
Amorçage de fissures de CSC et aspects microstructuraux

Afin d'améliorer la compréhension de l'amorçage des fissures intergranulaires de Corrosion Sous Contrainte (CSC), une étude locale à l'échelle de la microstructure, a été choisie. Celle-ci consiste à caractériser systématiquement les joints de grains ayant fissuré ainsi que les champs mécaniques (de déformation et de contraintes) autour de ces joints de grains. Les caractérisations microstructurales et mécaniques seront abordées respectivement dans les chapitres III et IV. L'objectif est ainsi de caractériser les paramètres permettant d'expliquer la sensibilité d'un joint de grains à la fissuration en CSC.

Ce Chapitre III décrit, dans un premier temps, la méthodologie utilisée pour réaliser les essais d'amorçage de fissures de CSC en milieu vapeur hydrogénée. Dans un deuxième temps, les résultats des essais, i.e. nombres d'amorces et caractérisation des joints de grains fissurés, sont présentés. Enfin, les sites d'amorçage seront corrélés à la microstructure (morphologie, orientation cristallographique et répartition des espèces chimiques dans la passe de soudage).

III.1 Méthodologie

Les observations des faciès de rupture des éprouvettes CT de l'Alliage 82 soudé ont mis en évidence des fronts de fissuration irréguliers, faisant apparaître des îlots localisés de propagation des fissures de CSC. Ce type de front de fissuration obtenu sur des alliages à base de nickel soudés a été observé à la fois en milieu primaire à 340°C et en milieu de vapeur d'eau hydrogénée à 400°C (paragraphe I.2.2) [Vaillant2005] [Guerre2011].

Par ailleurs, nous avons vu dans le chapitre bibliographique que les paramètres influençant l'amorçage et la propagation sont :

- la microstructure avec une dépendance au plan de prélèvement des éprouvettes dans la soudure, à la composition chimique, à l'état métallurgique et à la nature des joints de grains,
- la sollicitation mécanique avec les contraintes appliquées et les contraintes résiduelles,
- le milieu au travers notamment de la température et de la pression partielle d'hydrogène.

Ces paramètres peuvent, en partie, expliquer la dispersion des résultats d'amorçage et de propagation observée dans la littérature [LeHong2001a] [EPRI2004] [EPRI2007].

C'est pourquoi, nous nous intéressons tout particulièrement dans ce manuscrit aux aspects microstructuraux et mécaniques. En effet, dans le Chapitre II, la description des deux nuances d'Alliage 82 étudiées a mis en évidence des similitudes entre les deux types de moules bruts de soudage en ce qui concerne la morphologie des grains de la microstructure vis-à-vis des axes de prélèvement et de la précipitation. Les grains présentent alors une forme plutôt équiaxe pour les éprouvettes prélevées dans le plan TL (étêtement des dendrites), une forme allongée dans le plan TS (sens de croissance des dendrites) et la nature de la précipitation (intragranulaire et intergranulaire) est similaire dans les deux nuances « bruts de soudage ». Toutefois, il existe des différences sur les tailles de grains, les orientations cristallographiques et la densité de précipités. Ces différences microstructurales peuvent laisser supposer que le comportement vis-à-vis de l'amorçage de fissures de CSC est différent. Enfin, la taille et l'hétérogénéité de la microstructure impliquent que le volume élémentaire représentatif (VER), vis-à-vis de la CSC, soit de plusieurs centimètres carrés, expliquant probablement les dispersions obtenues sur les résultats des essais de la littérature et la difficulté de l'identification de critères d'amorçage et de propagation de fissures par CSC.

Par conséquent, et pour mieux comprendre les mécanismes d'amorçage des fissures de CSC dans l'Alliage 82, il a été choisi de se focaliser sur la microstructure et sur le comportement mécanique local au niveau des joints de grains. Une étude à l'échelle des joints de grains nécessite une caractérisation expérimentale fine et approfondie de la microstructure et des champs mécaniques à cette échelle. Ces caractérisations nécessitent :

- des analyses EBSD afin de connaître la morphologie et les orientations cristallographiques des grains ainsi que la nature des joints de grains,
- des caractérisations de l'état de précipitation, en partie décrites dans le Chapitre II, mais qui seront complétées dans ce chapitre, notamment par des analyses SIMS et microsonde de Castaing afin de caractériser la répartition des éléments chimiques au sein des passes de soudage,
- des mesures de champs cinématiques obtenus à l'aide d'outils de la corrélation d'images numériques de microgrilles d'or déposées en surface des éprouvettes par lithographie électronique. Les images sont prises au microscope électronique à balayage (MEB). Cette étude sera abordée au Chapitre IV.

L'état des contraintes locales au niveau des joints de grains sera également appréhendé par une étude numérique des contraintes normales aux joints de grains à l'aide de simulations numériques par éléments finis et de la suite Z-set® [Zebulon1999].

La corrélation entre toutes ces variables d'une part et les lieux de fissuration d'autre part devrait permettre de déterminer le degré de dépendance de la fissuration aux paramètres microstructuraux et/ou aux paramètres mécaniques via leur rôle sur, d'une part, l'énergie de cohésion des joints de grains vis-à-vis de la CSC et, d'autre part, sur le critère de fissuration par CSC (Figure III-1).

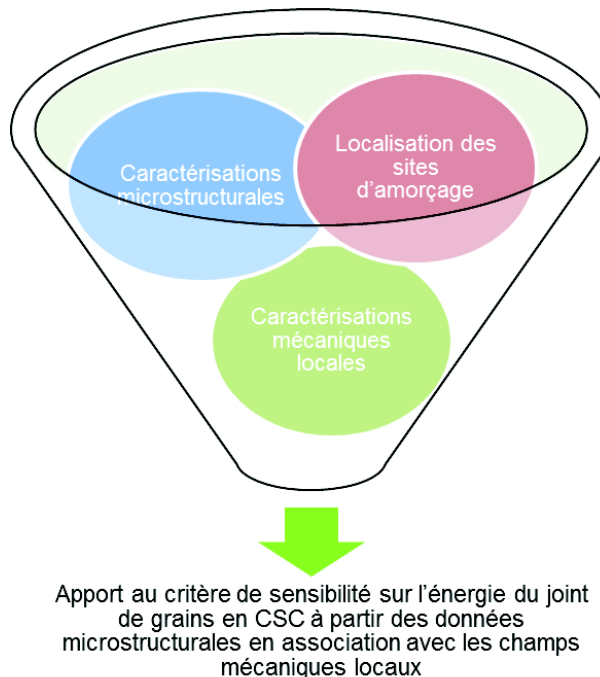


Figure III-1 : Méthodologie d'identification des paramètres caractérisant la sensibilité des joints de grains fissurés par CSC

III.2 Essais d'amorçage

Afin d'étudier l'amorçage de fissures en CSC, il a été choisi de réaliser des essais d'amorçage statiques à l'aide d'éprouvettes U-bend dont la mise en forme et les caractéristiques ont été

explicitées dans le paragraphe II.3. Les essais d'amorçage sont réalisés dans un autoclave de 23L en acier inoxydable. La grande capacité de la cuve permet de tester simultanément et dans un même milieu un grand nombre d'éprouvettes. Au cours de ces essais, la température, la pression totale et la pression partielle d'hydrogène sont mesurées, respectivement, à l'aide de thermocouples et de manomètres. Les éprouvettes U-bend sont placées sur un porte-échantillons comme illustré sur la Figure III-2.

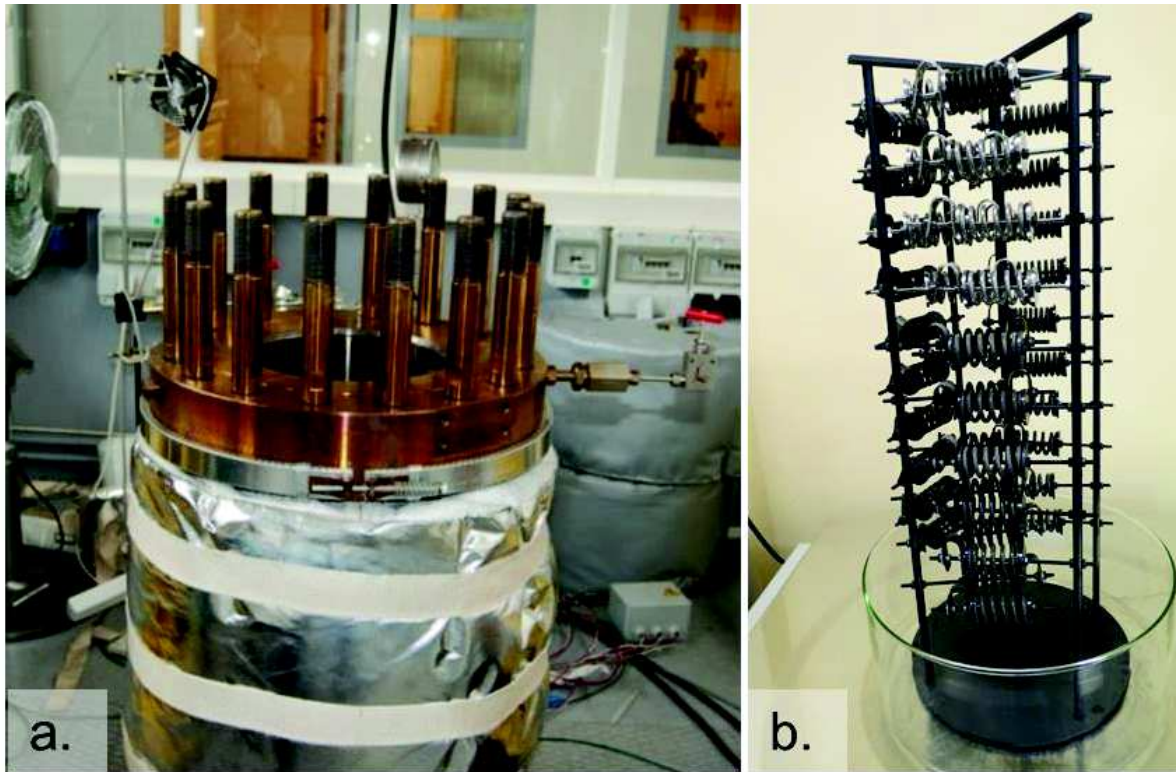


Figure III-2 : (a.) Photographie de la partie inférieure de l'autoclave et (b.) photographie des éprouvettes U-bend installées sur le porte-échantillons adapté à l'autoclave de 23L

Les essais d'amorçage sont réalisés dans un milieu de vapeur d'eau à 400°C et 188 bar avec une pression partielle d'hydrogène de 0,7 bar. La CSC des alliages à base de nickel étant thermiquement activée (paragraphe I.1.2), ce milieu d'essai permet de réduire la durée des essais tout en conservant le même mécanisme que celui en milieu primaire nominal (température comprise entre 290°C et 360°C). En effet, quelques auteurs [Economy1987] [Buisine1994] [Jacko2003] ont également réalisé des essais en milieu vapeur à 400°C sur des alliages à base de nickel (A600, A182 et A82) et ont pu constater une diminution du temps à l'amorçage tout en gardant les mêmes faciès intergranulaires de CSC.

Les essais d'amorçage ont été interrompus à 500h, 1500h, 2500h et 3500h afin d'estimer le temps à l'amorçage. Rappelons que les éprouvettes ont été prélevées dans trois moules de soudures : le moule A (18% de chrome et 0,014% de carbone, soudé par FCAW et brut de soudage), le moule B (19% de chrome et 0,025% de carbone, soudé par GTAW et brut de soudage) et le moule B' (19% de chrome et 0,025% de carbone, soudé par GTAW et traité thermiquement 7h à 600°C), chacun suivant deux plans de prélèvement : TL et TS. Le nombre d'éprouvettes fissurées pour chaque moule et pour chaque plan de prélèvement est reporté dans le Tableau III-1.

Toutes les éprouvettes U-bend ont été observées après chaque interruption par microscopie électronique à balayage (MEB FEG) à une tension d'accélération de 15 keV en mode électrons secondaires. Les surfaces observées d'environ 90mm² et localisées autour de l'apex. Dans

cette étape, les amorces de fissures de CSC sont détectées dès que leur longueur est de l'ordre d'une dizaine de micromètres.

Il apparaît que le temps à l'amorçage varie suivant les moules et les conditions de prélèvement. Tous paramètres égaux par ailleurs, les éprouvettes prélevées dans le plan TL amorcent pour des temps plus courts que celles prélevées dans le plan TS. Le temps est compris entre 500h et 1500h pour les moules A et B et entre 1500h et 2500h pour le moule B'. Cette sensibilité plus marquée pour le plan TL peut être surprenante étant donné que le pourcentage de joints de grains perpendiculaires à l'axe de sollicitation est plus élevé pour les éprouvettes prélevées dans le plan TS par rapport au plan TL (cf. Chapitre II).

Moule	Etat métallurgique	Sens de prélèvement	Résultats essais d'amorçage			
			500 h	1500 h	2500 h	3500 h
A	BS	TL	0/6	5/6	6/6	2/2
		TS	0/2	2/2	2/2	2/2
B	BS	TL	0/7	2/7	2/7	0/5
		TS	0/2	0/2	0/2	0/2
B'	TT	TL	0/7	0/7	1/7	0/5
		TS	0/2	0/2	0/2	0/2

Tableau III-1 : Synthèse des résultats des essais d'amorçage : rapport du nombre d'éprouvettes fissurées sur le nombre d'éprouvettes testées après chaque interruption, suivant le moule et le sens de prélèvement

Le Tableau III-2 recense l'ensemble des éprouvettes testées. Les éprouvettes avec un astérisque ont été instrumentées et caractérisées en surface (microstructure et champs de déformation). Huit éprouvettes U-bend n'ont pas été remises en essai lors de la dernière séquence de 1000h. Le trajet de chargement, direct ou complexe, est indiqué ainsi que l'état de surface qui est soit l'état de référence (polissage à la pâte diamantée de granulométrie 1 μm), soit un état après polissage à la solution OPS ou encore un état grenailé. Ces paramètres sont introduits dans le plan d'expériences afin d'observer leur éventuelle influence sur le comportement en amorçage des éprouvettes U-bend.

Au total, 143 et 169 fissures ont été observées en MEB à la surface des éprouvettes U-bend après, respectivement, 2500h et 3500h d'essai. Notons que la majorité des fissures est observée sur des éprouvettes U-bend ayant subi le protocole nécessaire pour l'observation des orientations cristallines analysées par EBSD et des champs cinématiques par la corrélation d'images numériques. L'observation de la surface des éprouvettes revêtues de microgrilles d'or met en évidence des différences entre elles et celles sans microgrilles. Ces différences sont visibles au niveau de l'oxydation externe et notamment au niveau de la répartition des cristallites. En effet, sur les éprouvettes des moules B et B' équipées de microgrilles, la majorité des joints de grains sont décorés de cristallites, qui sont peu, voire pas, observées sur les éprouvettes sans microgrilles (Figure III-3 (a.) et Figure III-3 (b.)). La présence de ces cristallites sur les joints de grains est moins systématique sur les éprouvettes du moule A recouvertes de microgrilles.

Numéro d'U-bend	Moule	Etat métallurgique	Plan de prélèvement	Trajet de chargement U-bend	Etat de surface final
EP990*	A	Brut de soudage	TL	Complexe	OPS
EP991*	A	Brut de soudage	TL	Complexe	1 µm
EP992*	A	Brut de soudage	TL	Direct	1 µm
EP993*	A	Brut de soudage	TL	Direct	OPS
EP1000	A	Brut de soudage	TL	Complexe	1 µm
EP1003	A	Brut de soudage	TL	Complexe	Grénaillé
EP1291 *	A	Brut de soudage	TS	Complexe	1 µm
EP1299	A	Brut de soudage	TS	Complexe	Grenaillé
EP916	B	Brut de soudage	TL	Complexe	1 µm
EP917	B	Brut de soudage	TL	Complexe	Grenaillé
EP911	B'	Détensionné	TL	Complexe	1 µm
EP915	B'	Détensionné	TL	Complexe	Grenaillé
EP921*	B	Brut de soudage	TL	Complexe	OPS
EP922*	B	Brut de soudage	TL	Complexe	1 µm
EP899*	B'	Détensionné	TL	Complexe	OPS
EP900*	B'	Détensionné	TL	Complexe	1 µm
EP918	B	Brut de soudage	TL	Complexe	1 µm
EP906	B'	Détensionné	TL	Complexe	1 µm
EP919	B	Brut de soudage	TL	Direct	OPS
EP925	B	Brut de soudage	TL	Direct	1 µm
EP908	B'	Détensionné	TL	Direct	1 µm
EP913	B'	Détensionné	TL	Direct	OPS
EP1311 *	B	Brut de soudage	TS	Complexe	1 µm
EP1305	B	Brut de soudage	TS	Complexe	Grenaillé
EP1313 *	B'	Détensionné	TS	Complexe	1 µm
EP1314	B'	Détensionné	TS	Complexe	Grenaillé

Tableau III-2 : Synthèse des conditions d'essais et du nombre total de fissures localisées sur chaque éprouvette U-bend pour l'essai en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C, 188 bar et 0,7 bar de pression partielle d'hydrogène (* : éprouvettes avec microstructure et champs cinématiques caractérisés)

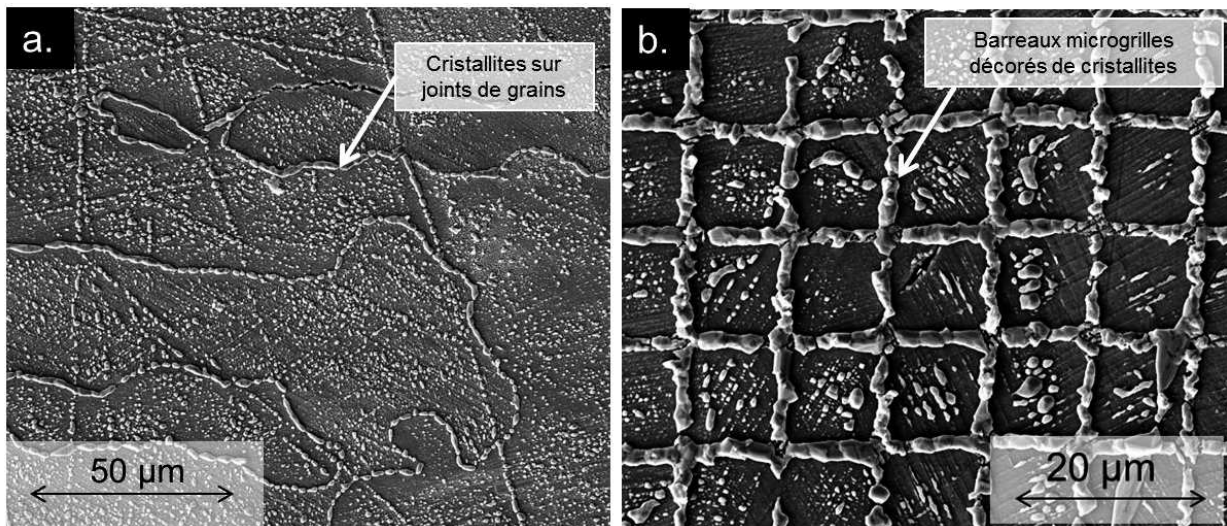


Figure III-3 : Observations de deux éprouvettes du moule B après 2500h d'essai en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C par microscopie électronique à balayage (MEB), en mode électrons secondaires à une tension d'accélération de 15 keV : cristallites localisées sur les joints de grains (EP921) (a.) et cristallites localisées sur les barreaux et entre les barreaux des grilles (EP922) en (b.)

Il semble donc que les éprouvettes avec et sans microgrilles ne peuvent être considérées comme strictement équivalentes vis-à-vis du phénomène observé, ce qui conduit à formuler deux hypothèses :

- la présence des microgrilles modifie les mécanismes de formation de la couche d'oxyde et, par conséquent, le mécanisme de CSC,
- ou bien la présence des microgrilles accélère la cinétique de CSC sans pour autant changer les mécanismes conduisant à cette fissuration.

Des investigations complémentaires ont donc été entreprises. Il s'agit, d'une part, de coupes afin de caractériser les pénétrations d'oxyde et, d'autre part, des analyses de surface afin d'établir la composition chimique des cristallites en surface.

III.2.1 Etude de l'effet de la présence des microgrilles d'or sur le mécanisme de CSC

Afin de déterminer l'effet des microgrilles d'or sur le comportement en CSC des éprouvettes testées, des coupes longitudinales de certains échantillons ont été réalisées (Figure III-4). Trois éprouvettes U-bend ont été sélectionnées : une première issue du moule B équipée de microgrilles (EP921 testée jusqu'à 2500h), une deuxième provenant du même moule B sans microgrilles (EP919 testée jusqu'à 3500h) et une dernière éprouvette provenant du moule B' revêtue de microgrilles (EP900 testée jusqu'à 2500h).

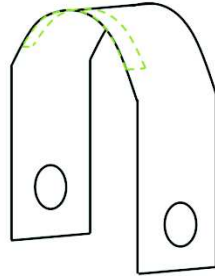


Figure III-4 : Schéma de prélèvement d'un échantillon (pointillés vert) pour les observations en coupe des éprouvettes U-bend

Après immersion des échantillons dans une résine polymère transparente, ces derniers sont installés dans une chambre équipée d'une pompe à vide pour éliminer l'air présent dans les aspérités et dans les fissures afin de favoriser la pénétration de la résine visqueuse. Puis, les échantillons subissent une opération de séchage à la température ambiante pendant 12 heures. Après polissage mécanique aux papiers SiC du grade 400 au grade 1200, les échantillons sont polis successivement à la pâte diamantée de granulométrie 7 μm , 3 μm et 1 μm . Les observations des coupes métallographiques ont été réalisées à l'aide d'un MEB FEG (Field Electron Gun) de type Nova NanoSEM 450 de la marque FEI.

Les observations ont été réalisées en mode électrons rétrodiffusés afin d'optimiser le contraste chimique entre l'alliage à base de nickel et les oxydes. La longueur d'interface observée est d'environ 5,5 mm pour tous les échantillons. Les résultats montrent la présence de pénétrations d'oxyde dans tous les échantillons :

- l'éprouvette EP921, moule B, équipée de microgrilles, testée en milieu pendant 2500h a présenté 44 pénétrations avec une profondeur moyenne de 3,97 μm et 3 fissures d'une profondeur de 36 μm , de 56 μm et de 491 μm , respectivement,
- l'éprouvette EP900, moule B' équipée de microgrilles, testée en milieu pendant 2500h a présenté 28 pénétrations avec une profondeur moyenne de 4,98 μm et aucune pénétration ouverte,
- l'éprouvette EP919, moule B sans microgrilles, testée en milieu pendant 3500h a présenté 46 pénétrations avec une profondeur moyenne de 0,79 μm et aucune pénétration ouverte.

Des exemples de pénétrations observées sur les éprouvettes EP921 et EP900 (équipées de microgrilles) sont présentés sur la Figure III-5 ((a.), (b.) et (d.)). On y distingue des zones de contraste clair au centre de la pénétration et des zones plus sombres de chaque côté de celle-ci. Les analyses EDX (Energy Dispersive X-ray spectrometry) au MET montrent qu'il s'agit de nickel pur au centre et d'un oxyde riche en chrome sur les côtés. Les pointés 7 et 6 de la Figure III-6 mettent en évidence le nickel pur et les pointés 3, 4 et 5 montrent l'oxyde de chrome. Les analyses des pointés 1 et 2 semblent correspondre à des zones légèrement déchromées.

Les pénétrations au niveau des joints de grains qui sont constituées d'une couche continue de nickel et peuvent être qualifiées d'amorces, voire de fissures. La présence de nickel pur et de l'oxyde riche en chrome n'est pas systématique dans toutes les pénétrations comme le montre la Figure III-5 (b.).

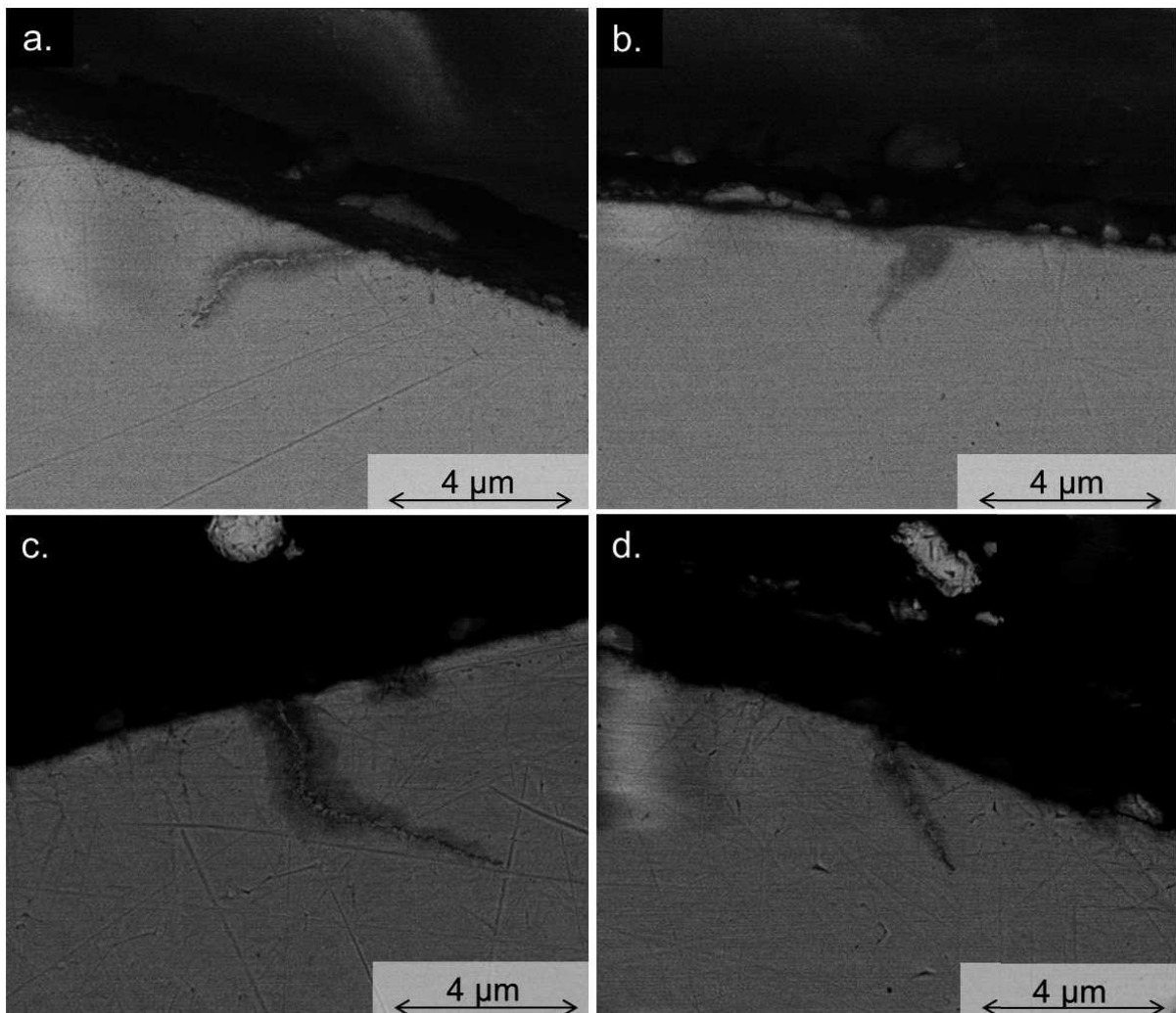
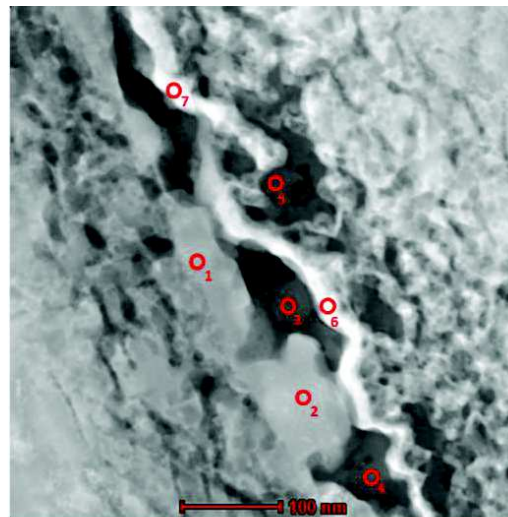


Figure III-5 : Observations par MEB en mode électrons rétrodiffusés à 7 keV et à une distance de travail d'environ 5 mm des coupes longitudinales sur l'éprouvette EP921 du moule B équipée de microgrilles en (a.) et (b.) et sur l'éprouvette EP900 du moule B' équipée de microgrilles en (c.) et (d.)

Même si des pénétrations d'oxydes sont observées sur les éprouvettes provenant des moules B et B' équipées de microgrilles, leur quantité et leur profondeur sont toutefois significativement plus faibles pour l'éprouvette traitée thermiquement (B'). Ceci confirme l'effet bénéfique du traitement thermique qui limite l'oxydation des joints de grains et retarde le temps à l'amorçage.



% massique	O	Ti	Cr	Mn	Fe	Ni	Nb
#1	0	0,36	8,87	0,77	1,08	88,56	0,33
#2	0	0,19	11,85	1,93	1,76	84,24	0
#3	60,19	1,28	28,30	3,22	1,38	3,52	2,08
#4	62,32	0,52	31,16	0,56	1,02	2,99	1,39
#5	62,49	0,35	22,34	3,38	4,25	5,74	1,41
#6	0	0	0,5	0	0,5	98,5	0
#7	0	0	0,5	0	0,5	99,0	0

Figure III-6 : Analyses chimiques par EDX sous MET de 7 pointés réalisés sur une amorces de fissure par CSC non ouverte avec la localisation des pointés sur une image de la zone analysée en mode HAADF STEM et la composition chimique en pourcentage massique associée

Les Figure III-5 ((a.) et (b.)) et Figure III-7 correspondent respectivement aux éprouvettes issues du moule B avec et sans microgrilles. Dans les deux cas, il y a des pénétrations d'oxyde. Elles sont significativement plus profondes dans le cas des éprouvettes équipées de microgrilles (environ 4 μm au lieu de 0,8 μm) malgré le fait que le temps d'essai de l'éprouvette recouverte de microgrilles soit de 2500 h au lieu de 3500 h pour celle sans microgrilles. En conclusion, il semblerait que le protocole de préparation des surfaces, utilisé pour le dépôt des microgrilles et pour les observations EBSD, ne modifie pas les mécanismes de CSC mais en affecte la cinétique.

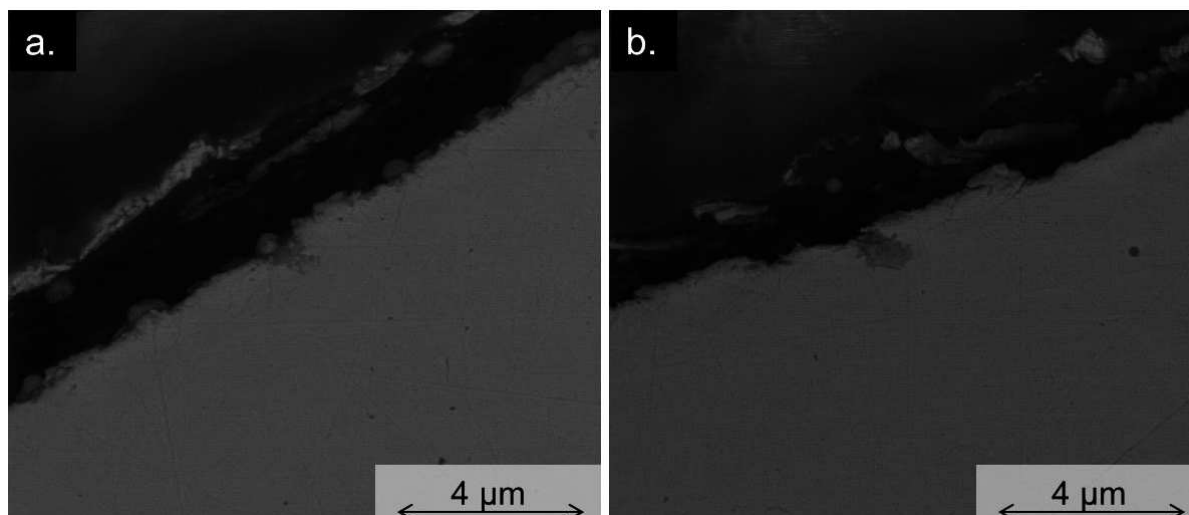


Figure III-7 : Observations des coupes par MEB en mode électrons rétrodiffusés à 7 keV et à une distance de travail d'environ 5 mm sur l'éprouvette EP919 sans microgrilles du moule B en (a.) et (b.)

Toutefois, il nous reste à vérifier que ce protocole ne modifie pas la nature de la couche d'oxyde. Pour cela des analyses chimiques par EDX des cristallites de la couche externe ont été effectuées au MEB et au MET. Il apparaît que ces cristallites sont composées de nickel pur sur les deux types d'éprouvettes : avec et sans microgrilles. La Figure III-8 présente l'analyse EDX, au MEB, d'une cristallite en surface de l'éprouvette EP919 du moule B (sans microgrilles). Cette cristallite est constituée de nickel pur. La Figure III-9 montre un profil de composition chimique réalisé par analyse EDX au MET (sonde ≈ 2 nm) à travers une cristallite, formée sur un barreau de la microgrille d'or, et la matrice de l'Alliage 82. Cette analyse confirme que les cristallites formées sur les microgrilles d'or sont également composées de nickel pur.

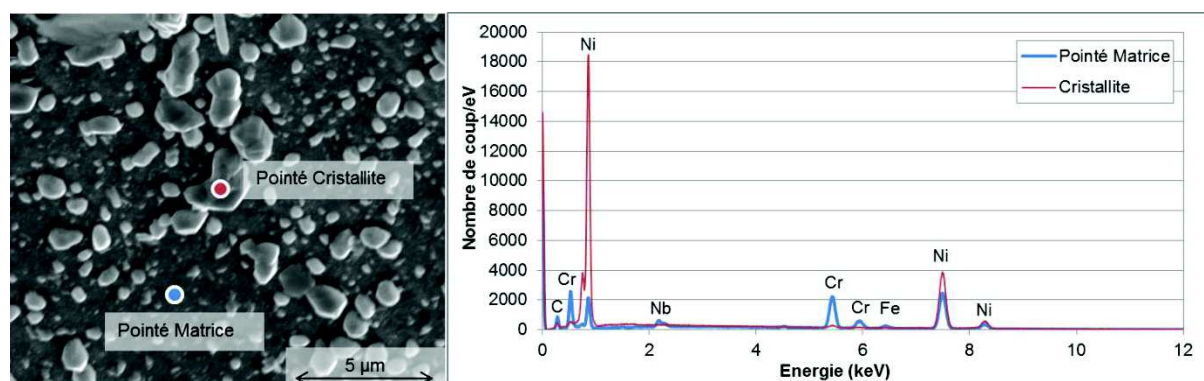


Figure III-8 : Observation au MEB de la surface de l'éprouvette U-bend prélevée dans le moule B sans microgrilles (EP919) après 3500h d'essai en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C à gauche et analyses chimiques EDX d'une cristallite et de la matrice

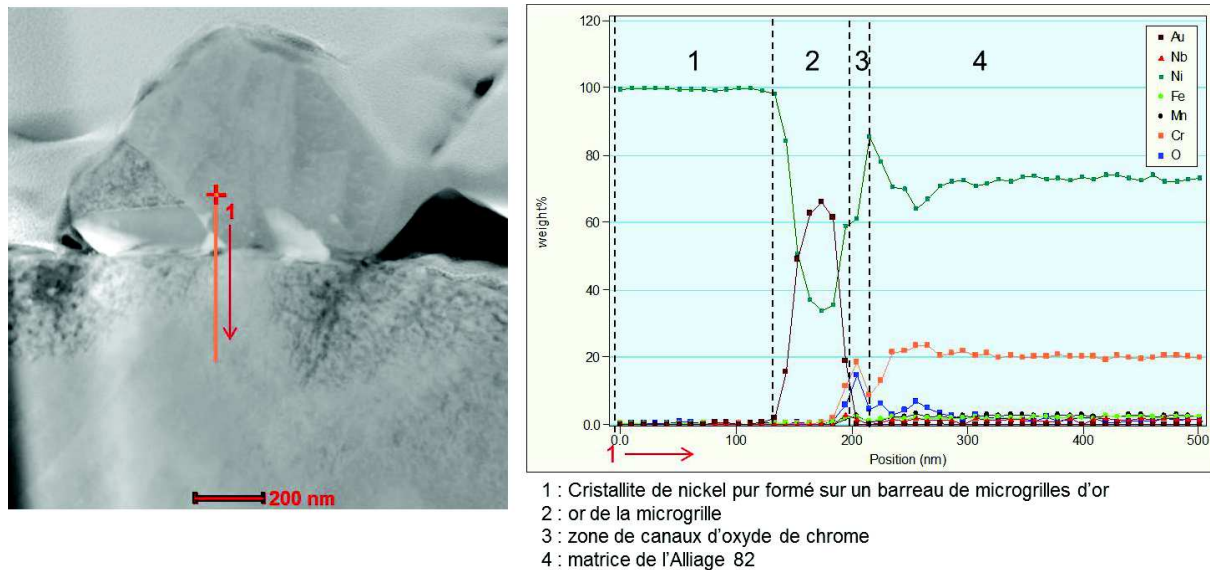


Figure III-9 : Observation au MET en mode HAADF (contraste chimique) d'une cristallite à l'aplomb d'un barreau de microgrille d'or de l'éprouvette U-bend prélevée dans le moule B équipée de microgrilles (EP921) après 2500h d'essai en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C en (a.) et profil de composition chimique obtenu par l'analyse EDX à travers la cristallite et la matrice sous-jacente (b.) (Pourcentage massique)

La couche d'oxyde présente donc dans sa couche externe des cristallites de nickel pur à la fois sur les éprouvettes U-bend équipées de microgrilles et sur les éprouvettes U-bend sans microgrilles. La présence de microgrilles d'or ne semble donc pas modifier la nature de la couche d'oxyde. Toutefois, pour confirmer la présence de cristallites de nickel pur en surface dans la couche externe, une caractérisation complète de la couche d'oxyde (interne et externe) est nécessaire.

III.2.2 Etude de la cinétique d'apparition de fissures de CSC

Une corrélation entre le nombre de fissures, la profondeur des pénétrations aux joints de grains, et la présence de microgrilles d'or sur la surface des éprouvettes a été mise en évidence. Cette corrélation peut être observée sur les Figure III-10 et Figure III-11 où sont représentées les évolutions respectives du nombre de fissures d'une part et la fraction des joints de grains fissurés d'autre part en fonction du type de moule et de l'état de surface (avec ou sans microgrilles) des éprouvettes.

Si nous constatons bien l'effet accélérateur de la présence des microgrilles sur la cinétique de fissuration, cet effet ne semble pas remettre en cause la hiérarchie observée vis-à-vis de la sensibilité à la fissuration qui est fonction du plan de prélèvement (TL ou TS), du type de moule ou associée au traitement thermique du moule.

Le moule A présente, en effet, plus d'amorçages de fissures (106 fissures au total à 2500h d'essai) que le moule B (36 fissures au total à 2500 h d'essai). L'effet du traitement thermique est observé puisque le temps à l'amorçage du moule B' est plus élevé que celui du moule B. Cette résistance à la CSC a pu être attribuée à la précipitation de carbures de chrome intergranulaires après le traitement thermique ([Sennour2013], paragraphe II.5).

Lorsque l'on compare le temps à l'amorçage des éprouvettes U-bend qui ne sont pas équipées de microgrilles, seul l'effet du moule peut être observé (Figure III-10 (b.)). En effet, seul le moule A présente des fissures de CSC et le temps d'essai n'est pas suffisant pour observer des fissures sur les moules B et B'.

Nous constatons donc une différence de sensibilité à l'amorçage entre les moules A et B, différence qui peut être attribuée soit à un effet de la composition chimique, soit à un effet du

- lorsque la longueur moyenne diminue, le nombre d'amorçages de fissures est plus important que la propagation des fissures existantes (exemple avec l'EP1291 et l'EP993),
- lorsque la longueur moyenne reste invariante, la longueur des fissures prolongées et l'amorçage de nouvelles fissures se contrebalancent.

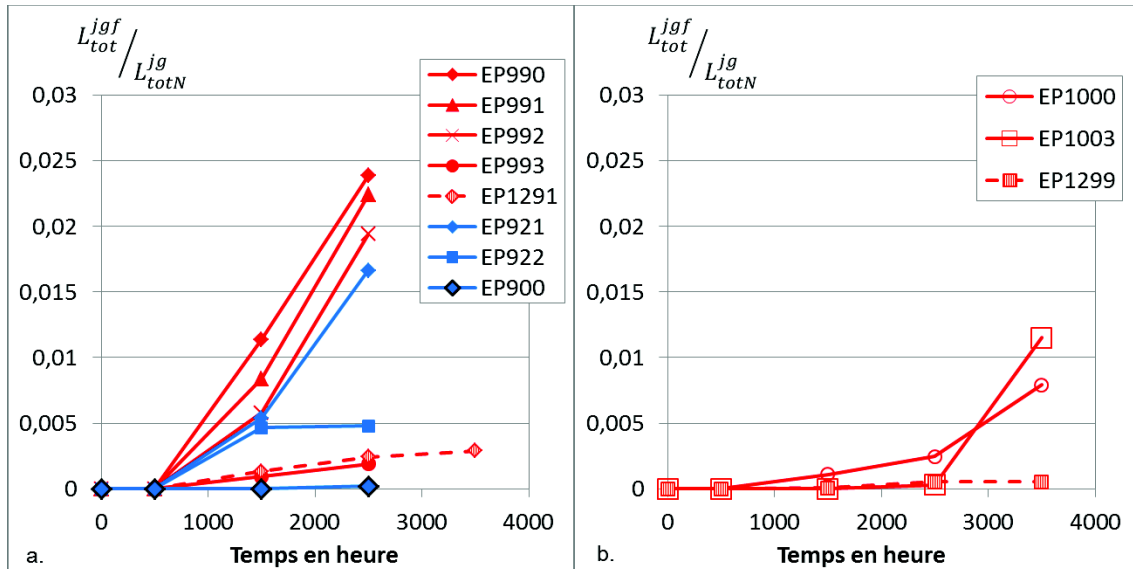


Figure III-11 : Evolution du rapport de la longueur totale de joints de grains fissurés (L_{tot}^{jgf}) sur la longueur totale de joints de grains dans la zone analysée normalisée par la taille de la surface observée (L_{totN}^{jg}). Comparaison entre éprouvettes U-bend équipée de microgrilles (a.) et sans microgrilles (b.) (les éprouvettes U-bend issues du moule A sont en rouge, celles du moule B en bleu et celles du moule B' en noir, les courbes en pointillés correspondent aux éprouvettes prélevées dans le sens TS)

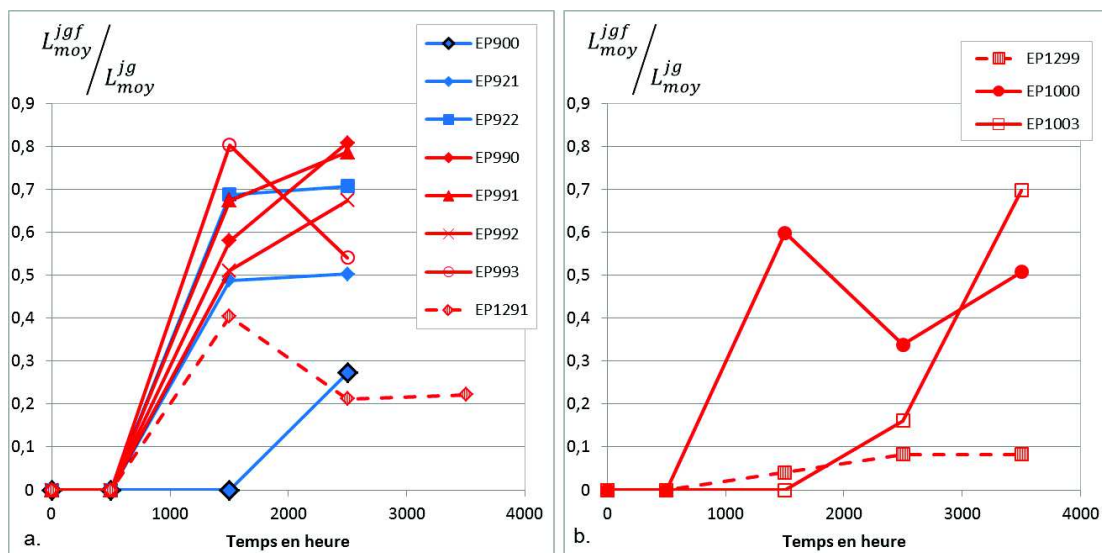


Figure III-12 : Evolution du rapport de la longueur moyenne des joints de grains fissurés (L_{moy}^{jgf}) sur la longueur moyenne des joints de grains (L_{moy}^{jg}). Comparaison entre éprouvettes U-bend équipées de microgrilles (a.) et sans microgrilles (b.) (les éprouvettes U-bend issues du moule A sont en rouge, celles du moule B en bleu et celles du moule B' en noir ; les courbes en pointillés correspondent aux éprouvettes prélevées dans le plan TS)

Lorsque l'on compare les résultats des figures précédentes, on peut constater que le moule A présente, pour les éprouvettes prélevées dans le plan TL, plus d'amorçages de nouvelles fissures que dans le plan TS qui est, quant à lui, plus propice au développement des fissures déjà existantes. De plus, sur les éprouvettes prélevées dans le plan TL du moule A, la longueur

moyenne des fissures observées présente des valeurs s'approchant de la longueur moyenne des joints de grains perpendiculaires à la sollicitation. Ceci signifie donc que les fissures intergranulaires peuvent recouvrir l'ensemble de la longueur des joints de grains. Ce qui n'est pas le cas des fissures présentes dans les éprouvettes prélevées dans le plan TS, car la longueur moyenne des joints de grains perpendiculaires à la sollicitation est, dans ce cas-là, beaucoup plus élevée (paragraphe II.4.2.1).

L'ensemble de ces résultats a donc permis de confirmer, toutes choses égales par ailleurs, la sensibilité à la CSC en milieu vapeur d'eau hydrogénée de l'Alliage 82. La sensibilité à la CSC a pu être corrélée au sens de prélèvement, à la nature du moule, au procédé de soudage utilisé, au traitement thermique (brut de soudage versus traité thermiquement) ainsi qu'au trajet de chargement direct ou complexe. Un effet accélérateur de la présence de microgrilles (ou de la méthode de préparation de surface pour les analyses de champs) a toutefois pu être mis en évidence sans pour autant remettre en cause les mécanismes associés à la CSC des alliages à base de nickel.

Pour la suite de l'étude, la localisation de ces fissures sera corrélée dans un premier temps à la microstructure, puis au comportement mécanique (champs de déformation et de contrainte) dans le chapitre suivant.

III.3 Corrélation entre microstructure et amorces de fissures de CSC

III.3.1 Morphologie et orientations cristallographiques des grains adjacents aux fissures

Les observations au MEB des éprouvettes U-bend effectuées après chaque interruption d'essai ont permis de localiser les fissures. La corrélation entre la localisation de ces dernières et la microstructure peut être menée au travers de la superposition des images MEB aux cartographies EBSD réalisées sur ces mêmes zones. Ces analyses de corrélation concernent les éprouvettes :

- EP990, EP991, EP992 et EP993 du moule A/TL (Figure III-13),
- EP1291 du moule A/TS (Figure III-14)
- EP921 et EP922 du moule B/TL (Figure III-15).

Dans le cas de l'éprouvette EP900, prélevée dans le plan TL du moule B', la Figure III-16 présente la superposition de l'unique fissure observée sur la microstructure. Toutefois, ce résultat n'a pas été pris en compte dans l'analyse globale en raison de sa faible représentativité statistique puisqu'une seule fissure courte a été observée et ne concerne qu'un joint de grains.

Les autres éprouvettes U-bend caractérisées par EBSD n'ont pas présenté de fissures et par conséquent, aucune corrélation ne peut être menée. Notons, qu'il a été observé dans certains cas, plusieurs amorces de fissures localisées sur un même joint de grains, ces fissures courtes n'étant pas jointives. Toutefois, dans un souci de simplicité, ces fissures sont représentées par un seul trait sur les figures ci-dessous et c'est pour cette raison que le nombre de fissures répertorié dans le

Tableau III-2 et le nombre de fissures que l'on peut compter sur les figures ci-dessous n'est pas toujours identique.

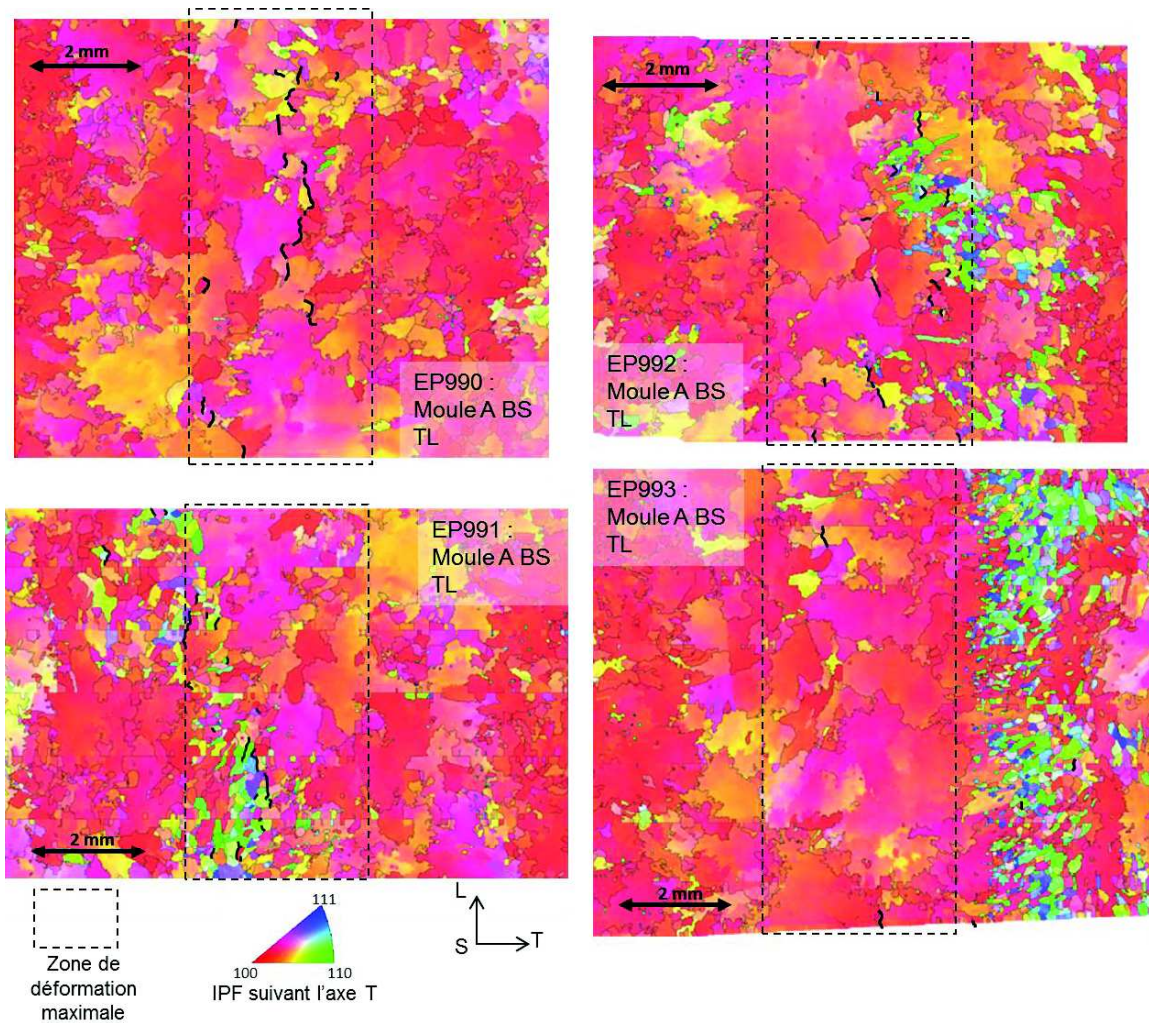


Figure III-13 : Tracé des fissures (en trait noir) sur la microstructure, obtenue par une analyse EBSD des éprouvettes du moule A prélevées dans le plan TL et sollicitées suivant la direction T (EP990, EP991, EP992 et EP993). Essai de CSC réalisé en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C pendant 2500h

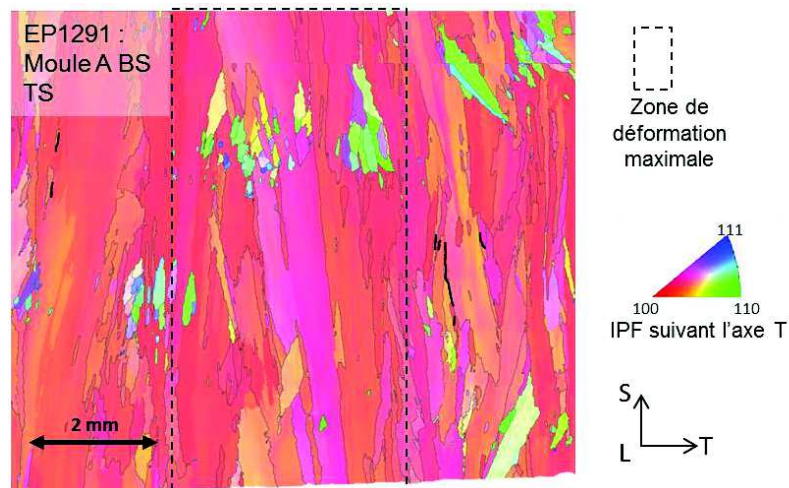


Figure III-14 : Tracé des fissures (en trait noir) sur la microstructure obtenue par une analyse EBSD de l'éprouvette U-bend EP1291 du moule A prélevée dans le sens TS et sollicitée suivant la direction T. Essai de CSC réalisé en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C pendant 3500h

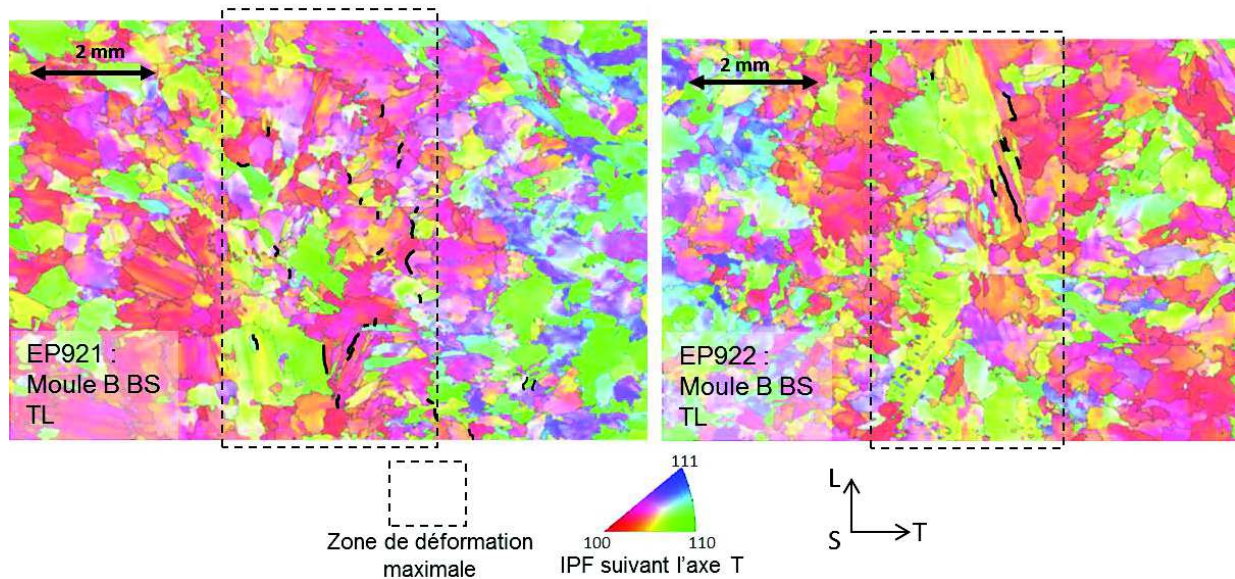


Figure III-15 : Tracé des fissures (en trait noir) sur la microstructure obtenue par une analyse EBSD des éprouvettes du moule B prélevées dans le plan TL et sollicitées suivant la direction T (EP921, EP922). Essai de CSC réalisé en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C pendant 2500h.

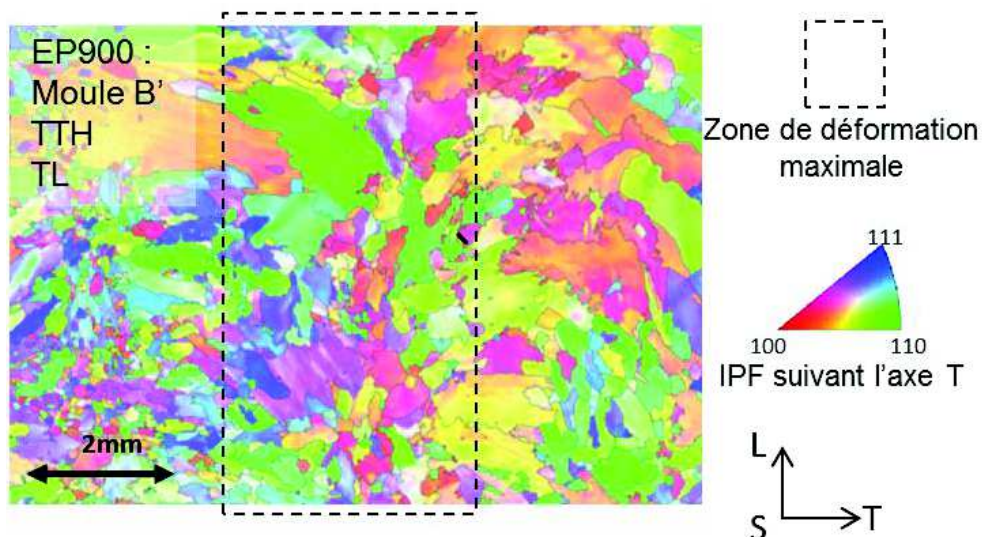


Figure III-16 : Tracé des fissures (en trait noir) sur la microstructure obtenue par une analyse EBSD de l'éprouvette EP900 du moule B' prélevée dans le plan TL et sollicitée suivant la direction T. Essai de CSC réalisé en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400 °C pendant 2500h.

La superposition des cartographies EBSD et des fissures permet de relier ces dernières à la nature des joints de grains, à l'orientation cristallographique et à la taille des grains autour des joints de grains fissurés. Sur les 169 amorces de fissures observées sur les éprouvettes U-bend après essai, 104 ont pu être caractérisées.

Les premiers résultats qui peuvent être déduits de ces superpositions sont :

- les amorces de fissures par CSC sont intergranulaires,
- la majorité des amorces de fissures est perpendiculaire à la direction de sollicitation (qui est toujours représentée horizontalement sur les figures). 5 fissures sont parallèles au sens de la sollicitation ce qui représente 5% des fissures,
- la majorité des joints de grains fissurés (95,5%) correspondent à des joints de grains généraux fortement désorientés (désorientation entre les grains supérieure à 15°), 4,5% sont des joints de grains spéciaux (CSL).

Le nombre de grains présents autour des joints fissurés peut varier entre 2 et 11, et le nombre de couples de grains autour des joints de grains fissurés est de 177.

Le moule A présente pour les $\frac{3}{4}$ des éprouvettes U-bend prélevées dans le plan TL, des fissures localisées dans les zones de clusters, zones où la taille des grains est inférieure à $50\,000\ \mu\text{m}^2$ (soit $250\ \mu\text{m}$ de diamètre équivalent) et qui présente des orientations cristallographiques différentes de la texture cristallographique globale du moule. Les orientations cristallographiques de ces zones présentent des directions $\langle 110 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ parallèles à l'axe S (Figure III-13). Cependant, la quatrième éprouvette prélevée dans le plan TL (EP990), qui ne présente pas de zones de clusters, présente autant de fissures.

De même, l'éprouvette U-bend prélevée dans le plan TS du même moule présente des zones de clusters où il n'y a pas de fissures. Dans ce plan, les fissures sont localisées dans des zones composées de grains fortement allongés et dont les orientations cristallographiques sont semblables à celles de la texture globale. (Figure III-14).

En ce qui concerne le moule B (Figure III-15), l'éprouvette EP921 présente une majorité d'amorces de fissures entre des grains d'orientations cristallographiques proches et nous ne notons pas d'effet de taille de grains. L'EP922 présente cependant des amorces de fissures entre des grains fortement allongés et également entre des grains d'orientations cristallographiques proches de la texture locale qui correspond à la direction $\langle 100 \rangle$ parallèle à l'axe S. La Figure III-16 montre que la fissure de l'éprouvette U-bend prélevée dans le moule B' est localisée entre deux petits grains d'orientations cristallographiques différentes.

Les informations supplémentaires concernant les grains adjacents aux joints fissurés, obtenues à l'aide du module de post-traitement des cartographies EBSD (Flamenco) du software Channel5® de HKL, sont :

- les orientations cristallographiques des grains définies par les trois angles d'Euler : ϕ_1 , Φ , ϕ_2 ,
- la morphologie des grains : l'aire et le facteur de forme
- les facteurs de Schmid, associés au système de glissement le plus favorablement orienté vis à vis de la sollicitation macroscopique définie.

Les caractéristiques des joints fissurés ont donc été confrontées aux caractéristiques de tous les joints de la zone observée au MEB.

Les orientations cristallographiques des grains adjacents aux joints de grains fissurés (Figure III-17) ne présentent pas de textures cristallographiques différentes de celles de la population moyenne pour les éprouvettes du moule A et de la population locale pour les éprouvettes du moule B (en faisant une sous-sélection comme dans l'annexe 5). Les orientations cristallographiques des grains adjacents aux fissures présentent majoritairement une direction $\langle 100 \rangle$ parallèle à l'axe S comme le montre la Figure III-17. Toutefois, cette texture est isotrope transverse car les autres directions tournent autour de cet axe.

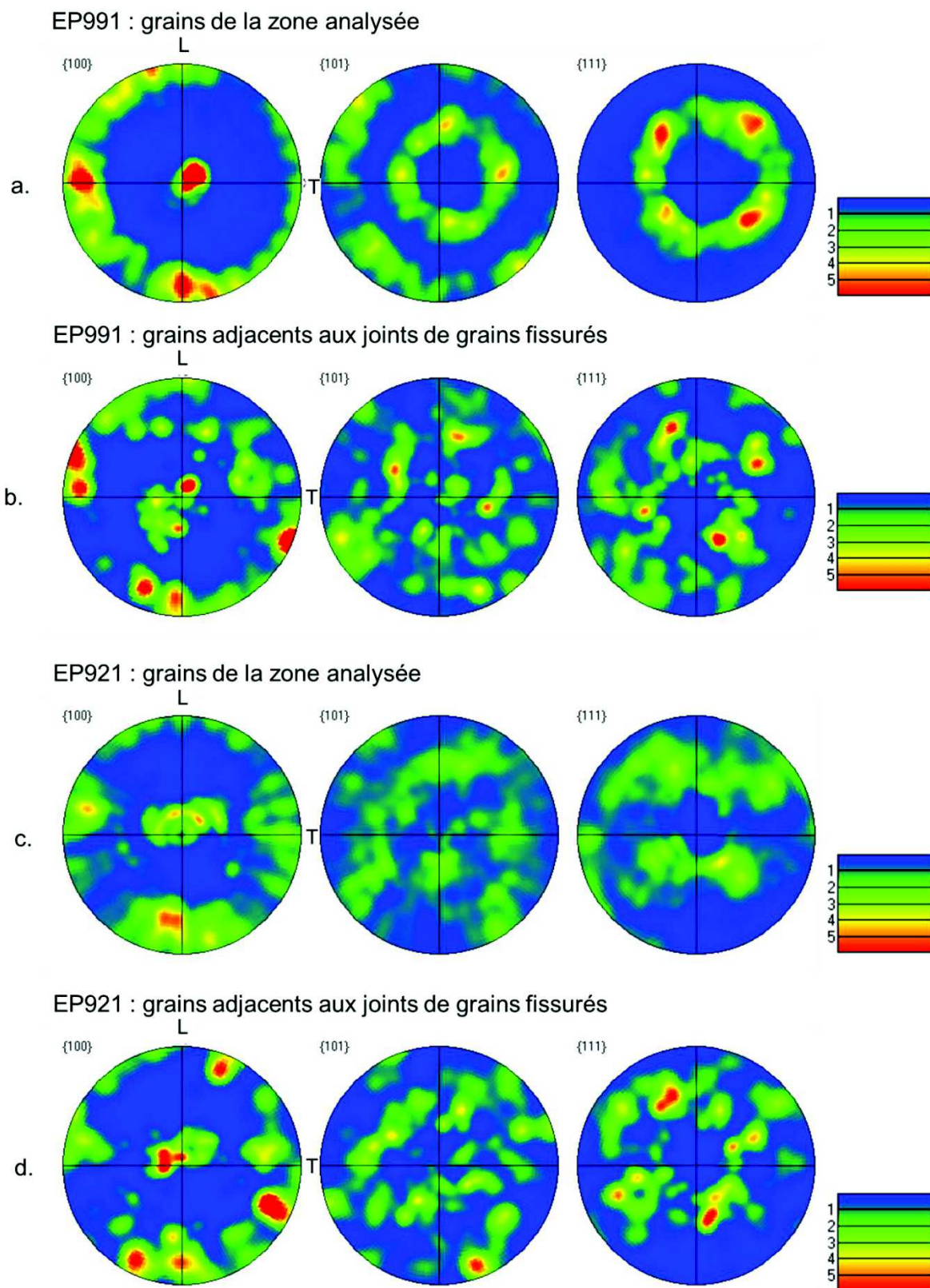


Figure III-17 : Comparaison des figures de pôles des grains de la zone analysée et des grains adjacents aux joints de grains fissurés respectivement en (a.) et (b.) pour l'éprouvette EP991 prélevée dans le plan TL du moule A, et respectivement en (c.) et (d.) pour l'éprouvette EP921 prélevée dans le plan TL du moule B

La morphologie des grains est analysée à partir des cartographies EBSD. L'aire des grains est calculée à partir du nombre de pixels qui composent le grain (la taille d'un pixel étant de $49 \mu\text{m}^2$). Les Figure III-18 et Figure III-19 illustrent, en barreaux pleins, les distributions des

aires des grains de chaque zone analysée et en barreaux hachurés celles des grains adjacents aux joints de grains fissurés pour les différents types d'éprouvettes U-bend étudiées (moule A TL/TS et moule B TL). Les zones analysées sont situées dans les zones les plus déformées des éprouvettes U-bend et qui peuvent être visualisées sur les cartographies des Figure III-13, Figure III-14, Figure III-15 et Figure III-16. Le nombre de grains dans les zones analysées et le nombre de grains adjacents aux fissures pour chaque éprouvette sont reportés dans le Tableau III-3.

Eprouvette	Moule	Plan de prélèvement	Nombre de grains analysés	Nombre de grains autour des joints de grains fissurés
EP990	A	TL	612	47
EP991	A	TL	1024	67
EP992	A	TL	924	54
EP993	A	TL	1558	10
EP1291	A	TS	473	17
EP921	B	TL	905	69
EP922	B	TL	794	18

Tableau III-3 : Récapitulatif du nombre de grains analysés dans les zones caractérisées et le nombre de grains autour des joints de grains fissurés pour chaque éprouvette

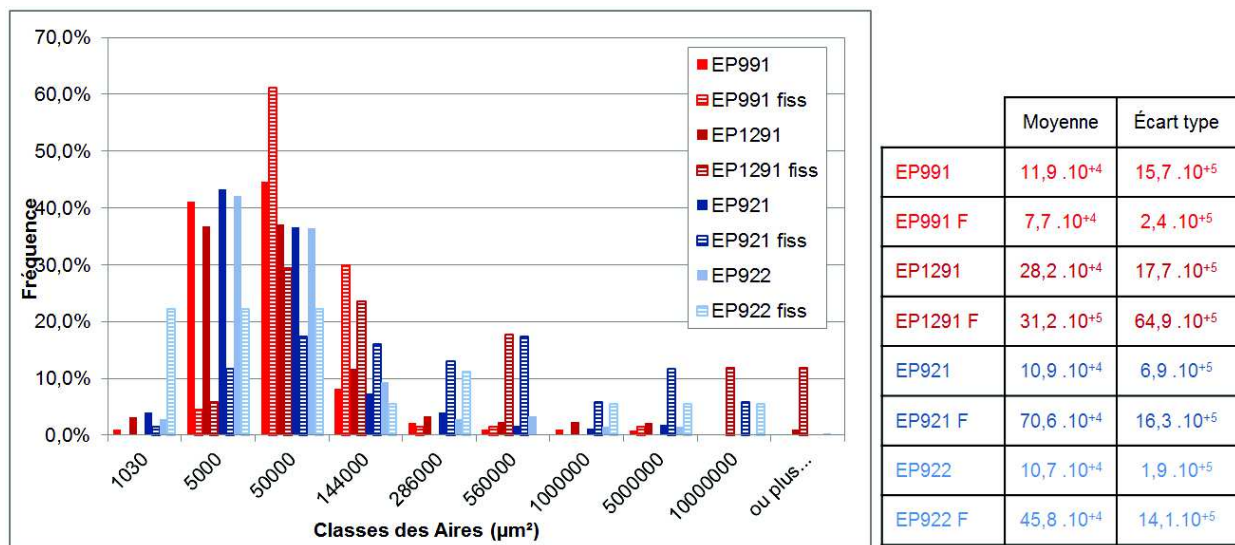


Figure III-18 : Comparaison : en barreaux pleins des distributions des aires de tous les grains des zones analysées provenant des éprouvettes EP921, EP922, EP991, EP1291 issues des moules A et B et pour différents sens de prélèvement, en barreaux hachurés des distributions des aires des grains adjacents aux joints de grains fissurés. Le tableau reprend les valeurs statistiques en termes de moyenne et d'écart type pour chaque analyse et la lettre F ou la notation fiss correspond aux analyses des grains adjacents aux fissures

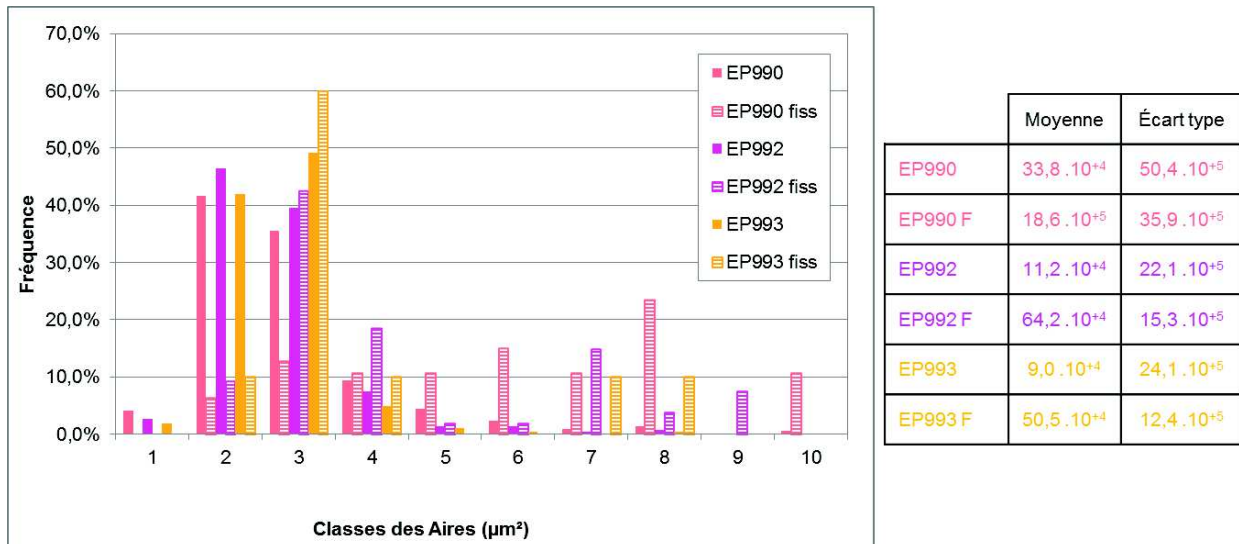


Figure III-19 : Comparaison en barreaux pleins des distributions des aires de tous les grains des zones analysées provenant des éprouvettes EP990, EP992 et EP993 issues du plan de prélèvement TL du moule A, en barreaux hachurés des distributions des aires des grains adjacents aux joints de grains fissurés. Le tableau reprend les valeurs statistiques en termes de moyenne et d'écart-type pour chaque analyse et la lettre F ou la notation fiss correspond aux analyses des grains adjacents aux fissures

La comparaison entre les aires moyennes des grains adjacents aux joints de grains fissurés et celles des zones analysées ne permet pas de trouver de corrélation évidente. En effet, dans le cas du moule A/TL, deux cas (EP990 et EP991) présentent des aires moyennes de grains fissurés inférieures à la valeur moyenne et deux autres cas (EP992 et EP993) présentent des aires moyennes des grains fissurés supérieures à celles des grains des zones analysées. L'éprouvette U-bend du moule A prélevée dans le plan TS présente, quant à elle, des aires moyennes équivalentes entre les grains adjacents aux joints de grains fissurés et celles de la zone globale analysée. En revanche pour les deux éprouvettes prélevées dans le plan TL du moule B, les aires moyennes des grains adjacents aux joints de grains fissurés sont plus élevées d'un facteur 7 et 4 respectivement pour les éprouvettes EP921 et EP922.

Cependant, les écarts-types déterminés mettent en évidence une forte dispersion des résultats. Par ailleurs, lorsque l'on observe les distributions des éprouvettes EP991, EP992, et EP993 du moule A/TL, on observe que la majorité des grains adjacents aux fissures ont une aire inférieure à $50\ 000\ \mu\text{m}^2$. Ceci est en accord avec les observations de la Figure III-13 qui mettent en évidence une majorité de fissures dans des clusters de petits grains (aire inférieure à $50\ 000\ \mu\text{m}^2$). L'éprouvette U-bend EP922 du moule B/TL présente également 65% des grains adjacents avec une aire inférieure à $50\ 000\ \mu\text{m}^2$. A contrario, les éprouvettes EP990 et EP1291 respectivement prélevées dans le moule A/TL et le moule A/TS, et l'éprouvette U-bend EP921 du moule B/TL, présentent des dispersions avec des écarts-types plus élevés et leurs distributions mettent en évidence la présence de grains avec des aires élevées (supérieures à $50\ 000\ \mu\text{m}^2$).

Bien que des tendances montrent une grande quantité de grains adjacents aux joints fissurés présentant des aires inférieures à $50\ 000\ \mu\text{m}^2$, ce qui est le cas de $\frac{3}{4}$ des éprouvettes, il ne semble pas y avoir de valeur seuil permettant de définir un critère concernant l'aire spécifique des grains autour des joints qui ont fissuré.

Afin de compléter notre investigation concernant les caractéristiques des grains associés aux joints fissurés, nous nous intéressons à la capacité des grains à se déformer plastiquement. Cette capacité est corrélée à la taille de grain et peut s'exprimer au travers de la loi Hall-Petch [Hall1951] :

$$\sigma_e = \sigma_0 + k_{HP}d^{-1/2} \tag{Equation 3}$$

avec σ_e la limite élastique, σ_0 la contrainte d'écoulement de référence du matériau, d le diamètre du grain et k_{HP} la constante matériau de Hall-Petch. Cette loi met donc en évidence que la limite élastique est inversement proportionnelle à la racine carrée de la taille des grains et stipule, dans notre cas, que le plus gros grain du couple adjacent à la fissure doit être le grain le plus favorable aux mouvements des dislocations sous réserve d'être favorablement orienté du point de vue cristallographique (loi de Schmid et Boas [Schmid1935]). La présence, dans notre cas, d'une population de grains de tailles très hétérogènes pourrait donc influencer le comportement mécanique du matériau. En effet, il est observé sur les Figure III-20 (a.) et (b.) que la distribution des facteurs de Schmid, pour les systèmes de glissement $\{111\} \langle 110 \rangle$, et pour une direction de sollicitation suivant l'axe T, est favorable pour la déformation à la fois des grains de la zone analysée (barreaux pleins) et notamment des grains adjacents aux joints de grains fissurés (barreaux hachurés). Le facteur de Schmid ne peut donc pas être un critère discriminant du point de vue de la plasticité. De plus, comme la structure cristallographique de l'alliage de l'étude est la structure cubique à faces centrées (CFC), structure qui contient 12 systèmes de glissement potentiellement actifs avec les plans de glissement $\{111\}$ et les directions de glissement $\langle 110 \rangle$, la probabilité qu'un système de glissement soit favorablement orienté vis-à-vis du chargement appliqué est donc élevée, quelle que soit l'orientation du grain. C'est pourquoi, le facteur de Schmid n'est pas jugé comme étant un paramètre de premier ordre pour expliquer l'apparition des fissures dans notre cas de figure.

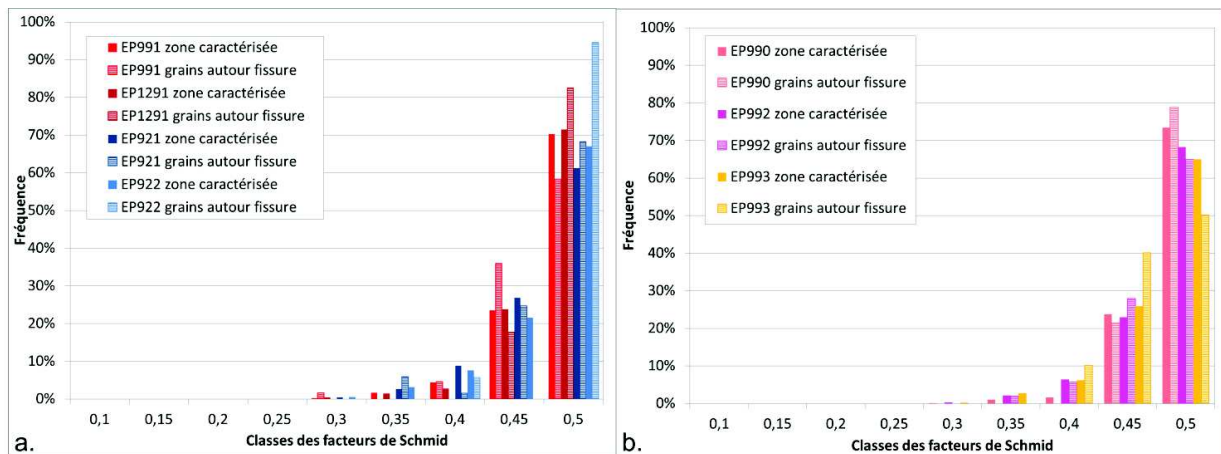


Figure III-20 : (a.) Distributions des facteurs de Schmid pour les éprouvettes EP 991, EP1291, EP921, EP922 et (b.) Distribution des facteurs de Schmid pour les éprouvettes du moule A prélevées dans le sens TL : EP990, EP992, et EP993. Barreaux pleins : ensemble des grains des zones analysées, barreaux hachurés : grains adjacents aux joints de grains fissurés

Le facteur de Schmid n'étant pas un paramètre pertinent, la différence de taille entre grains adjacents aux joints de grains fissurés a été explorée. Le but est donc de déterminer ici si la différence de taille de grains peut être significative et dans quelle mesure elle l'est. Pour cela, un facteur multiplicateur a été calculé afin d'évaluer la différence de taille de grains entre les plus gros grains et les plus petits grains adjacents aux joints fissurés. Cette opération a été réalisée sur l'ensemble des couples de grains adjacents aux joints de grains fissurés. Le facteur multiplicateur est calculé selon la formule suivante :

$$\text{Facteur multiplicateur} = \frac{\text{Aire}_{\text{gros grain}}}{\text{Aire}_{\text{petit grain}}} \quad \text{Équation 4}$$

La Figure III-21 présente la distribution des facteurs multiplicateurs pour chaque type d'éprouvettes testées : issues du moule A prélevées dans les plans TL et TS (respectivement EP991 et EP1291) et issue de moule B prélevées dans le plan TL (EP921). La figure met en évidence qu'il y a une faible proportion de couples de grains ayant une taille similaire, i.e. dans la classe comprise entre 1 et 1,06. L'annexe 8 présente les distributions des facteurs multiplicateurs des autres éprouvettes U-bend fissurées.

Les facteurs multiplicateurs des couples de grains adjacents aux joints de grains fissurés présentent des valeurs plus faibles que ceux calculés pour l'ensemble des couples de grains des zones analysées. De plus, les distributions des grains des cartographies caractérisées et des grains adjacents aux joints fissurés présentent des écarts-types plus élevés que la moyenne, signifiant une forte hétérogénéité des facteurs de forme. Les distributions des grains adjacents aux joints de grains fissurés ne présentent donc pas de différences significatives vis-à-vis des distributions des zones analysées ce qui signifie que ce paramètre ne peut être considéré comme prépondérant.

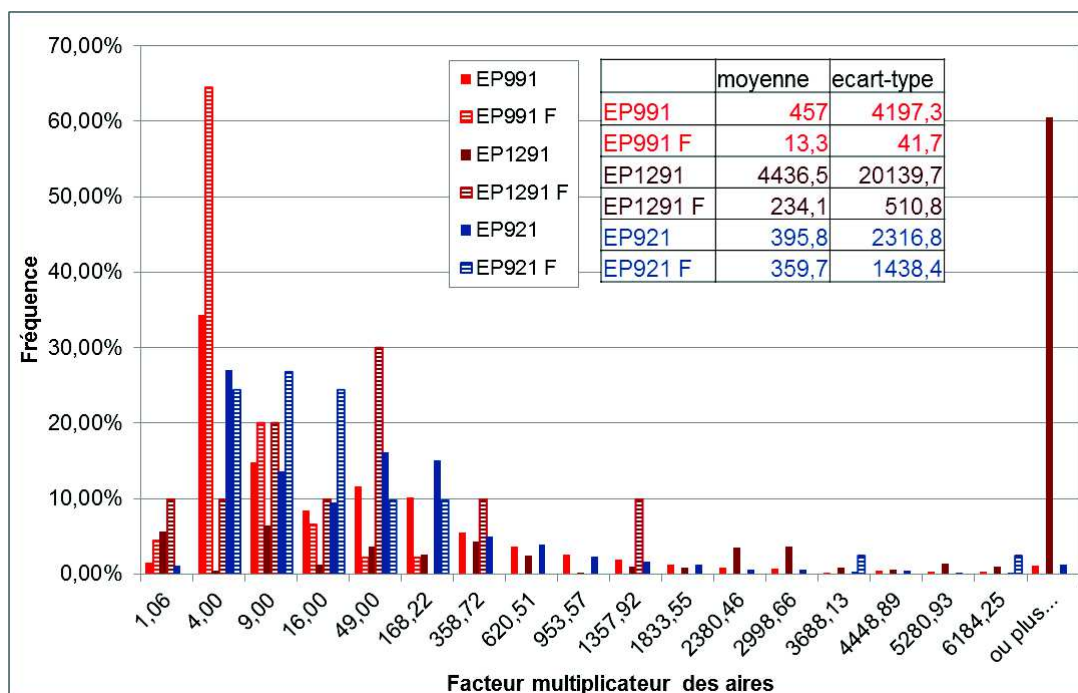


Figure III-21 : Distributions des facteurs multiplicateurs caractérisant la différence de taille de grains entre couples de grains adjacents aux joints de grains fissurés dans le sens TS. Les moyennes et les écarts-types des distributions sont également reportés dans le tableau à côté de la légende.

Afin de corréliser la taille des grains avec la différence de taille, le graphique de la Figure III-22 présente l'aire du plus petit des deux grains adjacents au joint fissuré. Ce graphique permet de mettre en évidence que plus de 50% des grains adjacents aux joints de grains fissurés ont une aire inférieure à 50 000 μm^2 , ce qui représente un diamètre équivalent de 250 μm , soit un grain qualifié de « petit grain ». Cela concerne 55% et 66% des éprouvettes du moule B/TL respectivement EP921 et EP922 mais également 84%, 72% et 83% respectivement pour les éprouvettes EP991, EP992 et EP993 du moule A/TL, et 50% pour l'éprouvette EP1291 du moule A/TS. Une exception est toutefois à noter avec l'éprouvette EP990 qui présente seulement 26% de grains dont l'aire est inférieure à 50 000 μm^2 .

En ce qui concerne les facteurs de forme, la Figure III-23 présente la distribution des facteurs de forme des grains des zones analysées et ceux des grains adjacents aux joints fissurés pour une éprouvette fissurée de chaque type (moule A/TL avec l'éprouvette EP991, moule A/TS avec l'éprouvette EP1291 et moule B/TL avec l'éprouvette EP921). Les distributions des autres éprouvettes U-bend sont reportées dans l'annexe 9. Ce graphique montre que la morphologie des grains adjacents aux joints de grains fissurés est similaire à la morphologie des grains des zones analysées pour les éprouvettes prélevées dans le plan TL. L'éprouvette du plan TS présente toutefois plus de grains fortement allongés que la distribution de la zone analysée, cela peut être dû au faible nombre de grains qui sont analysés, 17, par rapport au nombre de grains de la zone analysée qui est de 473.

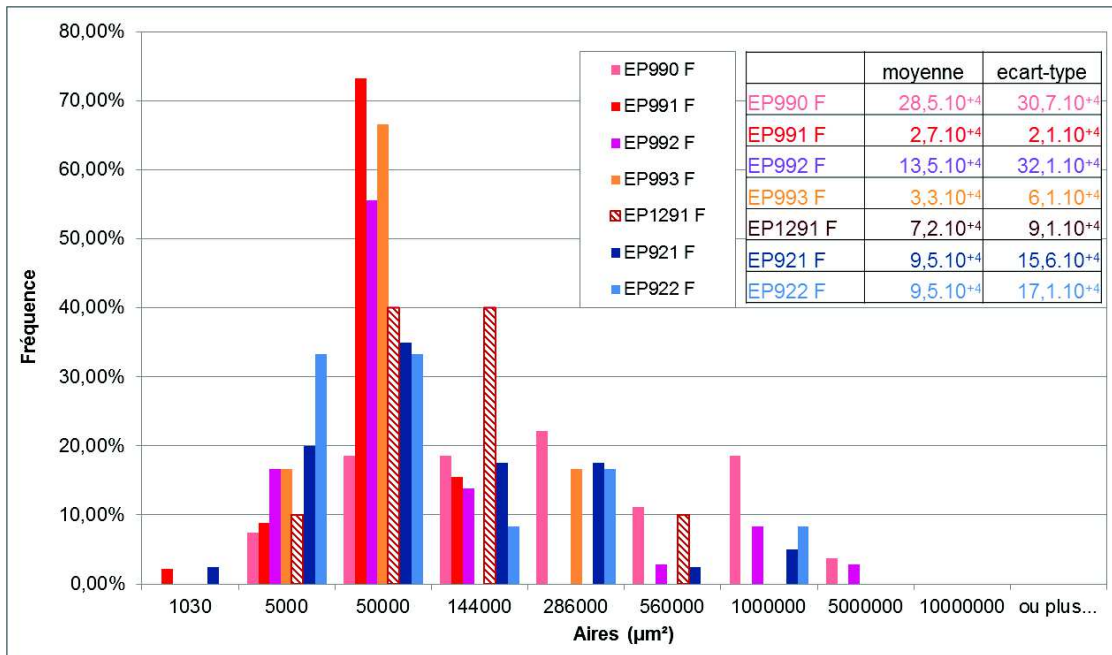


Figure III-22 : Distributions de la plus petite aire entre grains adjacents aux joints de grains fissurés. Epreuves issues du moule A prélevées dans le plan TL et TS et du moule B dans le plan TL. Les moyennes et les écarts-types des distributions sont également reportés dans le tableau à côté de la légende.

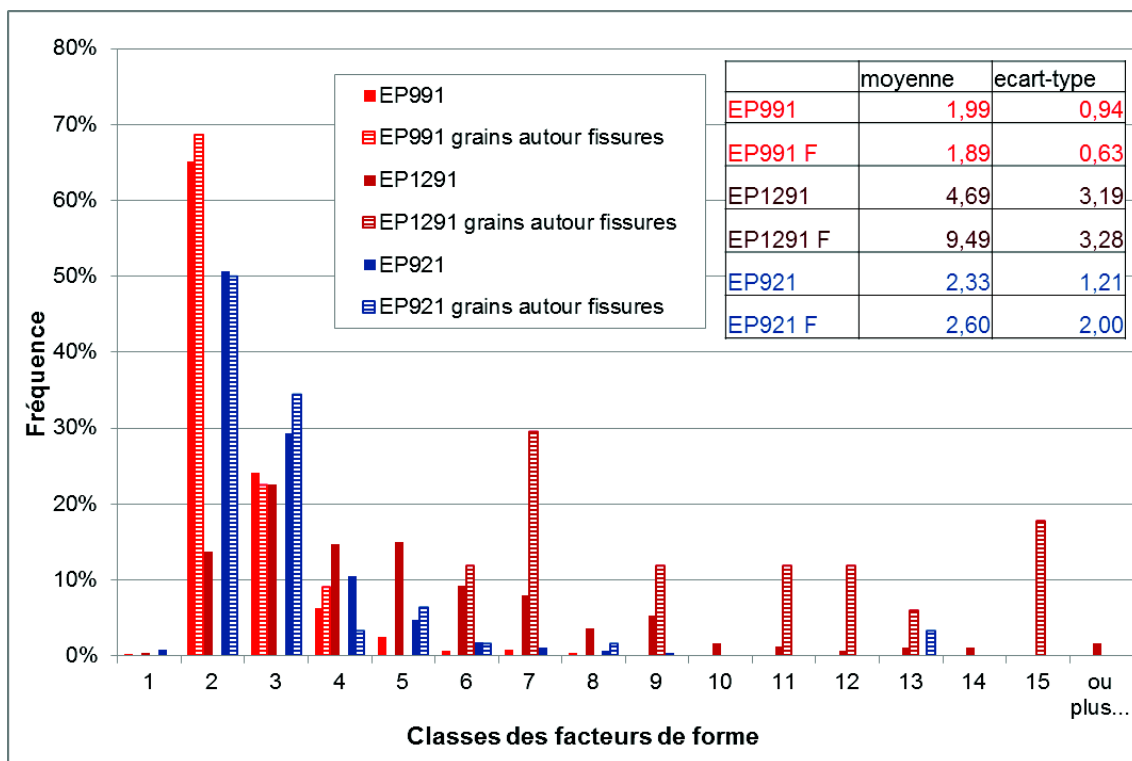


Figure III-23 : Comparaison de la distribution des facteurs de forme entre les grains présents dans les zones analysées (barreaux pleins) et les grains adjacents aux fissures observées (barreaux hachurés). Epreuve EP921 prélevée dans le moule B dans le sens TL, EP991 prélevée dans le moule A dans le sens TL, et EP1291 prélevée dans le moule A dans le sens TS. Les moyennes et les écarts-types des distributions sont également reportés dans le tableau à côté de la légende.

❖ Bilan

L'objectif de ce paragraphe (III.3.1) concernait la recherche de corrélations entre la microstructure définie par des paramètres morphologiques et/ou cristallographiques et les sites d'amorçage de fissures de CSC.

Les analyses statistiques ont ainsi mis en évidence que les paramètres concernant les orientations cristallographiques (angles d'Euler : ϕ_1 , Φ , ϕ_2), les facteurs de Schmid et les facteurs de forme n'étaient pas des paramètres pertinents pour prévoir l'apparition de fissures de CSC. En effet, les grains adjacents aux joints de grains fissurés présentent des distributions globalement similaires à celles des zones statistiques analysées par EBSD. Cette constatation concerne à la fois les éprouvettes prélevées dans le moule A et celles prélevées dans le moule B suivant le plan de prélèvement TL. En effet, les facteurs de forme des grains adjacents aux joints de grains fissurés de l'éprouvette prélevée dans le plan TS du moule A présente une distribution de facteurs de forme avec des valeurs plus élevées que la distribution de la zone analysée.

Les statistiques et les superpositions des fissures sur la microstructure ont confirmé que :

- les fissures sont intergranulaires et perpendiculaires à la direction de sollicitation,
- les joints de grains fissurés sont majoritairement (95,5%) des joints de grains généraux.

Les éprouvettes prélevées dans le plan TL présentent plus de fissures que les éprouvettes prélevées dans le plan TS. L'analyse des grains adjacents aux joints de grains fissurés a mis en évidence dans le cas du moule A et pour des éprouvettes prélevées dans le plan TL que 3 éprouvettes sur 4 ont amorcé dans les zones de cluster. Ces zones ont la spécificité de contenir des petits grains dont les orientations cristallographiques sont différentes de la texture globale (la direction $\langle 100 \rangle$ n'est pas parallèle à l'axe S). Ces clusters de petits grains, présents régulièrement dans la microstructure (cf Chapitre II), pourraient correspondre à des zones de pieds de passe de soudure comme l'indiquent les observations des plans TS. Les statistiques liées aux grains adjacents aux joints de grains fissurés ont mis en évidence que plus de 70% de ces grains présentent une aire inférieure à $50\,000\ \mu\text{m}^2$. La différence de taille qui peut être observée entre les grains adjacents aux joints de grains fissurés ne présente pas de différence par rapport aux différences de taille entre les grains adjacents aux joints de grains des zones analysées.

Notons que l'éprouvette EP990 est une exception car elle ne présente pas de clusters avec des orientations cristallographiques différentes de la texture globale alors que le nombre de fissures observées sur cette dernière est aussi élevé que pour ses homologues. Seuls 26% des grains adjacents aux fissures ont une aire inférieure à $50\,000\ \mu\text{m}^2$, ce qui est environ 3 fois plus faible que pour les autres éprouvettes du moule A/TL. Cette différence pourrait s'expliquer par la présence dans la couche sous-jacente de l'éprouvette de clusters à petits grains d'orientations cristallographiques différentes de la texture globale, ce qui sensibiliserait la zone fissurée.

Concernant le moule B, les seules éprouvettes fissurées ont été prélevées dans le plan TL. Les zones de clusters y sont moins marquées que pour les éprouvettes issues du moule A. En effet, les orientations cristallographiques des grains des clusters sont plus aléatoires comme le montre la texture cristallographique globale. Les grains adjacents aux joints de grains fissurés ont une aire inférieure à $50\,000\ \mu\text{m}^2$, dans 55% et 65% des cas pour les éprouvettes EP921 et EP922, respectivement.

Pour l'éprouvette fissurée du moule A/TS (EP1291), bien que la zone déformée de l'U-bend contienne des clusters de petits grains qui semblent être en pieds de passe, les fissures ne se sont pas amorcées dans ces zones. En revanche, les statistiques révèlent que 50% des grains ont une aire inférieure à $50\,000\ \mu\text{m}^2$ et un facteur de forme moyen plus élevé que la valeur moyenne de la zone analysée. La valeur élevée des facteurs de forme est caractéristique de la morphologie des grains dans ce sens de prélèvement (parallèle au sens de croissance des dendrites).

On peut donc conclure que, dans la majorité des cas, soit pour 6 éprouvettes sur 7 :

- au moins un des deux grains adjacents présente une taille inférieure à $50000 \mu\text{m}^2$,
- que la taille de l'autre grain est supérieure, avec un facteur multiplicateur plus élevé dans le cas du moule B que dans le cas du moule A.

Il semblerait donc qu'un critère de sensibilité à l'amorçage de fissures de CSC associé à la taille de grains ne puisse pas être écarté aussi bien pour le moule A que pour le moule B, mais nécessite encore de nombreuses investigations.

Afin d'approfondir cette corrélation, une étude complémentaire portant sur la chimie locale des zones à petits grains a été menée.

III.3.2 Etude des hétérogénéités de composition chimique au sein d'une passe de soudage

De nombreux paramètres (courant, polarité du courant, intensité, vitesse d'avance, etc...) peuvent influencer les caractéristiques d'une zone soudée. Par conséquent, les conditions de solidification de la microstructure sont difficiles à prévoir. De plus, il y a peu, voire pas, de possibilités de modification de la microstructure après réalisation, à l'exception d'un traitement thermique de détensionnement, bien que cette dernière opération affecte assez peu la microstructure globale du métal. L'état métallurgique du cordon provient d'un couplage entre l'apport énergétique de la torche (source d'énergie) et l'apport du métal (Alliage 82). Avant la solidification de l'alliage, le métal fondu suit des mouvements de convection résultant de la combinaison de tension superficielle du bain et de forces électromagnétiques. Ces courants du fluide décrits dans la littérature [Kou2003] [Robin2009] peuvent à la fois avoir une influence sur la solidification de la microstructure mais également sur la ségrégation des espèces chimiques présentes dans le bain de fusion. Le métal fondu se solidifie de manière dendritique, comme explicité dans le paragraphe II.4.1, et les impuretés rejetées par la phase solide se retrouvent dans les espaces interdendritiques, dernières zones à se solidifier. Les impuretés en pieds de passes résultant de ce processus de solidification pourraient favoriser l'apparition de nouveaux grains. De plus, un phénomène de recristallisation des grains se produit en raison du caractère multi-passes des opérations de soudage. Le résultat de ces différentes séquences inhérentes au procédé pourrait rendre les zones en pieds de passes plus sensibles à la CSC en raison des impuretés en pieds de passes de soudage.

III.3.2.1 Objectifs et démarche

Cette partie de l'étude a trois objectifs relevant de la caractérisation de l'hétérogénéité chimique des soudures, et en particulier, la distribution des espèces chimiques au sein des passes de soudage. Le premier objectif est d'observer l'effet du traitement thermique de 7h à 600°C sur la précipitation, notamment intergranulaire, des deux nuances d'Alliages 82 étudiées. En effet, il a été observé une meilleure résistance à l'amorçage de fissures par CSC du moule B' vis-à-vis des moules A et B.

Le deuxième objectif de l'étude concerne la sensibilité à la fissuration des zones à petits grains (présentant, de plus, des orientations cristallographiques différentes de l'ensemble de la soudure). Cette sensibilité est notamment observée sur les éprouvettes U-bend prélevées dans le moule A, dans lesquelles les zones de clusters correspondent aux pieds des passes de soudage (Figure III-24). Des cartographies d'éléments chimiques en pied et en milieu de passe ont ainsi été réalisées pour y comparer la précipitation (nature des précipités, tailles, distribution).

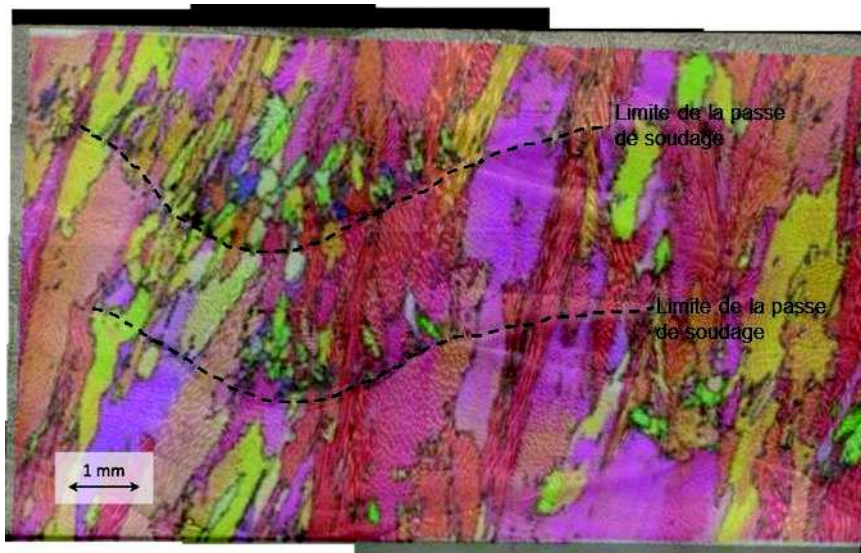


Figure III-24 : Superposition de la microstructure observée au microscope optique et caractérisée par EBSD : plaquette EP1295 prélevée dans le plan TS du moule A

Le troisième, et dernier, objectif est la recherche du soufre au niveau des joints de grains dans les zones à petits grains. En effet, une concentration en impuretés plus élevée renforcerait l'hypothèse d'une ségrégation préférentielle dans ces zones, pouvant se traduire par une augmentation du niveau d'impuretés dans les joints de grains, abaissant ainsi leur énergie de cohésion et les rendant plus sensibles à la fissuration par CSC. Cette étude a principalement porté sur le moule A et le moule A', partie du moule A traité thermiquement 7h à 600°C, puisque ces deux moules présentent une teneur en soufre plus élevée (0,017%massique) que les moules B et B' (<0,001%massique). Cette étude s'appuie sur les résultats de la littérature des alliages à base de nickel où il a été vu que le soufre était un élément qui pouvait ségréger aux joints. C'est le cas dans les études de Peng *et al* [Peng2003] qui montrent la formation de sulfures de manganèse aux joints de grains de l'alliage 182 néfaste pour la tenue à la CSC comme le reporte Peng *et al*. [Peng2013].

Afin de repérer les zones d'intérêt sur les différents échantillons, des empreintes de microdureté ont été réalisées. La sélection des zones a été réalisée à la fois à l'aide des cartographies EBSD et des observations optiques de la surface des échantillons après polissage. L'usage des empreintes de dureté est d'autant plus utile que la rugosité de surface après polissage électrolytique n'est pas acceptable pour les analyses chimiques qui vont suivre. Il est donc nécessaire de polir les échantillons après leurs caractérisations. L'utilisation des empreintes permet donc de conserver le marquage des zones d'intérêt. Chaque zone contient à minima un joint de grains.

Les zones choisies sont au nombre de :

- 3 sur le moule A (brut de soudage) : 1 en milieu de passe, 1 en pied de passe avec des gros grains et 1 en pied de passe avec des petits grains (Figure III-25 (a.)),
- 2 sur le moule A' (traité thermiquement) : 1 en milieu de passe et 1 en pied de passe avec des petits grains (Figure III-25 (b.)),
- 2 sur le moule B (brut de soudage) : 1 en milieu de passe et 1 en pied de passe à petits grains (Figure III-26 (a.)),
- 2 sur le moule B' (traité thermiquement) : 1 en milieu de passe et 1 en pied de passe à petits grains (Figure III-26 (b.)).

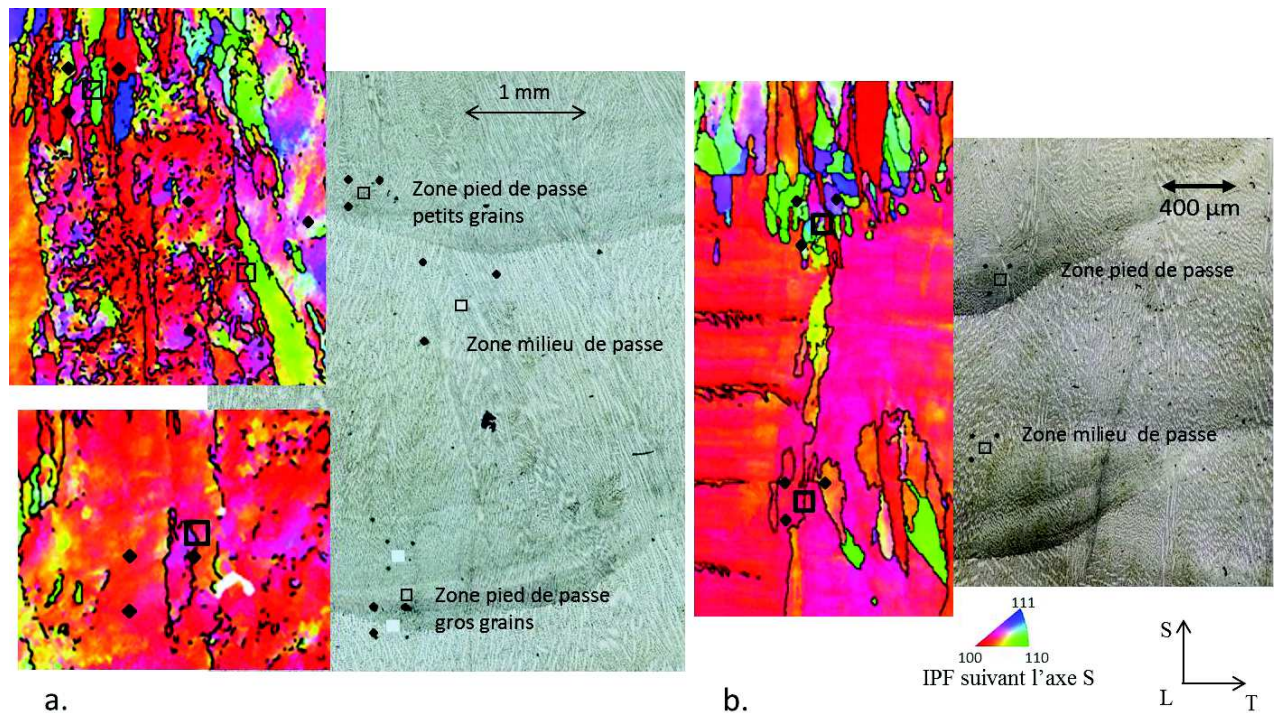


Figure III-25 : Repérages des zones analysées par microsonde et correspondance avec la microstructure analysée par EBSD pour le moule A brut de soudage (a.) et traité thermiquement (b.)

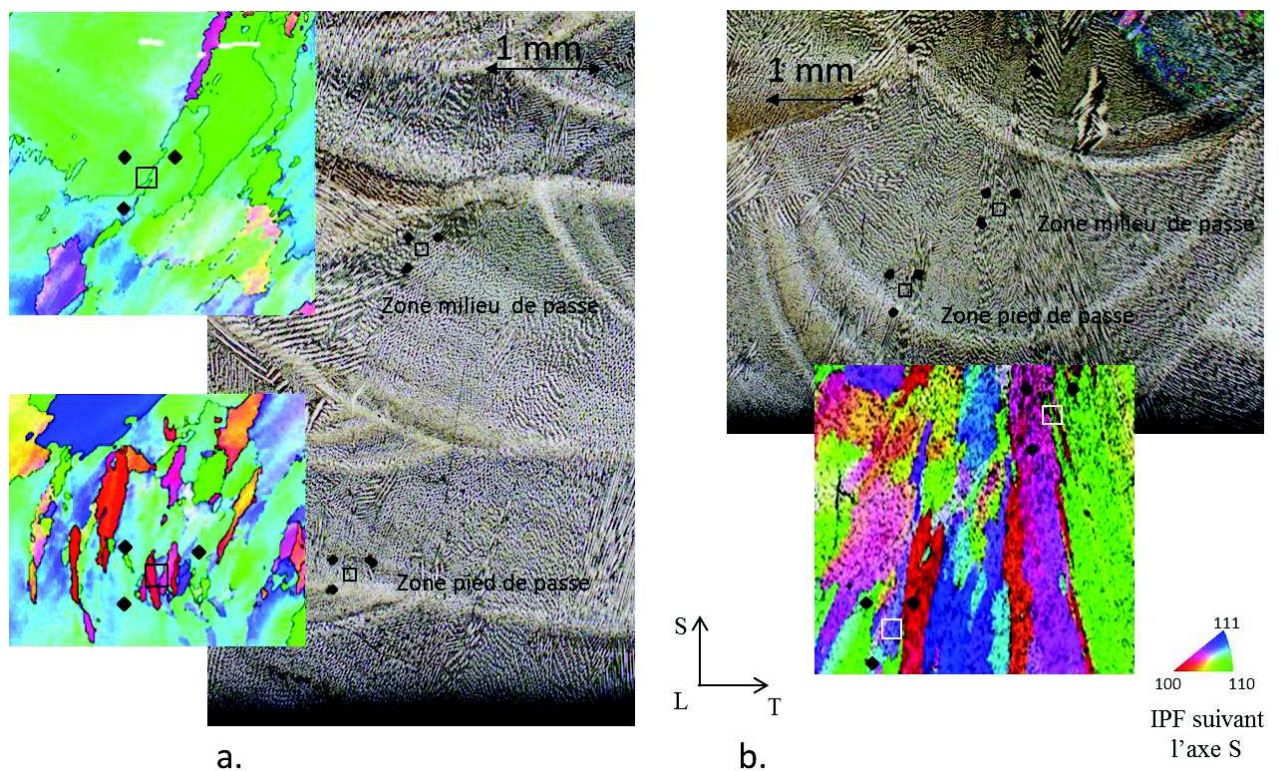


Figure III-26: Repérages des zones analysées par microsonde avec correspondance de la microstructure analysée par EBSD pour le moule B (a.) et moule B' (b.)

Les techniques d'analyse utilisées sont les suivantes : le MET (EDX), la microsonde de Castaing et le SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry). Ils permettent une analyse à des échelles complémentaires. La description technique du MET a été donnée dans le paragraphe II.5.

Les analyses par microsonde ont été effectuées sur une microsonde électronique de Castaing SX100 de CAMECA (Electron Probe Micro Analyser, EPMA) au Centre des Matériaux de Mines ParisTech. Ces analyses sont non destructives et permettent de caractériser la nature des éléments chimiques présents sur la surface d'un échantillon à l'aide de l'analyse du rayonnement X réémis par ces éléments suite à l'interaction de ces derniers avec le faisceau d'électrons incident. Le volume de détection associé à la poire d'interaction est de l'ordre du micromètre cube avec une résolution latérale de quelques μm et une sensibilité de l'ordre de 100 ppm. La détection des rayons X est effectuée à l'aide de 4 spectromètres verticaux à dispersion de longueur d'onde de type WDS équipés de 12 cristaux analyseurs (1 PC1, 1 PC2, 1 LPC2, 3 TAP, 2 LiF, 1 LLiF, 2 PET, 1 LPET). La sensibilité de détection de chaque spectromètre est différente afin de détecter un maximum d'éléments chimiques. Treize éléments ont été analysés : le nickel, le chrome, l'aluminium, le titane, le fer, le niobium, le soufre, le manganèse, le silicium, le phosphore, le cobalt, le molybdène et le cuivre.

Les conditions d'analyse sont :

- Tension d'accélération : 15 keV
- Courant de sonde : 65 nA
- Résolution spatiale : 0,5 μm

Les analyses par microsonde de Castaing ont été réalisées sur les échantillons polis-miroir. La taille de la zone analysée est de 100 x 100 μm^2 .

La technique d'analyse par SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry) permet d'analyser en surface la composition chimique des alliages avec une sensibilité de détection de l'ordre de 10 ppb atomiques, soit une sensibilité plus élevée que celle de la microsonde de Castaing. Les analyses par SIMS ont été effectuées sur un SIMS IMS 7f (CAMECA) au laboratoire GEMaC de l'Université de Versailles-Saint-Quentin-en-Yvelines. La résolution en profondeur du SIMS est de quelques nanomètres et varie suivant l'énergie d'impact du faisceau primaire et la résolution latérale est de l'ordre de 50 nm. Cette analyse est destructive. En effet, un faisceau d'ions primaires, percute la surface des échantillons produisant une abrasion de la surface. Les ions secondaires, résultant de l'interaction ions primaires/échantillon, sont récoltés et analysés dans la colonne secondaire équipée d'un spectromètre de masse (Figure III-27) laissant place sur l'échantillon à un cratère [CoursProbion].

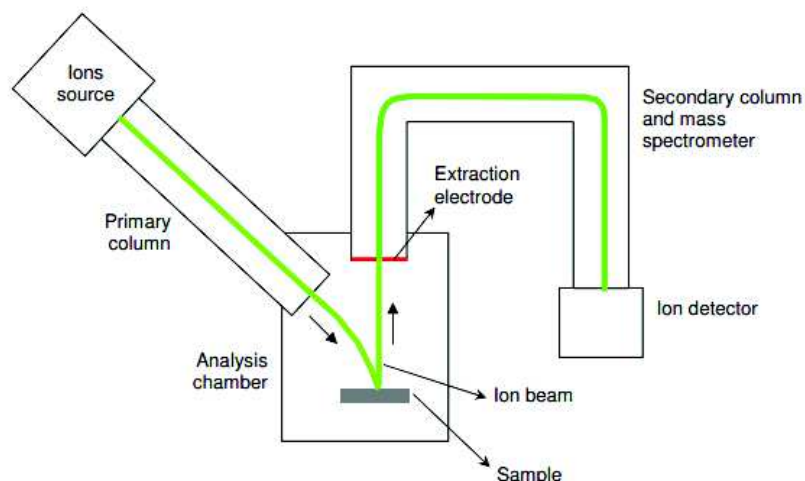


Figure III-27 : Schéma des principaux composants de l'instrumentation du SIMS [CoursProbion]

Selon les éléments analysés, deux types de sources sont utilisées pour générer les ions primaires : une source césium Cs^+ et une source dioxygène O_2^+ . Le Tableau III-4 répertorie les

différents éléments qui ont été analysés lors de cette étude. L'utilisation d'une source par rapport à l'autre dépend de la nature de l'élément analysé, de son électropositivité et de son électronégativité.

Les surfaces analysées sont de $150 \times 150 \mu\text{m}^2$ avec une résolution de 256×256 pixels, soit $0,5 \mu\text{m}$. Un décapage préliminaire a été réalisé avant chaque analyse sur une surface de $200 \times 200 \mu\text{m}^2$ pendant 6 à 10 min avec un courant ionique de 50 nA. Puis au cours de l'analyse, les conditions expérimentales sont une tension d'accélération de 150 eV et un courant ionique de 46 pA.

source	Eléments analysés
Cs ⁺	carbone, oxygène, dioxygène O ₂ , soufre, dioxyde de soufre SO ₂ ⁻ , oxyde d'aluminium AlO, oxyde de titane TiO, sulfure de manganèse MnS
O ₂ ⁺	Nickel, chrome, aluminium, titane, fer, niobium

Tableau III-4 : Eléments analysés par SIMS pour chaque type de source

III.3.2.2 Effet du traitement thermique sur la microstructure de la soudure

Dans un premier temps, l'effet du traitement thermique sur la précipitation a été étudié au MET sur les moules B et B'. Les analyses de la précipitation intragranulaire sur le moule B' a mis en évidence le même type de précipitation de celle observée sur le moule B, à savoir des précipités de forme irrégulière au contraste blanc des carbures de niobium avec, occasionnellement, une présence de titane observés sur la Figure III-28 (a.) et des précipités sphériques de contraste foncé de structure « core-shell », composés de carbures de niobium avec un cœur d'oxyde de titane TiO, parfois enrichis en aluminium et en manganèse.

D'autre part, la Figure III-28 (b.) met en évidence, en mode électrons rétrodiffusés (BSE) à fort grandissement, la présence d'une fine précipitation intergranulaire.

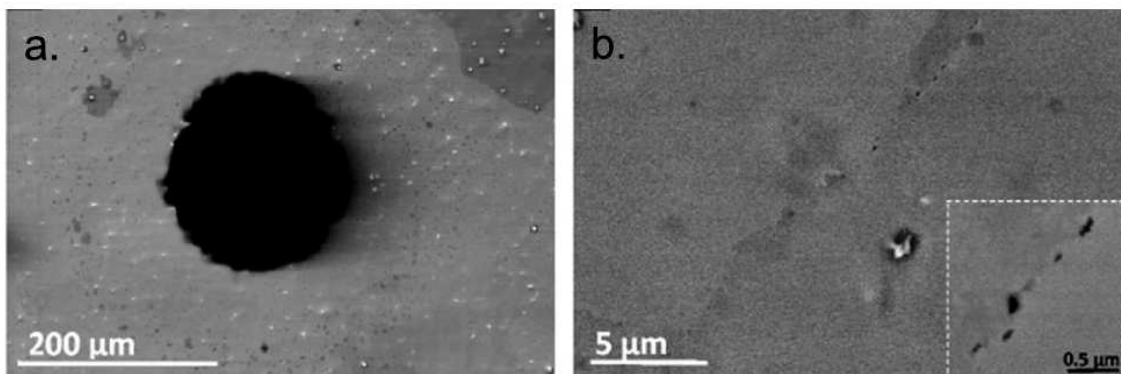


Figure III-28 : Observations MEB d'une lame mince issue du moule B' en mode électrons secondaires en (a.) (la partie centrale noire est le trou de la lame mince) et d'un joint de grains en mode électrons rétrodiffusés accompagné d'un agrandissement de la zone du joint en (b.) [Sennour2013]

Une caractérisation MET de cette précipitation intergranulaire a été réalisée (Figure III-29 (a.) et (b.)) et l'analyse EDX a mis en évidence que ces précipités étaient riches en chrome et en carbone (Figure III-29 (c.) et (d.)). En exploitant, par la technique de Fourier (FFT), l'image haute résolution réalisée sur un de ces précipités, il s'est avéré qu'il s'agit de carbures de chrome Cr₂₃C₆ (Figure III-29 (f.)). Des analyses EBSD réalisées sur les lames minces, non présentées dans ce manuscrit [Sennour2013], ont mis en évidence que ces carbures sont présents exclusivement sur les joints de grains de forte désorientation (> 15°).

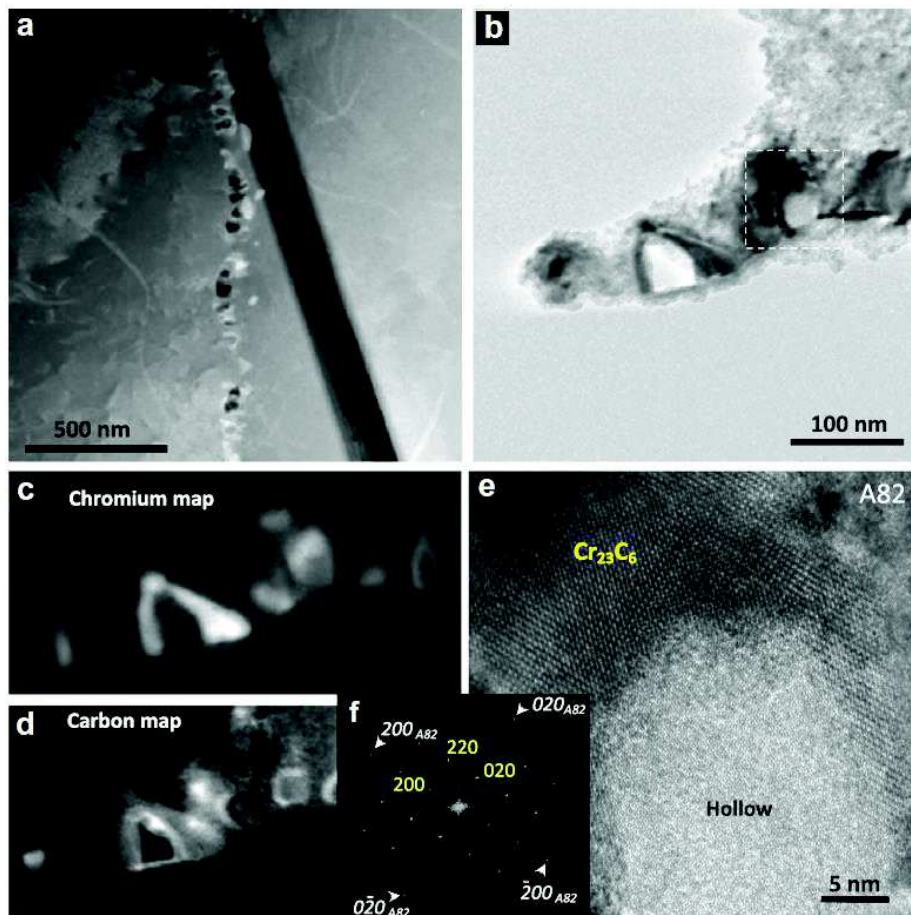


Figure III-29 : Images MET en mode STEM-HAADF d'un joint de grains du moule B' (a) et en mode TEM champ clair d'un autre joint du même moule (b.), (c.) et (d.) Des cartographies chimiques EFTEM du chrome et du carbone de la même zone que (b), (e) (e.) Image haute résolution de la zone encadrée en (b.) et la transformée de Fourier en (f.) mis en évidence la superposition des réseaux du carbure de chrome Cr_{23}C_6 (en jaune) et de l'Alliage 82 (en blanc)

Ces résultats et l'analyse comparative de la fissuration des moules B et B' semblent montrer que les carbures de chrome Cr_{23}C_6 intergranulaires ont une influence significative sur la sensibilité à la CSC de l'alliage.

Comme mentionné précédemment, et suite à ces observations, un traitement thermique a été appliqué à une tranche du moule A. Ce nouveau matériau est appelé moule A'. Les conditions du traitement thermique sont de 7h à 600°C , soit les mêmes conditions que celles appliquées pour le moule B'. Les analyses MET du moule A' n'ont pas mis en évidence une précipitation intergranulaire différente de celle observée dans le moule A. La Figure III-30 montre que la précipitation intergranulaire est composée essentiellement de carbures de niobium. Les analyses MET n'ont donc pas montré de carbures de chrome intergranulaires sur le moule A', à contrario de ce qui a été observé sur le moule B'. Une des explications proposées serait que la quantité de carbone et de chrome disponible dans l'alliage ne serait pas suffisante pour former des carbures de chrome. En effet, la teneur en chrome, mais surtout celle en carbone, du moule A' est plus faible que celle du moule B' (18% massique de chrome et 0,014% massique de carbone pour les moules A et A' au lieu de 19% massique de chrome et 0,025% massique de carbone pour les moules B et B').

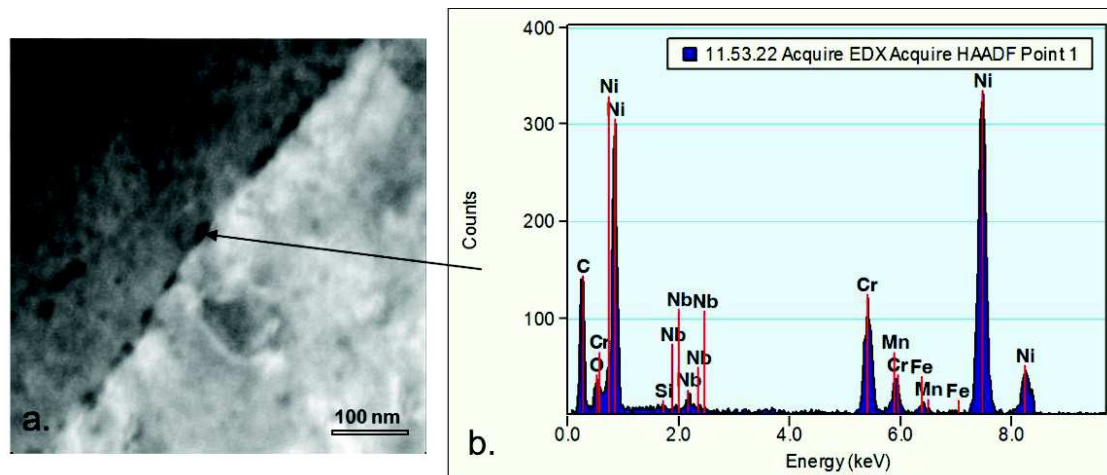


Figure III-30 : Image MET en mode STEM-HAADF d'un joint de grains issu du moule A' (a) et analyse EDX d'un précipité de carbure de niobium (b)

Les résultats des analyses chimiques réalisées sur les zones sélectionnées par microsonde de Castaing sont présentés en annexe 10 pour l'ensemble des moules (A, A', B et B') pour observer l'état de précipitation sur une plus grande échelle. Cette annexe présente les résultats du nickel, du chrome, de l'aluminium, du titane, du soufre, du silicium, du niobium et du manganèse. Les analyses du fer, du cobalt, du cuivre, du molybdène et du phosphore ne sont pas présentées car leur répartition est homogène sur toutes les zones analysées.

En ce qui concerne les résultats obtenus sur les moules B et B', ils mettent en évidence une augmentation significative de la précipitation d'aluminium, de titane et de soufre (Figure III-31). Les fractions surfaciques associées à ces ségrégations ont été mesurées par un traitement numérique des images par le logiciel Image J[®]. Toutes les particules ont été sélectionnées après un seuillage de l'image afin de ne pas en éliminer (même seuillage pour chaque élément), puis les surfaces des particules ont été mesurées afin de calculer les fractions surfaciques. La même méthode a été utilisée pour toutes les analyses d'images présentées dans ce manuscrit.

Les analyses sur les moules A et A', reportées en Figure III-32, semblent montrer que le traitement thermique a un effet moindre sur la précipitation d'aluminium et de titane dans le cas des moules A et A' par rapport aux moules B et B'. Toutefois, pour les deux nuances d'alliage, un enrichissement en soufre est mis en évidence avec une précipitation de celui-ci. L'augmentation de la fraction surfacique de ces précipités, entre l'état traité thermiquement et l'état brut de soudage, est plus faible dans le cas des moules A/A' que dans le cas des moules B/B'. Si l'on fait l'hypothèse raisonnable que le traitement thermique imposé aux moules A et B, permet de piéger le soufre libre présent dans les espaces interdendritiques, il apparaît que le phénomène est plus marqué pour les moules A et A' et se justifie par le fait que leur composition chimique présente une teneur plus élevée en soufre vis-à-vis de celle des moules B et B'.

Les effets du traitement thermique sur le moule B' en termes de microstructure (morphologie des grains et orientations cristallographiques) ont été présentés dans le paragraphe II.4.2. La caractérisation du moule A' a été postérieure à celle des autres moules. Quelques analyses EBSD ont été réalisées et montrent que la morphologie et les orientations cristallographiques n'ont pas été modifiées par le traitement thermique (Figure III-33 et Figure III-34). La Figure III-33 montre que la texture cristallographique est isotrope transverse et cubique avec les directions $\langle 100 \rangle$ parallèles à l'axe S. La Figure III-34 montre que le facteur de forme moyen et la répartition des facteurs de forme est similaire pour l'éprouvette EP1719 prélevée dans le plan TL du moule A' et pour celles prélevées dans le plan TL du moule A. Une augmentation de la taille moyenne des grains est observée avec le graphique (a.) de la Figure III-34, la

répartition des aires est cependant semblable à celle observée sur les éprouvettes du moule A/TL.

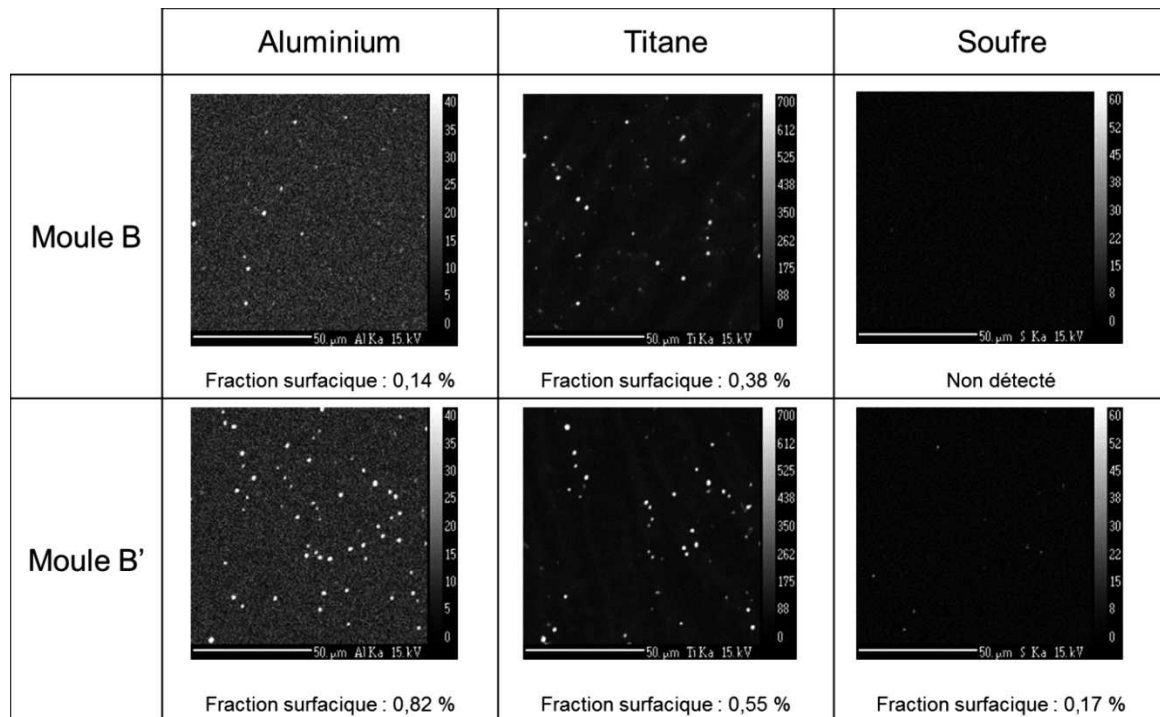


Figure III-31 : Exemple de résultats représentatifs des analyses effectuées par microsonde de Castaing de l'aluminium, du titane et du soufre mesurées en surface sur les moules B et B' ainsi que les fractions surfaciques mesurées par Image J® sur chaque cartographie (100 µm x 100 µm avec une résolution de 0,5 µm)

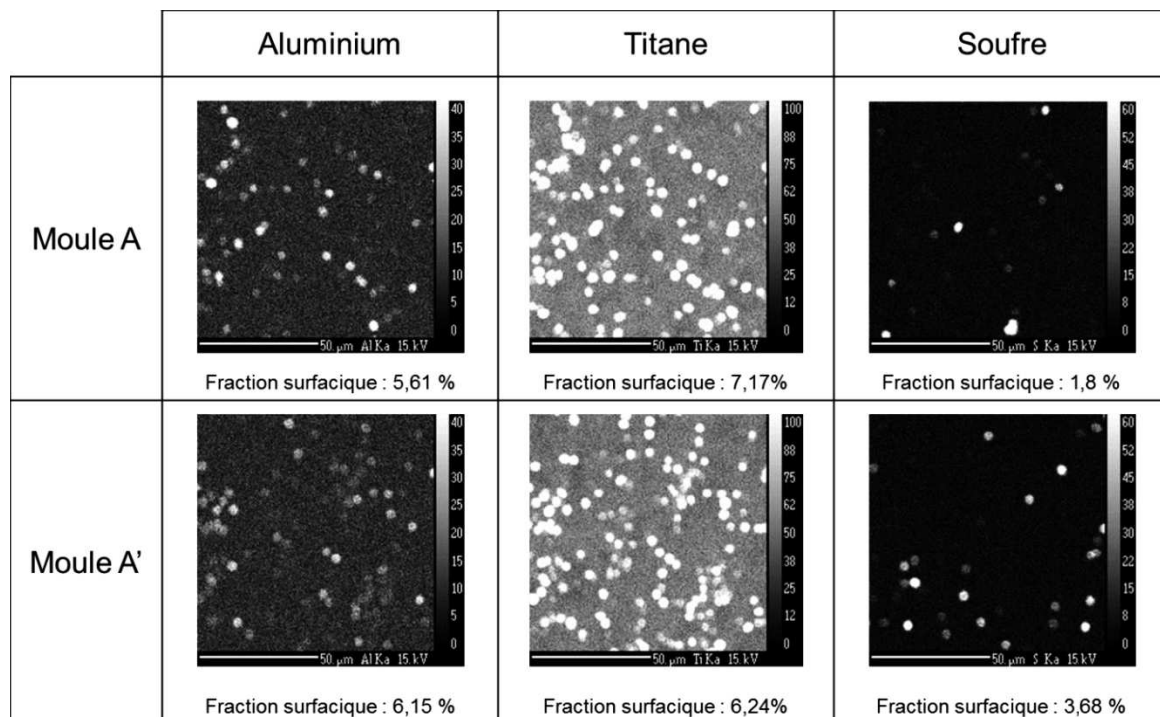


Figure III-32 : Exemples de résultats représentatifs des analyses effectuées par microsonde de Castaing de l'aluminium, du titane et du soufre mesurés en surface sur les moules A et A' ainsi que les fractions surfaciques mesurées par Image J® de chaque cartographie (100 µm x 100 µm avec une résolution de 0,5 µm)

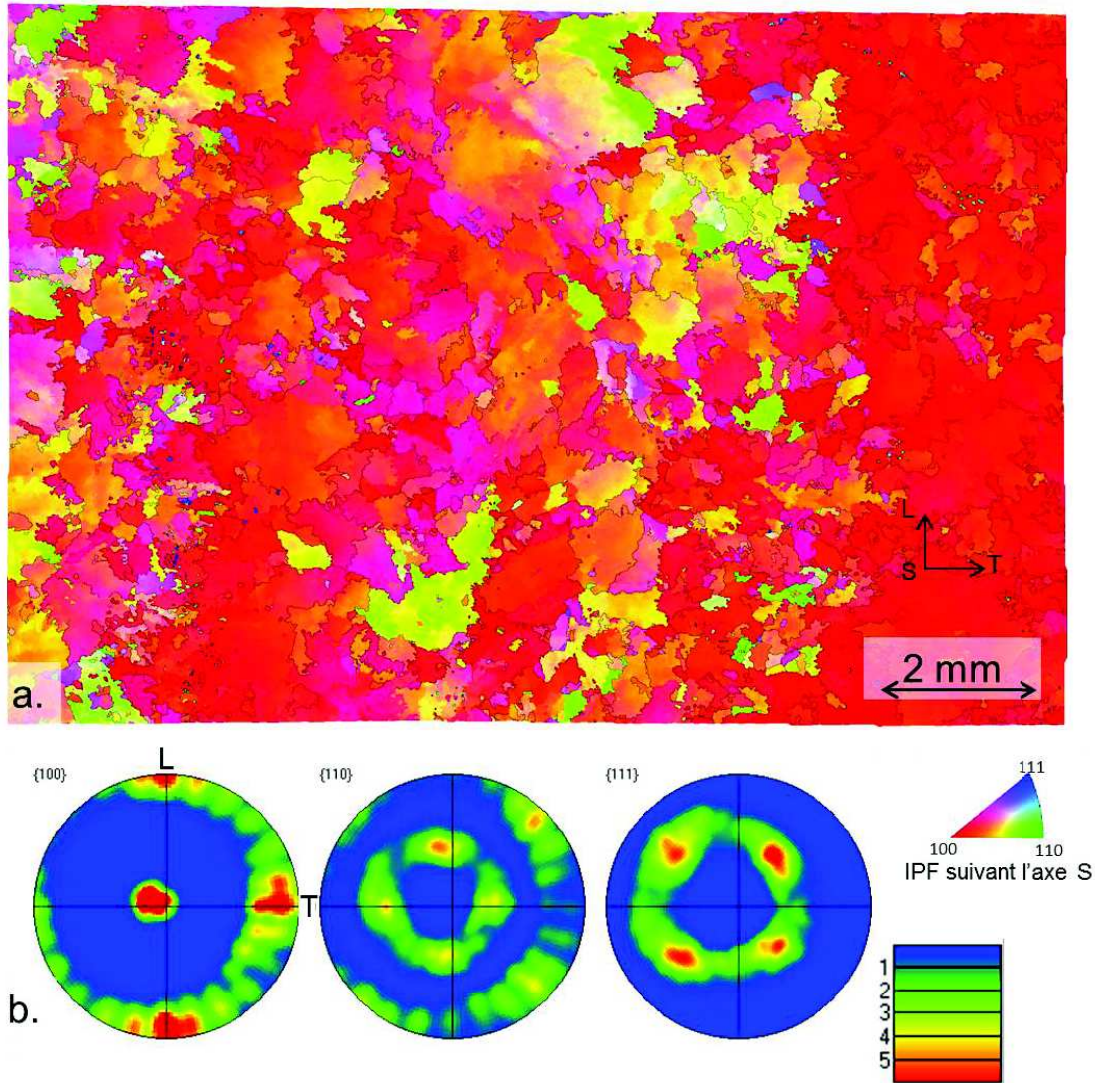


Figure III-33 : Analyse EBSD de l'éprouvette EP1719 prélevée dans le plan TL du moule A' (traité thermiquement) en (a.) et les figures de pôles de la zone analysée en (b.)

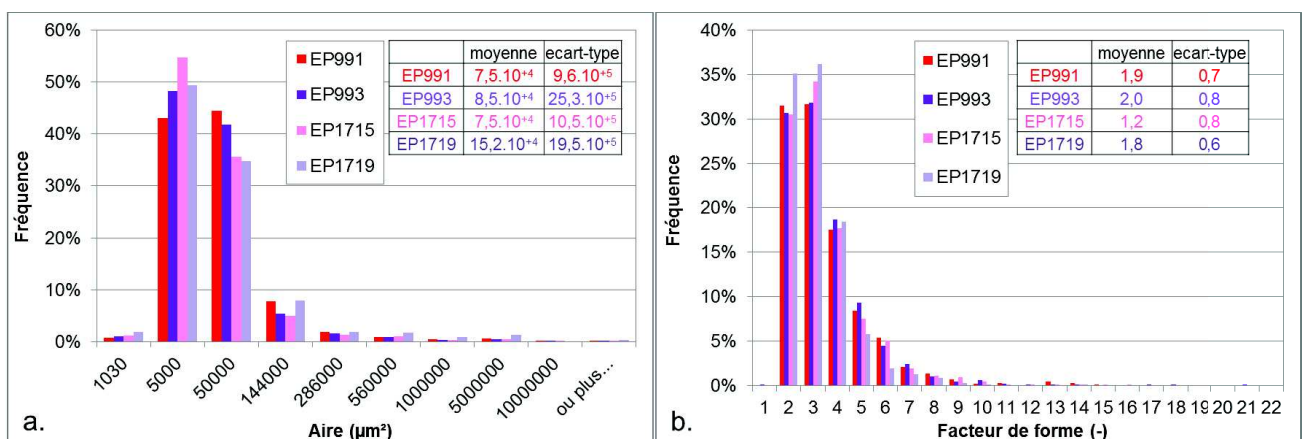


Figure III-34 : Distributions des aires des grains des éprouvettes du moule A (EP991, EP993 et EP1715) et du moule A' (EP1719) prélevées dans le plan TL en (a.) et distributions des facteurs de forme des grains issus de l'analyse EBSD, avec les tableaux respectifs des moyennes et des écarts-types de chaque distribution

III.3.2.3 Hétérogénéité chimique au sein d'une passe de soudage : comparaison entre le pied et le milieu de passe

Les résultats des analyses par microsonde électronique de Castaing pour l'ensemble des moules et dans les zones en pied et milieu de passes de soudage sont reportés en annexe 10. En annexe 11, des analyses complémentaires ont été réalisées sur les moules A et A' par analyses SIMS pour la mise en évidence d'une éventuelle ségrégation du soufre qui sera traitée dans la suite du paragraphe. Cette annexe présente la répartition du nickel, du chrome, du fer, du soufre, des sulfures de manganèse, du manganèse, du titane de l'aluminium et du niobium.

Le chrome et le nickel sont présents préférentiellement dans les dendrites. A contrario, les éléments niobium, soufre, silicium, manganèse, aluminium et titane sont préférentiellement localisés dans les espaces interdendriques. Le manganèse y est réparti de manière homogène avec quelques concentrations pouvant correspondre aux sulfures de manganèse. Le niobium est réparti de manière homogène mais des zones enrichies y sont également observées. Les autres éléments analysés sont présents sous formes de précipités (ou d'inclusions).

En complément des résultats qualitatifs, des mesures de fractions surfaciques ont été réalisées à l'aide du logiciel Image J[®] suivant le protocole décrit précédemment. Le soufre, l'aluminium et le titane ont été analysés dans les moules A, A', B et B' par microsonde de Castaing (Tableau III-5) tandis que l'aluminium, le titane, le soufre et des sulfures de manganèse ont été analysés dans les moules A et A' par SIMS (Tableau III-6).

	Localisation	Soufre	Aluminium	Titane
Moule A	pied gros grains	6,25	1,54	17,71
	milieu	1,8	5,61	10,56
	pied petits grains	4,18	5,14	18,17
Moule A'	milieu	3,68	6,15	9,96
	pied	4,64	3,03	16,73
Moule B	milieu	-	0,14	0,38
	pied	-	0,17	0,41
Moule B'	milieu	0,17	0,82	0,55
	pied	0,12	0,94	0,74

Tableau III-5 Fractions surfaciques (en%) de composés enrichis en soufre, en aluminium et en titane mesurées sur chaque zone analysée par microsonde (Analyse effectuée à l'aide d'image J[®] sur des surfaces de 100 x 100 μm^2 situées en pied et en milieu de passe de soudage avec un pas de 0,5 μm)

	Localisation	Soufre	Sulfures de Manganèse	Aluminium	Titane
Moule A BS	pied gros grains	3,79	2,88	26,31	33,76
	milieu	2,02	1,65	6,89	12,86
	pied petits grains	5,97	4,61	21,21	21,16
Moule A' TT	milieu	2,71	1,91	13,51	18,85
	pied	6,16	3,7	31,27	45,72

Tableau III-6 : Fractions surfaciques (en %) de composés enrichis en soufre, en l'aluminium, et en titane mesurées sur chaque zone analysée par SIMS des moules A et A' sur des surfaces de 150 x 150 μm^2 situées en pied et en milieu de passe de soudage avec un pas de 0,5 μm

Ces tableaux permettent de comparer les fractions surfaciques entre les pieds et les milieux de passe de soudage. Rappelons que ces fractions surfaciques sont comparables entre elles pour une même technique de mesure du fait du protocole utilisé (étude relative) mais qu'elles ne permettent pas de mesurer quantitativement la composition chimique locale ou globale.

La comparaison des fractions surfaciques met en évidence une précipitation d'impuretés plus importante, de manière générale, pour les moules A et A' par rapport aux moules B et B'. La comparaison des résultats entre les pieds et les milieux de passes semble mettre en évidence une augmentation de la fraction surfacique des impuretés (aluminium, titane, soufre, et sulfures de manganèse), dans les pieds de passe de soudage plus marqué dans le cas des moules A et A' comme le montre les analyses SIMS (Tableau III-6) que dans les moules B et B' avec les analyses par microsonde de Castaing. Ces résultats montrent que la précipitation d'impuretés dans les espaces interdendritiques en pieds de passes de soudage est plus importante que dans les milieux de passes de soudage. Ceci signifie donc que, statistiquement, les joints de grains en pieds de passes peuvent contenir plus d'impuretés et, rendre l'alliage plus sensible à l'amorçage de fissures de CSC en diminuant l'énergie de cohésion des joints de grains dans ces zones. Par ailleurs, cette sensibilité peut augmenter avec la quantité d'impuretés en pieds de passes ceci expliquerait alors la sensibilité plus élevée des joints de grains du moule A à l'amorçage de fissures de CSC par rapport au moule B qui précipite moins d'impuretés en pieds de passes.

Par ailleurs, deux types de microstructures de pieds de passes ont été observés pour le moule A, à savoir :

- Une zone de gros grains présentant des orientations cristallines semblables à la texture macroscopique (directions $\langle 100 \rangle$ parallèle à l'axe S) et
- Une zone de clusters de petits grains (aire $< 50\,000\ \mu\text{m}^2$) présentant des orientations cristallines plus aléatoires (majoritairement avec les directions $\langle 110 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ parallèles à l'axe S).

Les résultats montrent les mêmes tendances en termes de précipitation quelle que soit la microstructure. On peut donc conclure, pour le moule A, que la précipitation est plus élevée dans le pied des passes de soudage quelle que soit la morphologie des grains et leurs orientations cristallographiques.

III.3.2.4 Hypothèse concernant une possible ségrégation de soufre aux joints de grains pour les éprouvettes issues des moules A et A'

Des analyses par SIMS ont été réalisées pour confirmer ou infirmer l'hypothèse d'une ségrégation de soufre aux joints de grains sur les moules A et A'. Ces analyses n'ont pas été réalisées sur les moules B et B' pour deux raisons : ils sont peu sensibles à la CSC et leur teneur en soufre est inférieure à 0,001% massique.

Les analyses SIMS ont donc été réalisées sur les zones situées en pied et en milieu de passes des moules A et A' afin de vérifier l'hypothèse d'une ségrégation de soufre au niveau des joints de grains. Une méthode d'analyse spécifique a été utilisée dans le SIMS afin d'augmenter le rapport signal sur bruit. Vingt passages successifs sur chaque zone ont été réalisés à une vitesse d'abrasion plus lente que celle utilisée pour les autres analyses, soit 80 secondes pour un passage. Les conditions de faisceau qui ont été utilisées pour ce type d'analyse sont une tension d'accélération de 150 eV et un courant ionique de 20-25 pA pour des cartographies de $150\ \mu\text{m} \times 150\ \mu\text{m}$.

Les Figure III-35 et Figure III-36 présentent les résultats obtenus pour les moules A et A' sur une zone analysée en milieu de passe de soudage, deux zones en pied de passe avec un cluster de petits grains pour le moule A, une zone en milieu de passe et une zone de cluster à petits grains en pied de passe pour le moule A'. Ces analyses n'ont pas permis de mettre en évidence de ségrégation significative de soufre au niveau des joints de grains.

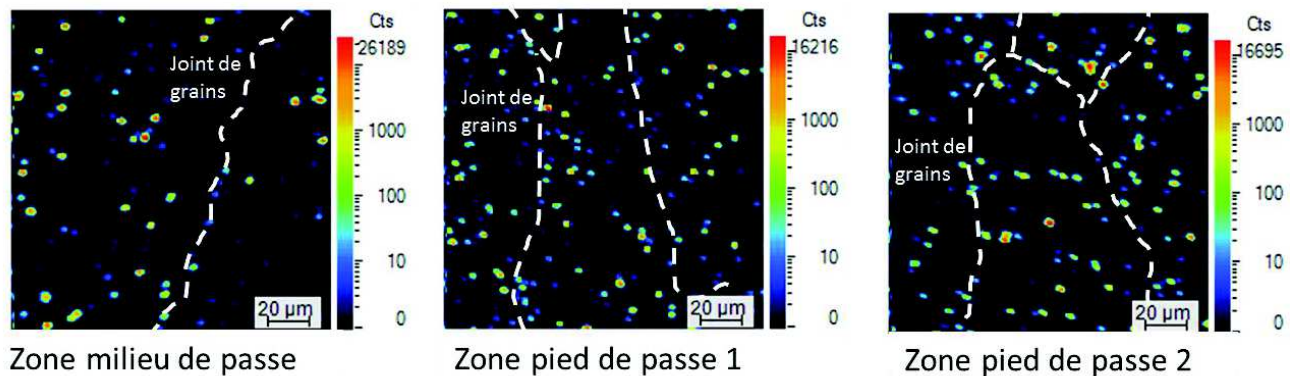


Figure III-35 : Analyses SIMS du soufre en mode cartographie après l'augmentation du rapport signal/bruit. Cartographies correspondant à la superposition de 20 analyses de 80 sec/passage sur le moule A (brut de soudage) avec la localisation des joints de grains en pointillés blancs

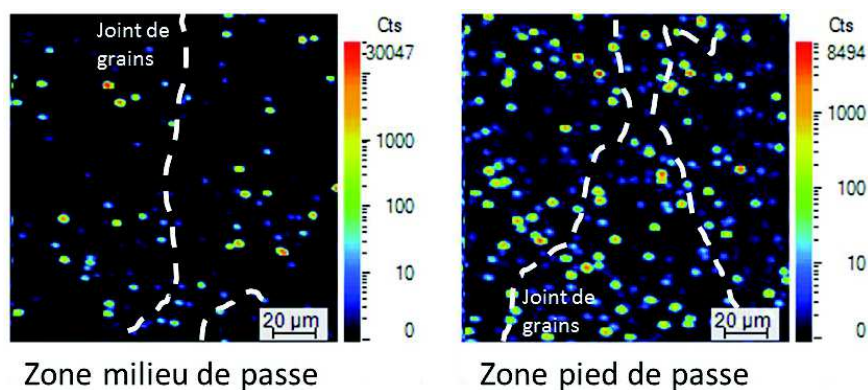


Figure III-36: Analyses SIMS du soufre en mode cartographie après l'augmentation du rapport signal/bruit. Cartographies correspondant à la superposition de 20 analyses de 80 sec/passage sur les zones du moule A' avec la localisation des joints de grains en pointillés blancs

❖ Bilan des analyses chimiques

Les analyses chimiques ont mis en évidence :

- une précipitation plus élevée dans les moules A et A' par rapport aux moules B et B',
- peu d'effet du traitement thermique (7h à 600°C) sur la précipitation intragranulaire du moule A', à l'exception du soufre, et pas d'effet sur la précipitation intergranulaire de carbures de niobium,
- un effet du traitement thermique (7h à 600°C) dans le moule B' qui se traduit par une légère augmentation de la quantité de précipités riches en aluminium et en titane, une légère précipitation de soufre (non observée dans le moule B) ainsi que la formation de précipités intergranulaires de carbures de chrome de type $Cr_{23}C_6$,
- sur les moules A et A', les analyses n'ont pas permis de mettre en évidence de ségrégations de soufre aux joints de grains observables dans les zones analysées,
- une différence significative de précipitation entre le milieu et le pied de passes de soudage dans les moules A et A', avec une augmentation de la quantité d'aluminium, de titane et de soufre ou de sulfures de manganèse dans les pieds des passes de soudage,
- une différence de précipitation moins marquée entre le pied et le milieu de passe de soudage pour les moules B et B' avec une légère augmentation de la précipitation en pieds de passes de soudage.

Bien qu'il n'ait pas été mis en évidence de ségrégation aux joints de grains pour les conditions testées, il peut être conclu que les pieds de passes contiennent plus d'impuretés que les cœurs de passes de soudage. Par conséquent, il ne peut être exclu que les joints de grains en pieds de passes de soudage soient aussi plus riches en impuretés. La chimie du joint modifie son énergie de cohésion, et donc, sa résistance à la rupture. Des analyses complémentaires par d'autres techniques telles que le nano-SIMS ou le MET seraient donc nécessaires pour confirmer ou infirmer cette hypothèse.

III.4 Synthèse

Les éprouvettes U-bend prélevées dans les moules A, B et B' ont été testées en milieu de vapeur d'eau à 400°C, 200 bar et 0,7 bar de pression partielle d'hydrogène. Les essais ont été interrompus à 500h, 1500h, 2500h et 3500h. Des observations de la surface des éprouvettes U-bend au niveau de l'apex ont été réalisées au MEB après chaque interruption et sur chaque éprouvette. Elles ont mis en évidence une augmentation du nombre d'amorces de fissures et/ou la prolongation des fissures existantes avec la durée d'essai. Ces observations ont également montré que les temps à l'amorçage sont plus faibles pour les éprouvettes U-bend équipées de microgrilles. La présence de ces microgrilles est nécessaire pour la caractérisation des champs cinématiques à la surface des éprouvettes U-bend. Si l'on compare uniquement les éprouvettes U-bend équipées de microgrilles, un effet de moule et de traitement thermique peut être observé avec une sensibilité plus faible du moule B (0,025% de carbone, 19% de chrome et <0,001% de soufre) par rapport au moule A (0,014% de carbone, 18% de chrome et 0,017% de soufre). De plus, les résultats montrent que le traitement thermique permet d'augmenter le temps à l'amorçage et donc de diminuer la sensibilité à la CSC. Pour les éprouvettes recouvertes de microgrilles, le temps à l'amorçage des moules A et B, bruts de soudage, est compris entre 500h et 1500h et celui du moule B', détensionné, est compris entre 1500h et 2500h. L'analyse des éprouvettes sans microgrilles montre un effet de moule : le moule A amorce des fissures de CSC entre 500h et 1500h alors que les moules B et B' n'ont pas fissuré pour les mêmes temps d'essais. L'effet bénéfique du traitement thermique n'a alors pas pu être mis en évidence dans le cas des éprouvettes sans microgrilles.

Afin de comprendre l'effet de la présence des microgrilles (ou du protocole de préparation) sur le mécanisme de CSC, des coupes métallographiques ont été réalisées sur des éprouvettes issues du moule B (avec et sans microgrilles) et sur une éprouvette du moule B' équipée de microgrilles. Il semblerait que la présence de ces dernières accélère la cinétique de CSC. En effet, les observations des coupes métallographiques présentent des profondeurs de pénétration plus élevées d'un facteur 4 pour les éprouvettes équipées de microgrilles. Ces pénétrations sont un premier stade de la formation des amorces de fissures de CSC. Les analyses EDX au MET ont également montré la présence de nickel pur et d'oxyde de chrome au centre de ces pénétrations. L'analyse des cristallites de la couche externe a montré qu'elles étaient composées de nickel pur aussi bien pour les éprouvettes équipées de microgrilles que pour celles non équipées. Ce résultat signifie que, dans les deux cas, la couche d'oxyde est de même nature. La présence de ce nickel pur a été peu observée dans la littérature. Les travaux de Bertali *et al.* [Bertali2015] montrent l'observation de zones « dé-alliées » sur des coupons en A600 exposés en milieu de vapeur d'eau hydrogénée à 480 °C avec une faible pression d'oxygène à $9,73 \times 10^{-26}$ atmosphère (24 fois plus faible que la pression de dissociation Ni/NiO à 480°C). Ces zones « dé-alliées » conduisent à la formation de grains de nickel pur dans les joints de grains au niveau des pointes de fissures. Cependant, l'auteur ne propose pas de mécanisme pour expliquer la formation de ces zones. Des investigations plus approfondies seraient donc nécessaires.

De manière générale, les amorces de fissures de CSC sont intergranulaires et très majoritairement perpendiculaires à l'axe de sollicitation (pour 95% d'entre elles). La corrélation des localisations des amorces de fissures avec les analyses EBSD confirme que 100% des

amorces de fissures sont intergranulaires et montre que 95,5% d'entre elles se situent sur des joints de grains généraux (joints de grains dont la désorientation angulaire est supérieure ou égale à 15°). Un effet du trajet de chargement a été mis en évidence avec une accélération de la sensibilité de l'amorçage pour un trajet de chargement complexe, alternant une sollicitation de compression et de traction à l'apex. L'effet de l'état de surface des éprouvettes (poli, grenailé) est faible, hormis celui accélérateur associé à la présence de microgrilles. Il a également été confirmé que les plans de prélèvement TL sont plus sensibles à l'amorçage de fissures que les plans de prélèvement TS.

Enfin, un effet de moule est mis en évidence indépendamment de l'effet des microgrilles. Cet effet est attribué à la fois à la composition chimique du métal d'apport mais également au procédé de soudage utilisé car les paramètres de soudage ont une conséquence directe sur la microstructure résultante. La sensibilité à l'amorçage de fissures de CSC du moule B est ainsi plus faible que celle du moule A.

Du point de vue des spécificités des joints de grains fissurés, il a été mis en évidence pour les deux moules qu'au moins un des deux grains du couple de grains adjacents au joint de grains fissuré présente une surface inférieure à $50\,000\ \mu\text{m}^2$ et que la majorité des fissures se situent dans des zones de clusters.

Des analyses de la répartition des espèces chimiques ont été réalisées pour expliquer la plus grande sensibilité à l'amorçage des fissures des éprouvettes du moule A/TL dans des zones de clusters. Les clusters sont des zones composées de petits grains dont les orientations cristallographiques sont différentes de celle de la texture globale. De plus, ces zones semblent se situer en pieds des passes de soudage. Les analyses chimiques ont ainsi mis en évidence une précipitation plus élevée dans les pieds de passes de soudage dans le cas du moule A quelle que soit la morphologie des grains (clusters de petits grains ou non). La tendance est similaire dans le moule B mais la précipitation moyenne est plus faible. Pour mémoire, les pieds de passes présentent une précipitation d'impuretés plus élevée de composés riches en soufre, en sulfures de manganèse, en titane et en aluminium. Les conditions d'analyses employées n'ont pas permis de mettre en évidence la ségrégation de soufre aux joints de grains. Toutefois, la précipitation d'impuretés en pieds de passes permet de poser l'hypothèse d'une quantité plus élevée d'impuretés dans les joints de grains. Ceci aurait pour conséquence de diminuer leur cohésion et de les rendre plus sensibles à l'amorçage de fissures de CSC.

L'effet du traitement thermique sur la microstructure a été observé principalement sur le moule B'. Les analyses, au MET, des joints de grains ont montré une précipitation intergranulaire de carbures de chrome de type Cr_{23}C_6 . Ces précipités sont observés uniquement dans le cas du moule B' et pourraient expliquer la plus faible sensibilité de ce moule à l'oxydation intergranulaire et donc à l'amorçage de fissures de CSC. L'effet bénéfique des carbures de chrome intergranulaires a été également observé dans la littérature [Scott2007] [Sennour2013]. A contrario, sur le moule A', le traitement thermique n'a pas permis de former des carbures de chrome ce qui peut être dû à la composition chimique de l'alliage qui contient moins de carbone et de chrome. Toutefois, le traitement thermique a eu pour effet, dans le cas du moule A', de mettre en évidence une augmentation de la précipitation de soufre ce qui pourrait jouer rôle en diminuant la tenue de cet en CSC.

Il semblerait donc que le taux et la nature de la précipitation dans l'alliage joueraient un rôle sur la sensibilité des joints de grains à la fissuration.

