au MET, plus aisées et permettant à priori de traiter d'importantes populations de données.

L'évolution du diamètre moyen des particules en fonction de la taille seuil imposée est présentée sur la Figure 2-27.

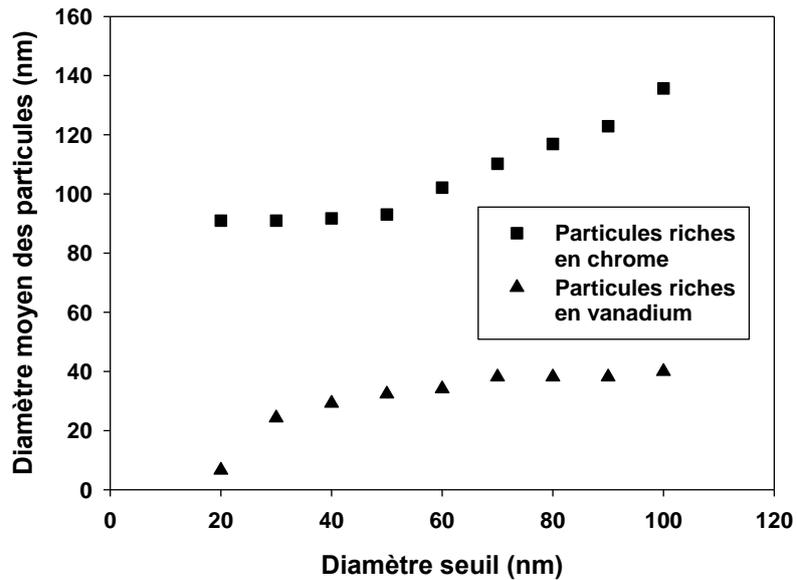


Figure 2-27 : évolution du diamètre moyen de particules en fonction du diamètre seuil.

Les particules riches en chrome possèdent un diamètre moyen constant lorsque le seuil est entre 20 et 50 nm. Ce résultat est également observable sur la distribution de la Figure 2-26. Au-delà d'un seuil de 50 nm, le diamètre moyen des particules augmente. Cela signifie qu'il y a très peu de particules riches en chrome de diamètre inférieur à 50 nm dans la distribution, moins de 10% d'après la Figure 2-26. Pour un diamètre seuil de 50 nm, la taille moyenne des particules est de 110 nm.

De la même manière, le diamètre moyen des particules riches en vanadium est constant lorsque le diamètre seuil est supérieur à 60 nm. En-deçà d'un seuil de 60 nm, le diamètre moyen des particules diminue. Peu de particules riches en vanadium présentent un diamètre supérieur à 60 nm (10% d'après la Figure 2-26). Pour un diamètre seuil de 60 nm, le diamètre moyen des particules est de 40 nm.

La Figure 2-28 trace la distribution des tailles de précipités en nombre.

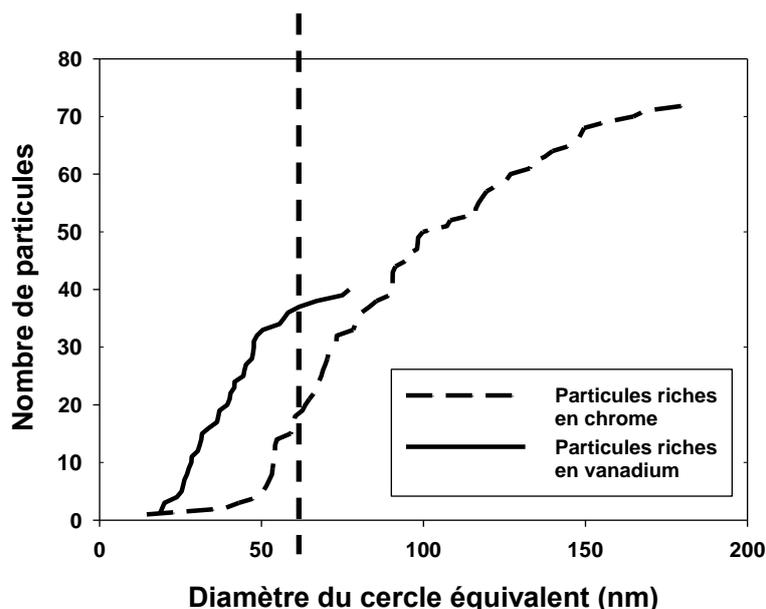


Figure 2-28 : évolution du nombre de particules en fonction du diamètre circulaire équivalent.

Le Tableau 2-15 compare le nombre et le pourcentage de chaque type de particule en fonction du seuil choisi, d'après les données présentées ci-dessus.

	$M_{23}C_6$ (72 particules)		MX (40 particules)	
	Nombre de particules de taille inférieure à 50 nm	Nombre de particules de taille inférieure à 60 nm	Nombre de particules de taille inférieure à 50 nm	Nombre de particules de taille inférieure à 60 nm
En probabilité cumulée	7 %	25 %	80 %	90 %
En nombre	5	18	33	36

Tableau 2-15 : comparaison du nombre de particules $M_{23}C_6$ et MX dont le diamètre est inférieur à 50 nm ou à 60 nm, en probabilité cumulée et en nombre.

D'après le Tableau 2-15, 18 particules riches en chrome ($M_{23}C_6$) et 36 particules riches en vanadium (MX) ont une taille inférieure à 60 nm. Le nombre de particules $M_{23}C_6$ en jeu lorsque le seuil est placé à 50 nm ou à 60 nm est de 13, et il est de 3 pour les MX. Compte-tenu du nombre total de particules, deux fois plus élevé pour les $M_{23}C_6$, la proportion de particules en jeu est à peu près équivalente. Ainsi, il a été décidé de fixer la taille seuil à 60 nm. Cette valeur seuil est un compromis. La taille moyenne des $M_{23}C_6$ est légèrement surestimée (20 % sont attribués à des MX) tandis qu'on sous-estime la taille moyenne des MX (10 % sont attribués à des $M_{23}C_6$).

Ainsi, l'ensemble de ces résultats permet de fixer la taille minimale des précipités attribués à la phase $M_{23}C_6$ à 60 nm et la taille maximale des précipités considérés comme MX, à 60 nm.

Les distributions de tailles mesurées avec l'EFTEM et seuillées, sont comparées aux distributions initiales sur la Figure 2-29.

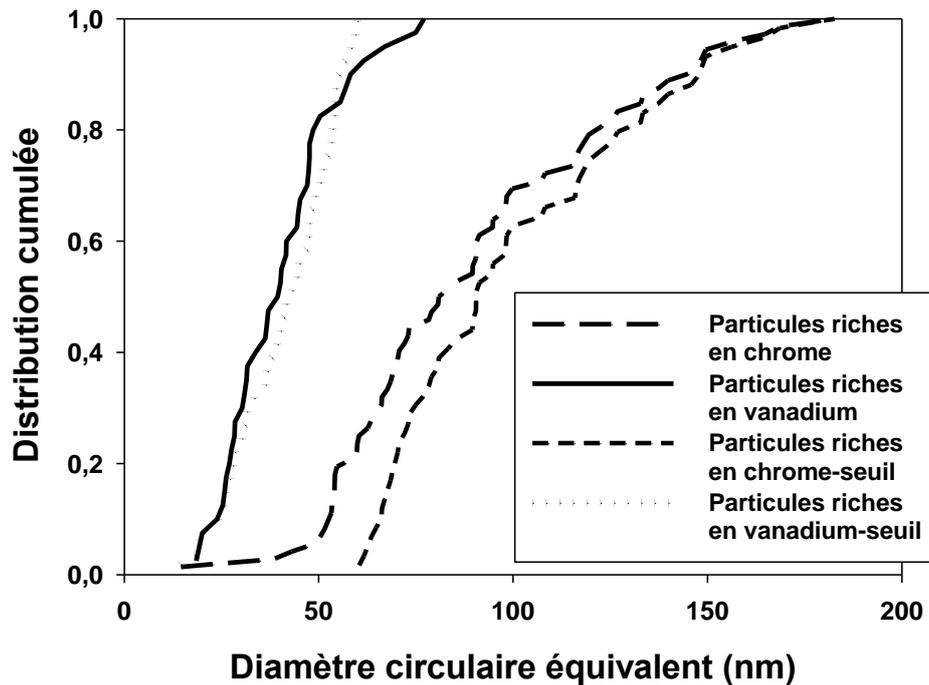


Figure 2-29 : évolution des fréquences cumulées en fonction du diamètre circulaire équivalent, en tenant compte du seuil de 60 nm fixé.

Les tailles de précipités $M_{23}C_6$ ont ensuite été étudiées à l'aide de micrographies au MEB FEG sur des répliques extractives.

Cinq micrographies ont été utilisées pour obtenir une distribution représentative. La procédure d'analyse de ces micrographies est identique à celle utilisée précédemment.

Le repérage des contours a, dans certains cas, été plus délicat. Les particules, dont le contraste par rapport au fond de l'image n'est pas assez élevé, n'ont pas été prises en compte. Par ailleurs, des agrégats de particules sont observables sur les micrographies. Seules les particules nettement différenciables parmi ces agrégats ont été considérées. Les particules constituant les agrégats sont larges. Ce biais ne modifiera pas le début de la distribution de particules (petites tailles).

Les diamètres circulaires équivalents de précipités, ainsi que les distances entre particules, ont été obtenus grâce au logiciel Visilog. La distance entre particule correspond ici à la distance minimale entre deux bords de particules. 742 particules ont été considérées.

La Figure 2-30a) est une micrographie faite au MEBFEG sur des répliques extractives prises dans le métal de base détensionné. La Figure 2-30b) correspond à une cartographie des précipités identifiés manuellement, obtenue avec le logiciel Visilog.

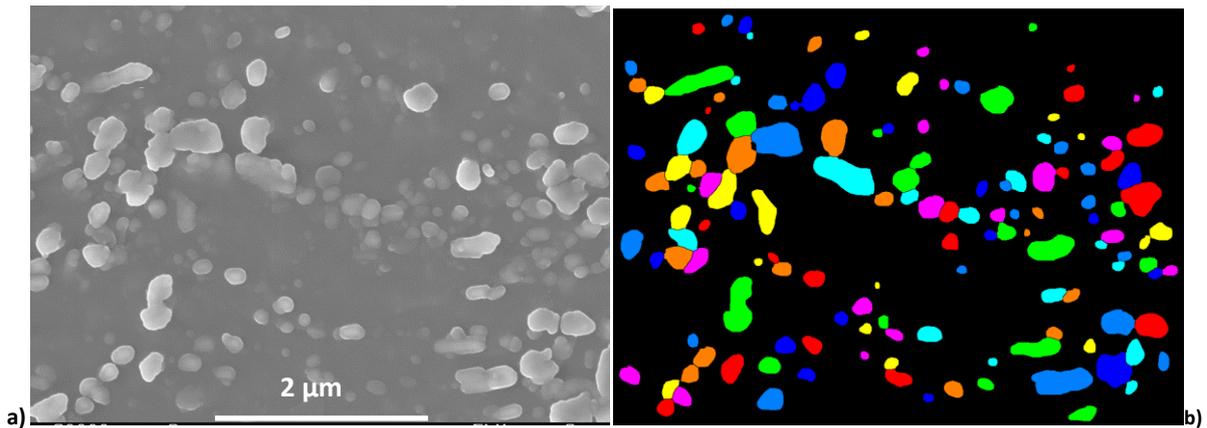


Figure 2-30 : a) micrographie au MEB FEG du métal de base sur répliques extractives et b) cartographie des précipités identifiés à l'aide de Visilog (couleurs aléatoires).

Les précipités $M_{23}C_6$ sont de forme allongée. Le facteur de forme moyen estimé à partir de l'ensemble des particules considérées, est de 1,4.

La taille moyenne des précipités identifiés est de 178 nm (l'écart-type est de 90 nm).

La taille moyenne des précipités $M_{23}C_6$ mesurés est supérieure aux tailles moyennes de précipités mesurées par d'autres auteurs dans des aciers Grade 92 (Tableau 2-5) et aux valeurs obtenues d'après la Figure 2-26.

Le traitement post-soudage a probablement favorisé le grossissement des précipités. Gao et al. et Vivier [Gao et al., 2012, Vivier, 2007] ont constaté ces évolutions après traitement thermique à 760°C respectivement sur des aciers Grade 91.

La Figure 2-31 présente la distribution des effectifs cumulés des tailles de précipités $M_{23}C_6$.

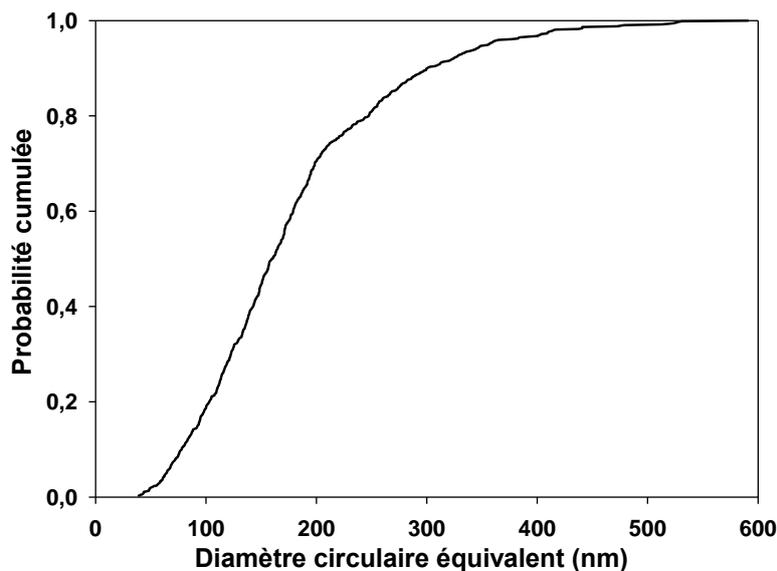


Figure 2-31 : distribution des tailles de précipités $M_{23}C_6$.

La taille maximale de précipité mesurée est d'environ 500 nm.

Il est important de souligner les incertitudes introduites par cette méthode. Certains précipités de petites tailles n'ont probablement pas pu être extraits au cours de la préparation des répliques. De plus, le polissage électrolytique est parfois inefficace et insuffisant pour permettre l'extraction des plus grosses particules. Ainsi, les précipités les plus larges et certains précipités plus fins ne sont pas pris en compte dans la distribution. Par ailleurs, la surface d'échantillonnage des particules de plus grande taille est plus petite que la surface d'échantillonnage des particules plus fines.

La distribution de précipités $M_{23}C_6$ obtenue à l'aide d'images faites au MEB FEG sur des répliques a été comparée à la distribution obtenue à l'aide de cartographies faites en EFTEM sur des lames minces. Les deux distributions sont présentées sur la Figure 2-32.

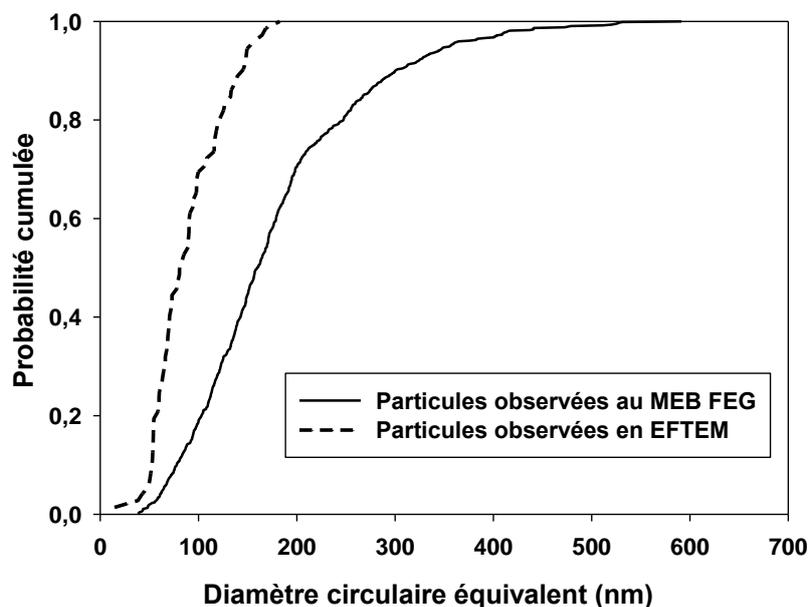


Figure 2-32 : distributions des diamètres circulaires équivalents mesurés sur des images faites au MEBFEG et sur des cartographies EFTEM.

La comparaison met en avant que les tailles de particules mesurées sur des observations faites au MEB FEG sont plus grandes que les diamètres mesurés sur des cartographies obtenues en EFTEM.

Ce résultat est lié au grandissement des images utilisées pour les mesures. Les observations faites au MEB FEG ont des grandissements plus faibles. Ainsi, la densité de particules obtenues avec cette technique est plus importante et les particules mesurées sont globalement plus larges. Les particules les plus larges n'avaient pas pu être observées au MET.

Les diamètres de particules mesurés dépendent donc de la technique d'observation utilisée. Aucune étude à ce sujet n'a été entreprise sur des précipités $M_{23}C_6$. Néanmoins, Korcakova et al. [Korcakova et al., 2001] ont obtenu des résultats symétriques à partir de mesures de tailles de phases de Laves sur matériau vieilli (Figure 2-33). Les auteurs ont constaté que les diamètres de phases de Laves mesurés sur des cartographies faites en EFTEM sont plus grands que ceux mesurés sur des images faites au MEBFEG. Cette différence est liée au nombre de particules considérées, plus faible sur des cartographies faites en EFTEM. Par ailleurs, les phases de Laves sont des particules de

grandes tailles et le nombre de particules sur chaque cartographie sera d'autant plus faible. La représentativité statistique de la distribution de tailles de particules obtenue est donc discutable.

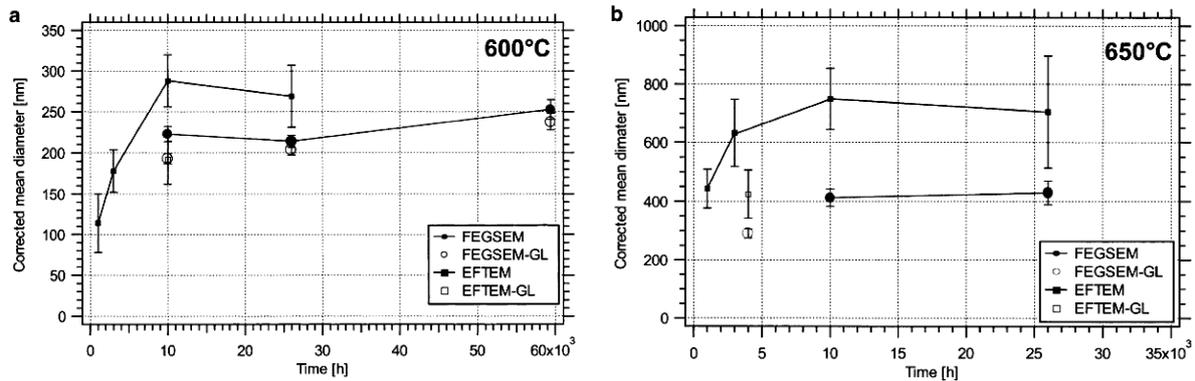


Figure 2-33 : diamètres moyens corrigés des phases de Laves en fonction du temps d'exposition a) 600 °C, b) 650 °C. (les symboles vides désignent les données de fluage, les symboles pleins désignent les données de vieillissement thermique, sans contrainte appliquée [Korcakova et al., 2001].

Les tailles de particules mesurées dépendent également du type d'échantillon utilisé. Les précipités observés sur des lames minces ont été coupés lors de la préparation de l'échantillon. A l'inverse, les précipités observables sur répliques ont été prélevés intégralement et leur forme initiale est conservée.

La taille maximale des particules observées au MEBFEG est plus élevée que celle obtenue avec des cartographies EFTEM. Deux phénomènes peuvent expliquer ce constat.

En premier lieu, cela peut être lié à la présence d'agrégats de particules (initialement présents ou créés par la réalisation des répliques). Sur certaines images, le contour des particules est difficilement discernable et certains agrégats ont pu être considérés comme de larges particules. Sur le cliché fait au MET de la Figure 2-19 des regroupements de précipités sont observables. Ainsi, ces particules rapprochées pourront facilement s'agglomérer lors de l'extraction des répliques.

En second lieu, certaines précipités $M_{23}C_6$ ont probablement des formes sinueuses, dont l'observation sur des lames minces au MET est difficile puisque les particules sont aléatoirement coupées. La forme des particules est révélée sur des répliques extractives.

L'évolution de l'indice de concavité des particules en fonction de leur diamètre du cercle équivalent a été étudiée (Figure 2-34). L'indice de concavité correspond au rapport de l'aire de la particule sur l'aire de l'enveloppe convexe de la particule.

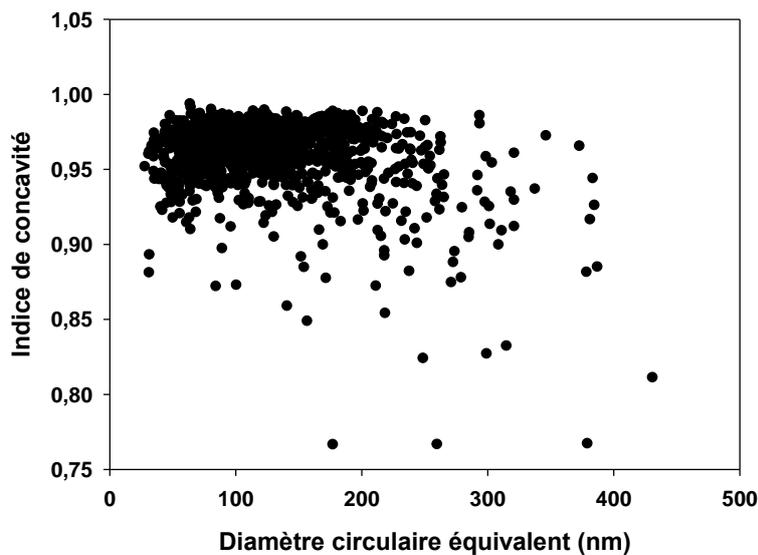


Figure 2-34 : évolution de l'indice de concavité en fonction du cercle équivalent.

Une fraction importante de plus grosses particules ont un indice de concavité nettement inférieur à 1 par rapport aux plus petites particules. Cette évolution indique que certaines particules de diamètre supérieur à 200 nm présentent des formes sinueuses. Ces particules correspondent sans doute à des précipités de forme dendritique (Figure 2-30). En outre, certains agrégats ont probablement été considérés comme des particules à part entière.

Les clichés faits au MET sur lame mince ne permettent pas de révéler la forme des particules. Le diamètre maximal de certaines larges particules sera donc systématiquement sous-estimé.

Les tailles de précipités MX ont été déterminées à l'aide de clichés faits au MET sur des répliques extractives. La procédure utilisée pour obtenir la distribution est identique à celle utilisée pour obtenir la distribution de précipités $M_{23}C_6$, à l'aide du logiciel Visilog.

La Figure 2-35 présente la distribution de précipités MX. Les Figure 2-36 a) et b) sont des micrographies obtenues au MET sur des répliques extractives. La taille moyenne des précipités MX est estimée à 20 nm +/- 10 nm. Sawada et al. [Sawada et al., 2001] ont évalué la taille moyenne des MX dans un acier Grade 92 (Austénitisation à 1070 °C pendant 2 heures et revenu à 780 °C pendant 2 heures). Ils ont étudié les tailles de 150 à 250 particules sur des clichés au MET sur répliques extractives. La valeur moyenne mesurée est de 15 nm. Cette valeur est cohérente avec les résultats de notre étude.

La distribution des tailles de précipités MX obtenue avec l'EFTEM sur lames minces, est comparée à la distribution des tailles obtenues à partir de clichés MET sur des répliques extractives. La distribution est décalée vers les plus grandes valeurs. L'ensemble des tailles mesurées à partir de cartographies EFTEM, est supérieur de plus de 10 nm. Ce résultat est très probablement lié aux larges incertitudes apportées par la mesure avec l'EFTEM.

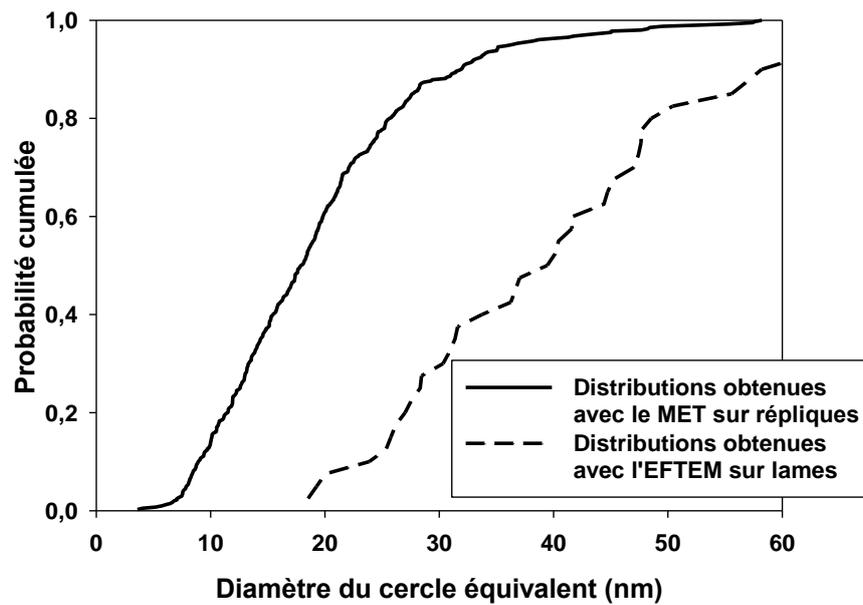


Figure 2-35 : distribution en probabilité cumulée des diamètres circulaires équivalents des précipités de tailles inférieures à 60 nm dans le métal de base détensionné.

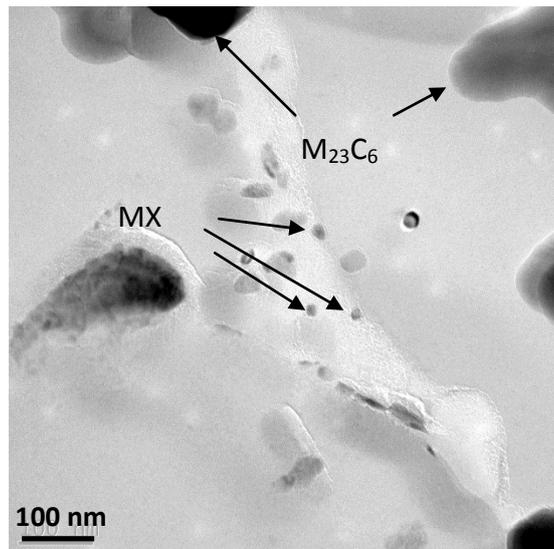


Figure 2-36 : image en champ clair sur répliques extractives prélevées dans le métal de base.

2.2.2.4 Conclusions

Plusieurs conclusions sont obtenues grâce à la caractérisation microstructurale à l'échelle du sous-grain de martensite :

- La taille moyenne de sous-grains dans le métal de base Grade 92 détensionné est évaluée à 0,45 μ m. Cette valeur est légèrement supérieure aux tailles moyennes de sous-grains trouvées dans la littérature dans le même type d'acier mais non détensionné. Ce constat est probablement lié à l'application du traitement de détensionnement.
- La taille moyenne des précipités $M_{23}C_6$ est estimée à 178 nm. Cette taille est légèrement plus élevée que celles mesurées par d'autres auteurs sur du Grade 92 non détensionné. Le

traitement de détensionnement a probablement favorisé la croissance de ces précipités. La taille des précipités MX est d'environ 20 nm. Les tailles obtenues dans la littérature sont du même ordre de grandeur. Le traitement de détensionnement n'a pas eu d'influence sur la croissance de ces précipités.

Vivier [Vivier, 2007] a comparé les microstructures du métal de base Grade 91 (Austénitisation 1070°C pendant 4h et revenu de 5h à 760 °C) détensionné et non détensionné. Il a constaté que ces microstructures étaient très peu différentes. Le traitement de détensionnement (750 °C pendant 20h) ne modifie pas l'état de précipitation ni la dureté du matériau. Seule une légère évolution de la taille de sous-grains est constatée.

Ces résultats ont également révélé la présence d'une zone intermédiaire entre le métal de base et la zone adoucie. Cette zone de 5 mm de largeur environ, présente une dureté de l'ordre de 220 HV_{0,5} et est inférieure à la dureté mesurée dans le métal de base détensionné situé plus loin de la ligne de fusion. Elle présente des tailles de sous-grains inférieures à celles mesurées dans le métal de base loin de la ligne de fusion (la taille moyenne est de 0,28 µm). Des contraintes thermomécaniques subies liées aux conditions de soudage sont probablement à l'origine de cette microstructure. Cette zone sera appelée « zone affectée thermo-mécaniquement » (TMAZ) dans la suite de l'étude.

2.2.3 Conclusions sur la microstructure du métal de base détensionné

La microstructure du métal de base Grade 92 détensionné a été caractérisée à différentes échelles.

L'ensemble des données quantitatives mesurées dans le métal de base détensionné sont rassemblées dans le Tableau 2-16.

Microstructure à l'échelle du bloc de lattes		Sous-structure			Etat de précipitation	
Taille moyenne des blocs (µm)	Facteur de forme des blocs (µm)	Taille moyenne de sous-grains dans la TMAZ (µm)	Taille moyenne de sous-grains dans le métal de base à plus de 15 mm de la ligne de fusion (µm)	Densité de dislocation (10 ¹⁴ m ⁻²)	Tailles de précipités M ₂₃ C ₆ (nm)	Tailles de précipités M ₂₃ C ₆ (nm)
2,5 (σ=2,65)	2,43 (σ=1,49)	0,28 (σ=0,12)	0,45 (σ=0,2)	3,52	178 (σ=90)	20 (σ=10)

Tableau 2-16 : données quantitatives (moyenne et écart-type) mesurées dans le métal de base détensionné.