

Comportement mécanique du métal de base

2.3.1 Comportement mécanique en traction

2.3.1.1 Résultats des essais de traction

Aucun essai de traction sur le métal de base détensionné n'a été fait dans le cadre de cette étude. Cependant, des essais de traction ont été réalisés au sein du laboratoire sur le même métal de base Grade 92 mais non détensionné.

Le comportement en traction à 550°C du métal de base Grade 92 non détensionné a été étudié par Giroux et al., 2010 [Giroux et al., 2010]. Des essais de traction à 550°C ont été réalisés à différentes vitesses de déformation initiale : de $2,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ à $2,5 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

La Figure 2-37 présente l'évolution des contraintes nominales en fonction de l'allongement ($\Delta L/L_0$) de l'acier, aux différentes vitesses de déformation initiale. Les essais ont été réalisés sur des éprouvettes cylindriques prélevées à mi-épaisseur dans le sens longitudinal du tube. La longueur utile est de 30 mm et le diamètre est de 4 mm. Le déplacement du vérin est mesuré au cours de l'essai. La rigidité de la machine a été prise en compte pour chaque courbe.

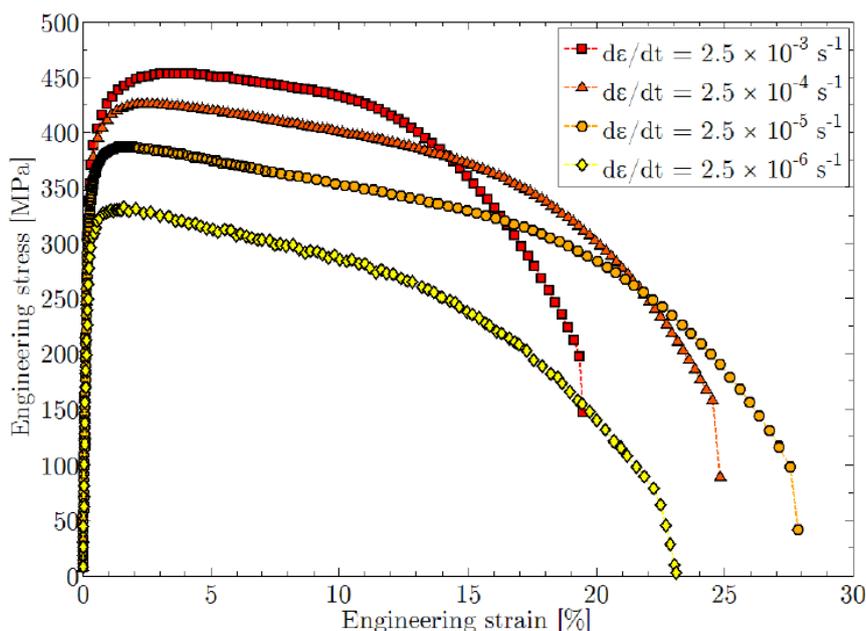


Figure 2-37 : évolution de la contrainte nominale en fonction de l'allongement, pour différentes vitesses de déformation initiale, à 550°C [Giroux et al., 2010].

Giroux et al. [Giroux et al., 2010] ont évalué la dureté de l'acier à $224 \pm 4 \text{ Hv}_{30}$ le long de l'épaisseur du tube ainsi que dans les sections parallèles et perpendiculaires à l'axe du tube. La dureté dans le métal de base détensionné, mesurée dans la section parallèle à l'axe du tube, est de 230 Hv_1 . Compte-tenu des incertitudes liées à la différence de la charge appliquée pour mesurer la dureté, les valeurs de dureté du métal de base détensionné et non détensionné, sont similaires. Les données obtenues sur le métal de base non détensionné sont donc considérées comme applicables au métal de base détensionné.

Les résultats des essais de traction sont présentés dans le Tableau 2-17. Les points A et B sont repérés sur la Figure 2-38 qui présente la courbe de traction de l'essai réalisé à $2,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

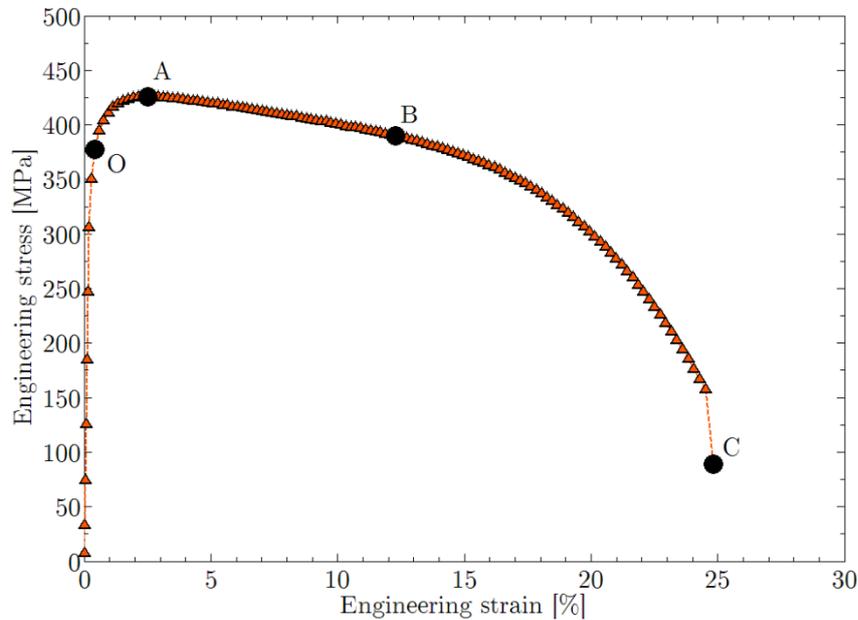


Figure 2-38 : courbe de traction de l'essai réalisé à $2,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Strain rate (s^{-1})	0.2% proof stress (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation at point A (%)	Elongation at point B (%)	Softening slope (MPa)	Fracture elongation (%)	Reduction of area (%)
2.5×10^{-3}	388	454	3.2	10.1 ± 0.5	-370 ± 2	18.1	81 ± 1
2.5×10^{-4}	379	426	2.2	12.3 ± 0.5	-404 ± 2	25.0	85 ± 1
2.5×10^{-5}	358	390	1.6	13.8 ± 0.5	-442 ± 2	27.2	90 ± 1
2.5×10^{-6}	304	332	1.4	12.1 ± 0.5	-554 ± 2	23.1	93 ± 1

Tableau 2-17 : résultats des essais de traction à 550°C sur le métal de base Grade 92 non détensionné [Giroux et al., 2010].

Les propriétés en traction sont cohérentes avec les spécifications de l'acier Grade 92 (V&M, 2010). Les données sont rassemblées dans le Tableau 2-18.

	Module d'Young (GPa)	R _{p0,2}	R _m
20 °C	191	440	620
550 °C	130	350	400

Tableau 2-18 : propriétés en traction de l'acier Grade 92 (V&M, 2010).

Les résultats de ces essais mettent en évidence la dépendance à 550°C du comportement en traction du matériau envers la vitesse de déformation imposée. Pour des plus grandes vitesses, la contrainte maximale avant rupture est plus élevée, de même que la limite d'élasticité. Ce phénomène est lié aux changements microstructuraux et aux effets de viscosité intervenant aux températures élevées (supérieures à 500°C). Des constats similaires ont été faits par plusieurs auteurs sur des aciers Grade 92 [Panait, 2010] mais également sur des aciers Grade 91 [Vivier, 2007, Gaffard, 2005, Yaguchi and Takahashi 1999].

L'instabilité de la structure, qui correspond probablement à la diminution de la contrainte et à l'apparition d'une striction diffuse, se produit pour des valeurs d'allongement faibles, d'environ 1 à 2%.

Les valeurs de striction suggèrent que la rupture est ductile. Ces valeurs diminuent légèrement lorsque la vitesse de déformation initiale augmente.

2.3.1.2 Evolution microstructurale au cours de l'essai de traction

Giroux et al. ont examiné l'endommagement, l'apparition de la striction et les évolutions microstructurales dans une éprouvette suite aux sollicitations en traction afin d'expliquer l'adoucissement qui se produit à 550°C et qui se manifeste par une pente négative constante sur une portion relativement longue de la courbe de traction, une fois la contrainte maximale atteinte.

L'un des essais mené à une vitesse de sollicitation de $2,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ a fait l'objet d'une étude métallographique à différentes échelles.

L'observation du faciès (Figure 2-39) révèle la présence de cupules caractéristiques d'une rupture ductile du matériau.

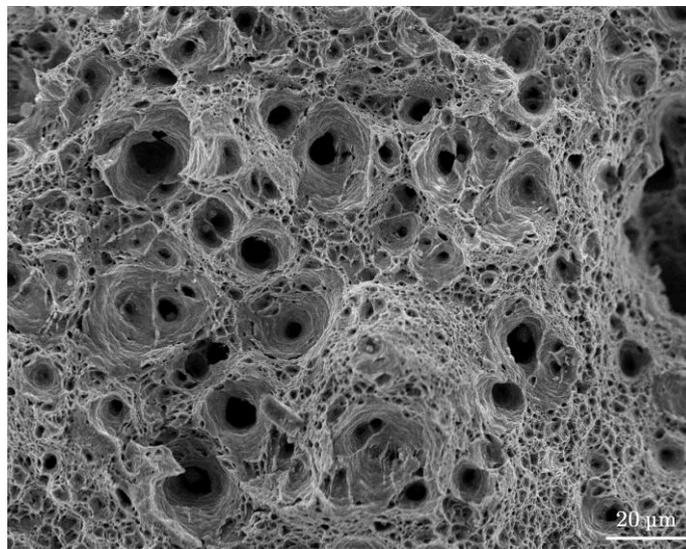


Figure 2-39 : faciès de rupture d'une éprouvette sollicitée en traction à 550°C.

Giroux [Giroux et al., 2010] a observé la microstructure de l'acier Grade 92 après essai de traction, dans la partie de l'éprouvette déformée de manière homogène, ayant été sollicitée en traction uniaxiale.

En premier lieu, il a constaté que l'endommagement dans l'éprouvette loin de la zone de striction est négligeable. La croissance des cavités au cours de la déformation uniaxiale est presque inexistante jusqu'à l'apparition de la striction localisée.

En second lieu, il a observé la microstructure de l'acier à l'échelle du bloc de lattes à travers des cartographies en EBSD. Ces analyses ne révèlent aucune évolution de la microstructure après sollicitation en traction à 550°C (Figure 2-40). Les cartographies en IPF sont prises selon la direction Z, qui correspond à l'axe orthoradial du tube.

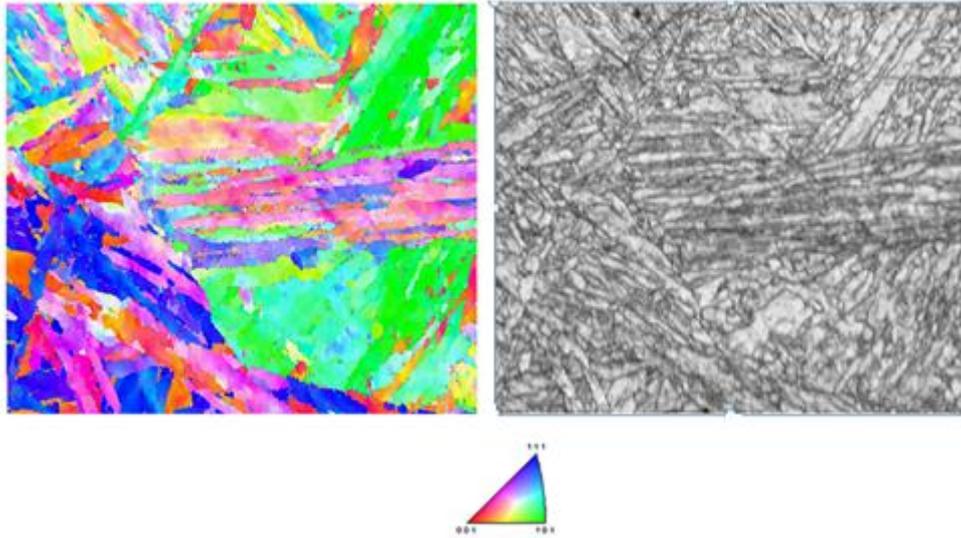


Figure 2-40 : a) Cartographie EBSD de l'éprouvette déformée en traction uniaxiale, codée d'après la direction Z de l'échantillon dans le repère du cristal, et b) cartographie en qualité du cliché de diffraction. L'orientation est selon la direction normale à la surface analysée, qui correspond à l'axe orthogonal du tube.

En dernier lieu, il a observé la microstructure à une échelle plus fine à travers des clichés en champ clair réalisés au MET.

Il a constaté une augmentation de 21% de la taille des sous-grains après l'essai à 550°C. Il a évalué la taille moyenne des sous-grains à 0,37 μm avant l'essai et à 0,43 μm après l'essai. Cette évolution est donc notable. La sous-structure avant et après essai, est observable sur les micrographies de la Figure 2-41.

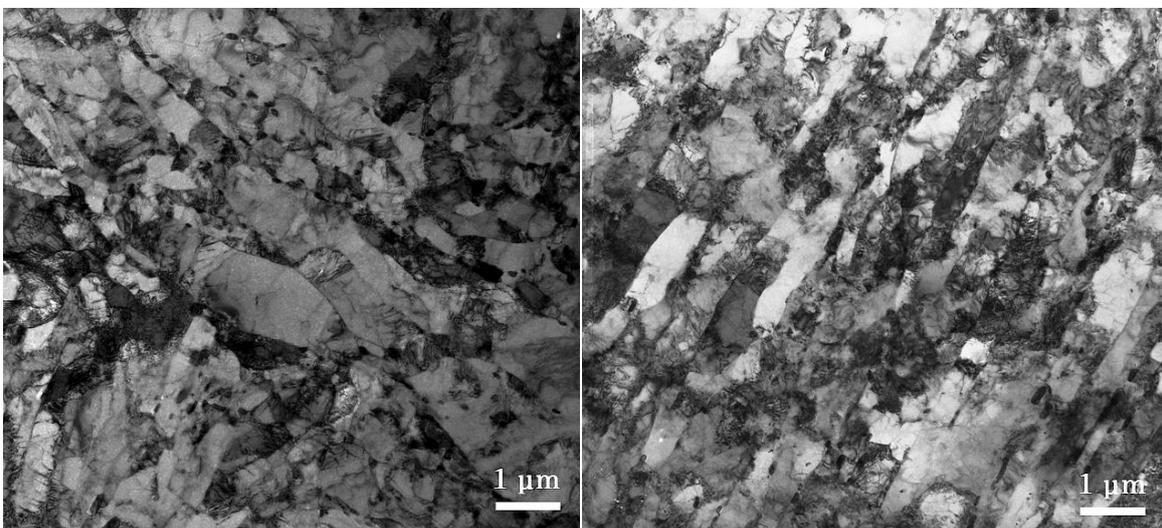


Figure 2-41 : micrographies réalisées au MET a) échantillon prélevé dans le métal de base à réception et b) échantillon prélevé loin de la zone de striction, dans la zone déformée de manière homogène. La direction de l'axe du tube est perpendiculaire au plan de l'image.

2.3.2 Comportement mécanique en fluage

2.3.2.1 Résultats des essais de fluage

Aucun essai de fluage à 550°C sur éprouvette en métal de base détensionné n'a été réalisé dans le cadre de cette étude. A nouveau, des essais de fluage à 550°C réalisés par Giroux [Giroux, 2011] sur

du métal de base non détensionné vont être utilisés. La légère évolution de la sous-structure, mise en évidence dans la partie 2.2.2.1, n'a pas d'influence significative sur le comportement en fluage à 550 °C de l'acier Grade 92.

Les essais ont été menés au CEA/SRMA. Ils ont été réalisés sur des éprouvettes cylindriques de longueur utile de 30 mm et de diamètre 8 mm (Figure 2-42). Les éprouvettes ont été prélevées à mi-épaisseur le long de l'axe longitudinal du tube. La déformation axiale a été mesurée par un extensomètre capacitif attaché sur la partie utile.

Neuf essais de fluage à 550°C ont été réalisés pour des contraintes nominales entre 145 à 235 MPa. Certains sont encore en cours. Les résultats de ces essais sont rassemblés dans le Tableau 2-19. Les courbes de fluage sont présentées sur la Figure 2-43 et la Figure 2-44.

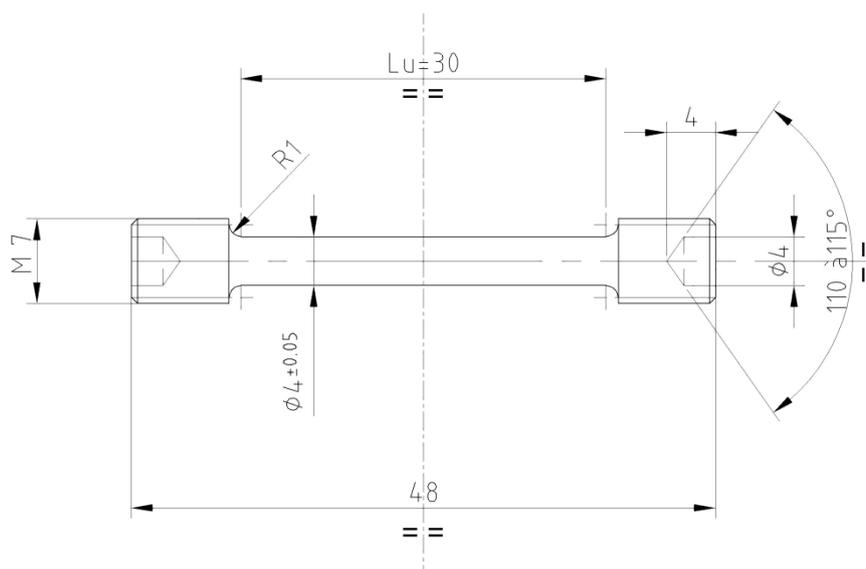


Figure 2-42 : schéma des éprouvettes de traction.

Etat de l'essai	Contrainte appliquée (MPa)	Début du stade de fluage secondaire (h)	Début du stade de fluage tertiaire	Temps à rupture	Vitesse de fluage secondaire
Terminé (rupture)	235	310	850	2037	$20,8 \cdot 10^{-6} \text{ h}^{-1}$
Terminé (rupture)	220	1500	4100	6337	$6,27 \cdot 10^{-6} \text{ h}^{-1}$
Terminé (rupture)	210	2760	8450	15257	$2,46 \cdot 10^{-6} \text{ h}^{-1}$
En cours	200	4000	17800	>24239	$0,321 \cdot 10^{-6} \text{ h}^{-1}$
En cours	190	10330	>34282	-	$<0,176 \cdot 10^{-6} \text{ h}^{-1}$
En cours	185	13000	>34288	-	$<0,194 \cdot 10^{-6} \text{ h}^{-1}$
En cours	175	9400	>34050	-	$<0,140 \cdot 10^{-6} \text{ h}^{-1}$
En cours	160	10300	>32063	-	$<0,142 \cdot 10^{-6} \text{ h}^{-1}$
En cours	145	12500	>31509	-	$<0,031 \cdot 10^{-6} \text{ h}^{-1}$

Tableau 2-19 : résultats des essais de fluage sur le métal à 550 °C de base non détensionné Grade 92 [Giroux, 2011].

Le stade tertiaire représente environ 30 à 60% des durées de vie des éprouvettes.

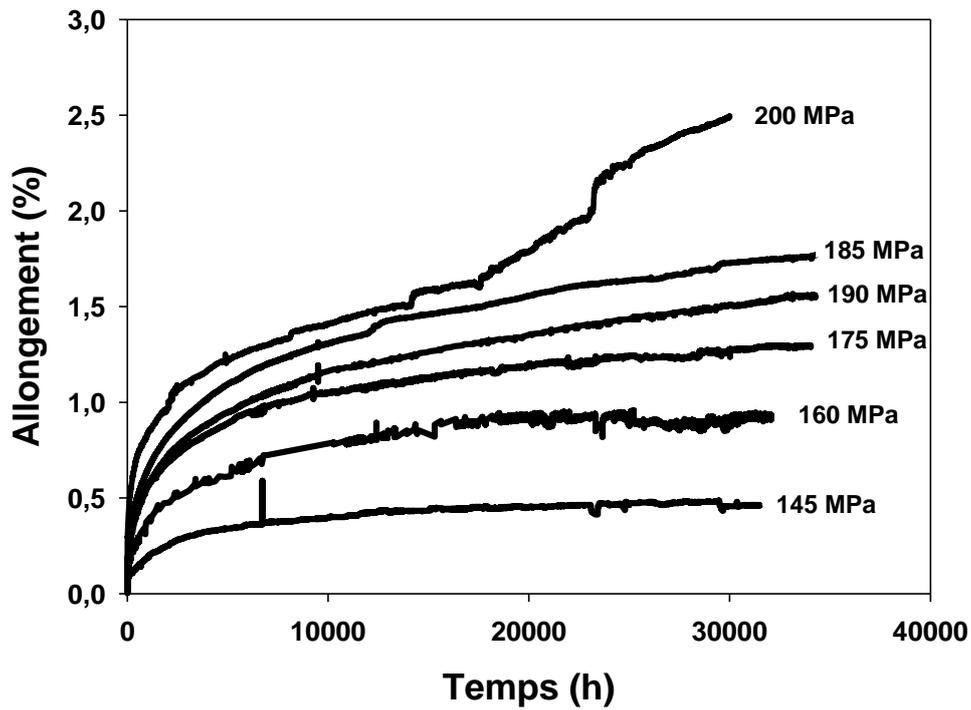


Figure 2-43 : résultats d'essais de fluage à 550° en cours sur métal de base non détensionné.

On constate de manière inattendue que la courbe de l'essai à 185 MPa est au-dessus de celle à 190 MPa. En outre, la vitesse minimale de fluage de l'essai à 185 MPa est supérieure à la vitesse minimale de fluage à 190 MPa, dans le cas où le stade secondaire est atteint sous 185 MPa.

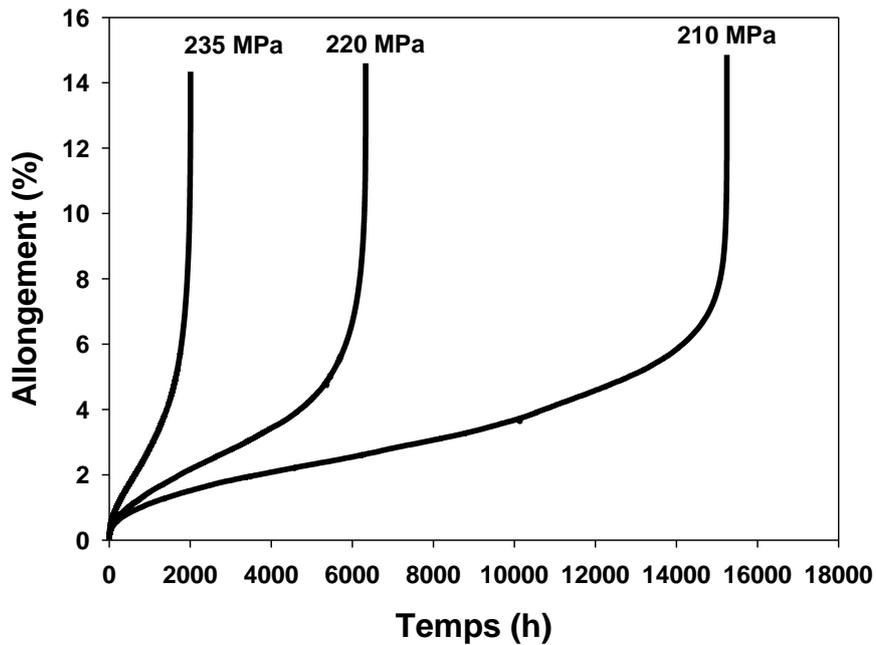


Figure 2-44 : résultats d'essais de fluage à 550°C terminés sur métal de base non détensionné.

D'après la Figure 2-44, on constate que l'allongement à rupture des éprouvettes est élevé.

Ces données de fluage sont comparées à des données de fluage issues de la littérature [Vaillant et al., 2009, Pétry et Lindet, 2008] sur un acier Grade 92 à 550 °C et à 575 °C, et à celles de la base de l'ECCC (Figure 2-45). Les résultats de fluage de cette étude à 550 °C sont en accord avec les résultats de la littérature.

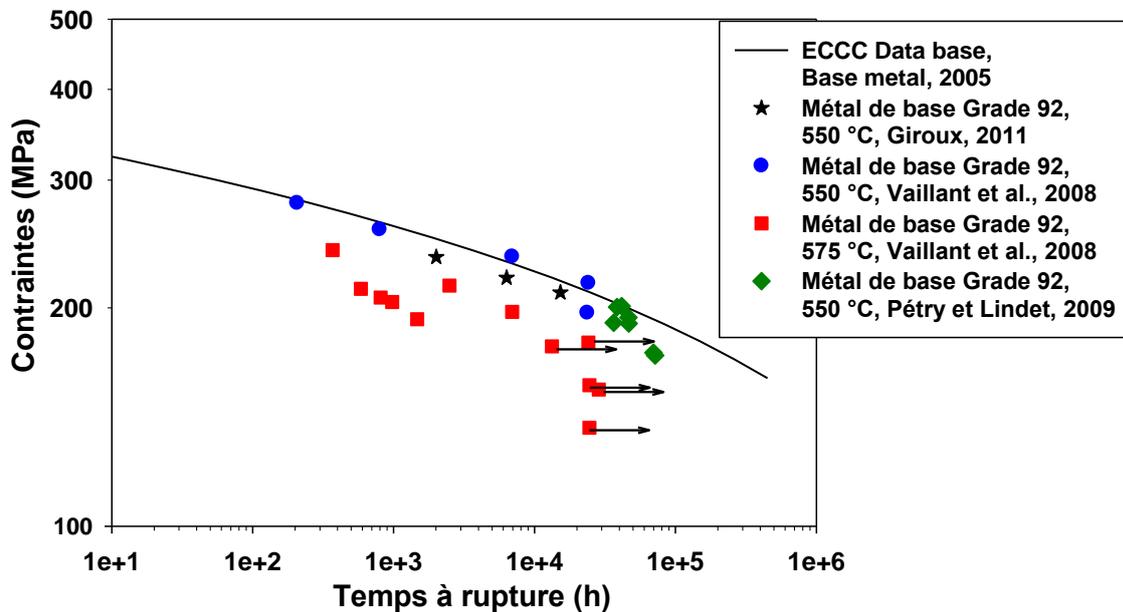


Figure 2-45 : Résultats d'essais de fluage sur métal de base Grade 92 non détensionné à 550 °C et 575 °C [Vaillant et al., 2009, Pétry et Lindet, 2008, Giroux, 2011].

2.3.2.2 *Écoulement en fluage*

La vitesse de fluage minimale, obtenue à partir des courbes expérimentales, est tracée en fonction de la contrainte appliquée sur la Figure 2-46. Cette évolution peut être modélisée par une loi puissance de Norton, formulée de la manière suivante :

$$\dot{\varepsilon} = A \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^n$$

Où $\dot{\varepsilon}$ est la vitesse de fluage minimale en h^{-1} , σ est la contrainte appliquée, σ_0 est la contrainte de référence, ici choisie à 150 MPa, A et n sont des paramètres dépendant du matériau et de la température.

Sur la Figure 2-46, les données de cette étude sont comparées à des données issues de la littérature sur un acier Grade 92 à 550 °C et 600 °C.

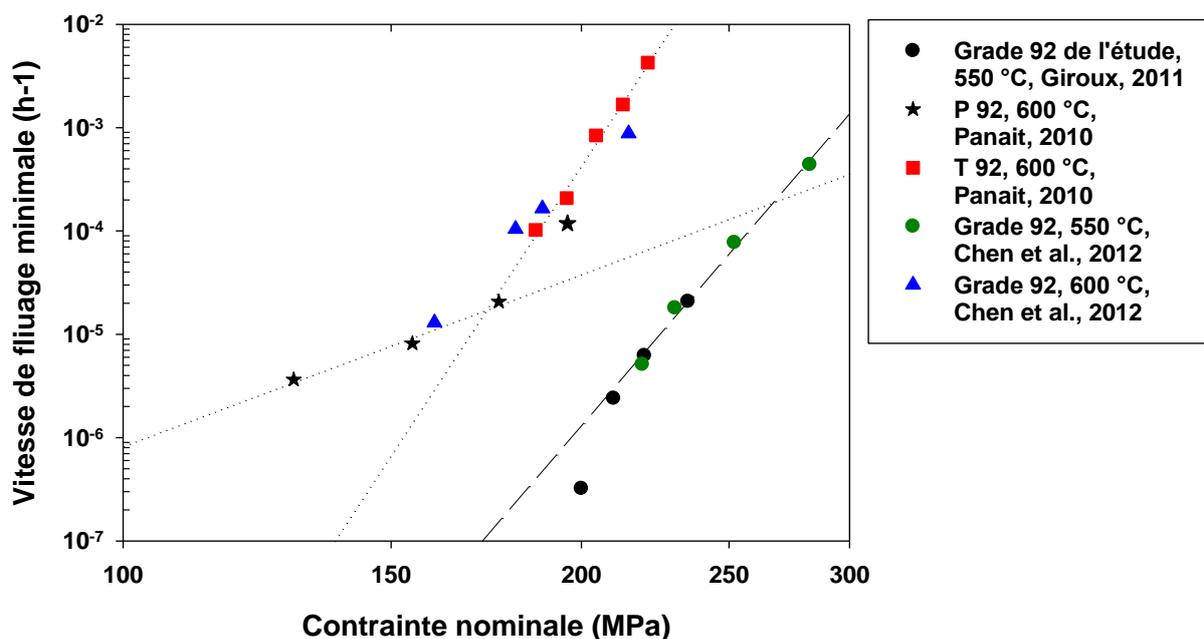


Figure 2-46 : vitesse de fluage minimale en fonction de la contrainte appliquée

Les données de cette étude sont cohérentes avec les valeurs obtenues par Chen et al., [Chen et al., 2012] à 550 °C.

Panait [Panait, 2010] a réalisé des essais de fluage à 600°C sur l'acier Grade 92 à différents niveaux de contraintes. L'évolution de la vitesse minimale de fluage en fonction de la contrainte appliquée révèle un changement de la pente. Ce constat indique un changement de mécanisme de déformation en fluage. Pour des contraintes appliquées élevées, supérieures à 160 MPa dans le cas des résultats de Panait, la déformation s'opère par le déplacement des dislocations. Les valeurs du coefficient n sont de l'ordre de 4-5 mais peuvent atteindre des valeurs d'environ 18-20 en fonction des mécanismes intervenant dans la déformation en fluage.

Différents postulats ont été proposés afin d'expliquer les mécanismes qui contrôlent la déformation en fluage. Cadek et al. [Cadek et al., 1997] proposent un mécanisme d'interaction entre les dislocations et les précipités. Dimmler et al., [Dimmler et al., 2008] indiquent que la vitesse de fluage est liée au mécanisme de montées de dislocations et pour des contraintes plus élevées, au mécanisme d'Orowan. Sklenička et al. [Sklenička et al., 2003] et Orlova et al. [Orlova et al., 1998] considèrent que la déformation en fluage est contrôlée par le réarrangement des dislocations et le grossissement des sous-grains. Ces auteurs estiment en outre que la sous-structure de dislocations joue un rôle prépondérant par rapport à la précipitation.

Le Tableau 2-20 rassemble des valeurs du coefficient de Norton et de A pour quelques aciers Grade 92, à différentes températures et pour les deux régimes de contraintes.

Références	Température d'essais (°C)	A (fortes contraintes)(h ⁻¹)	n (fortes contraintes) (MPa)	A (faibles contraintes)(h ⁻¹)	n (faibles contraintes) (MPa)
Panait, 2010	600	5,18×10 ⁻¹⁰	18	1,19*10 ⁻⁷	6
Wang et al., 2009	650	-		3,98*10 ⁻²³	8,66
Chen et al., 2012	550	-	18,6	-	-
	600	-	15,5	-	-
	650	-	12,7	-	-
Ennis et al., 1997	600	-	16	-	6
Kim et Lim, 2008	600	-	13,2	-	-
Giroux et al., 2012	550	2*10 ⁻⁴⁸	18	-	-

Tableau 2-20 : valeurs des paramètres A et n pour des différentes conditions de fluage.

La valeur du paramètre de Norton n obtenue sur le métal de base Grade 92 non détensionné de l'étude est cohérente avec celles de la littérature. La déformation en fluage est donc probablement liée au mouvement de dislocations.

2.3.2.3 Mode de rupture

Pétry et Lindet [Pétry et Lindet, 2008] indiquent que les examens post-mortem des éprouvettes rompues à 575 °C ont révélé la présence d'une striction marquée près du faciès de rupture. Le faciès de rupture présente des cupules caractéristiques d'une rupture ductile. L'examen de la section longitudinale n'indique pas la présence d'endommagement dans l'éprouvette. Quelques cavités ont été observées dans la zone de striction, près du faciès. A 550°C, la rupture en fluage du métal de base est très probablement liée à l'instabilité viscoplastique.

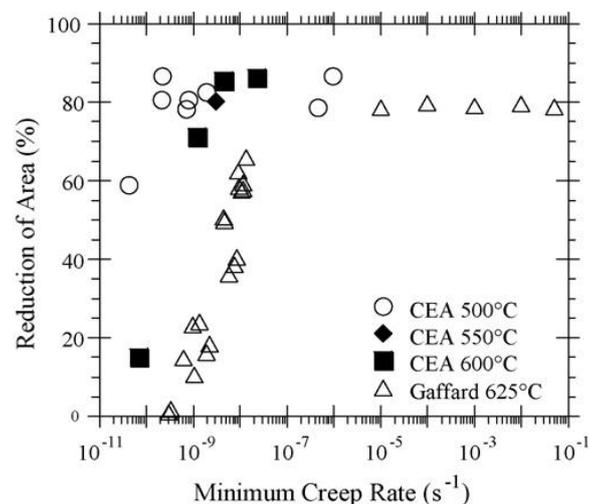


Figure 2-47 : strictions mesurées sur des éprouvettes en acier Grade 91 pour différentes conditions d'essais de fluage [Haney et al., 2009].

Ce mode de rupture se produit généralement lors de sollicitations en fluage à des régimes de fortes contraintes. Vivier [Vivier, 2009] et Haney et al. [Haney et al., 2009] ont mis en évidence ce mode de rupture sur éprouvette à 500 et 550 °C et à des niveaux de contraintes élevés. La Figure 2-47 présente des valeurs de striction mesurées en fonction de la vitesse de fluage minimale de l'essai et

de la température appliquée. Ce graphique confirme que des strictions marquées (80 %) apparaissent pour des régimes de vitesses de fluage minimales élevées ou pour des températures basses, inférieures à 600 °C.

Le graphique de la Figure 2-48 présente l'évolution de la vitesse minimale en fluage $\dot{\epsilon}_{min}^m$ en fonction du temps à rupture t_r . Ces données sont reliées par la relation de Monkman-Grant :

$$t_r \dot{\epsilon}_{min}^m = B$$

Où m est une constante du matériau proche de 1 et B une constante valable sur une gamme étendue de températures.

Les données de cette étude sont comparées à des résultats d'essais obtenus dans la littérature sur du Grade 92 et du Grade 91 (Figure 2-48). Dans chaque cas, les essais ont été réalisés sur des éprouvettes lisses. Les géométries d'éprouvettes sont proches (variant de 30 à 40 mm en longueur utile et de 4 à 5,5 mm en diamètre).

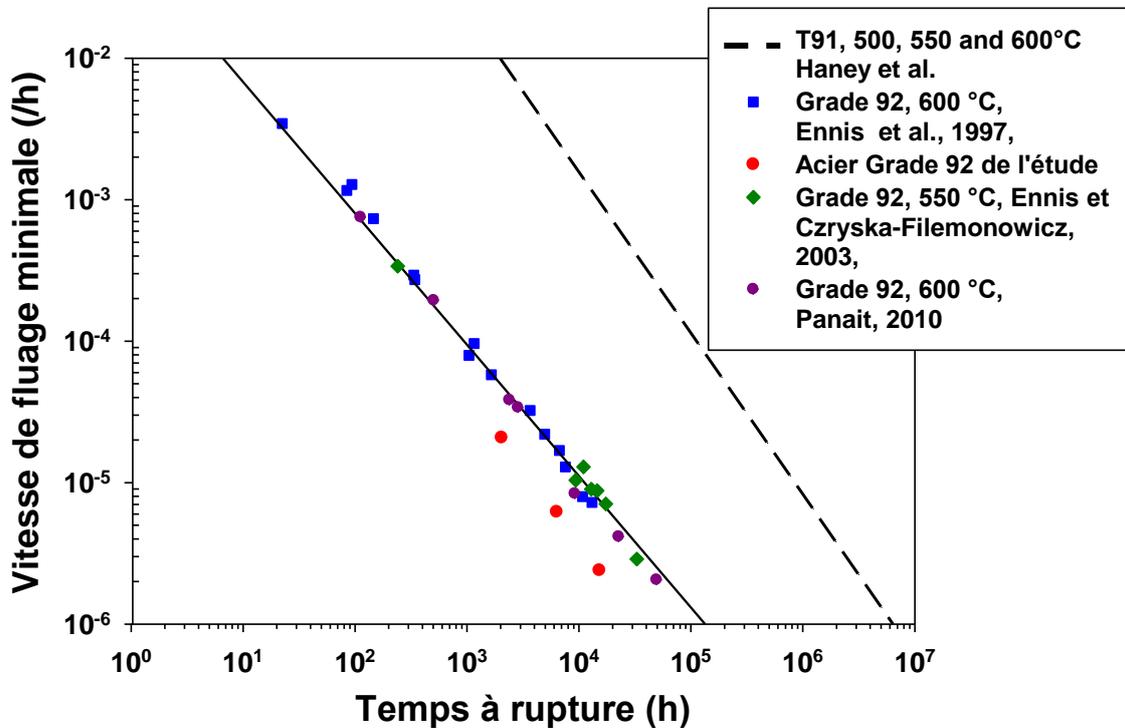


Figure 2-48 : vitesse minimale de fluage en fonction du temps à rupture.

La ligne en pointillés (longs) est obtenue par interpolation linéaire d'un ensemble de données issues d'essais de fluage sur un acier Grade 91 pour des températures variant de 500 à 625°C, réalisés par Haney et al [Haney et al., 2009].

Les données issues d'essais de fluage sur Grade 92 se répartissent le long d'une même droite, quelle que soit la température. Les paramètres de Monkman Grant sont donc valables sur une large gamme de températures et de vitesses de déformation. Néanmoins, on constate que les vitesses de fluage minimales mesurées pour l'acier Grade 92 de l'étude sont légèrement plus basses que les autres données de la littérature sur des aciers Grade 92.

D'après ce graphique, les vitesses minimales de fluage de l'acier Grade 92 sont plus faibles que pour l'acier Grade 91. De nombreux auteurs ont déjà fait ce constat [Sklenička et al., 2003, Ennis and Czyska Filemonowicz, 2002].

2.3.2.4 Métal de base: évolutions microstructurales au cours du fluage

Au cours d'essais de fluage à des températures élevées (entre 500 et 700°C), la microstructure du métal de base et des différentes zones de la soudure évolue et les propriétés mécaniques se dégradent.

Sous l'effet de la température et de la déformation, les tailles de précipités peuvent croître.

Hald [Hald, 2008] illustre l'évolution de la taille des précipités d'un matériau P92 sollicité en fluage à 600°C (Figure 2-49 et Figure 2-50).

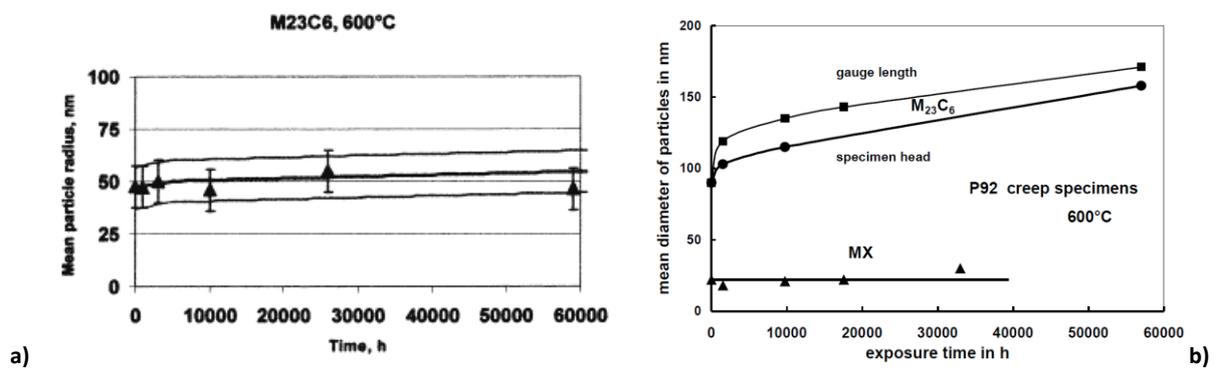


Figure 2-49 : Evolution du diamètre moyen des $M_{23}C_6$ en fonction du temps d'exposition en fluage à 600°C dans un acier Grade 92 [Hald, 2003, Ennis et Czyska-Filemonowicz, 2002, Czyska-Filemonowicz et al., 2006].

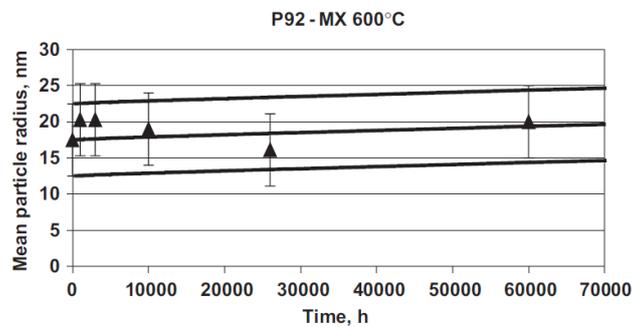


Figure 2-50 : Evolution du diamètre moyen des MX en fonction du temps d'exposition en fluage à 600°C dans un acier Grade 92 [Hald, 2008].

Les études réalisées par Hald montrent que, au cours du fluage à 600°C, la taille des $M_{23}C_6$ augmente légèrement [Hald, 2003]. Cette évolution n'est cependant pas significative d'après le graphique de la Figure 2-49 a). Une évolution d'environ 10 nm est observée, valeur relativement faible compte-tenu des incertitudes liées à la mesure. La vitesse de croissance des MX semble être quasi nulle [Hald, 2008].

Les travaux d'Ennis et al. [Ennis et al., 1997, 2000] (Tableau 2-21) sont en accord avec ceux de Hald.

Traitement thermique	Temps d'exposition en fluage (h)	Diamètre moyen des précipités $M_{23}C_6$ (nm)	Diamètre moyen des précipités MX (nm)
1070°C (2h)/ 775°C (2h)	1500	119 +/- 8	18 +/- 1
1070°C (2h)/ 775°C (2h)	10 000	125 +/- 10	21 +/- 1
1070°C (2h)/ 775°C (2h)	33 000	131 +/- 12	30 +/- 16

Tableau 2-21 : Evolution du diamètre moyen des précipités avec le temps d'exposition en fluage à 600°C [Ennis, Zielinska-Lipiec, 1997, 2000].

Le grossissement des $M_{23}C_6$ au cours d'une sollicitation en fluage est l'un des mécanismes de dégradation les plus importants [Hald, 2008, Cerri et al., 1998]. Le graphique de la Figure 2-49b) montre en outre que l'évolution des tailles de précipités est plus importante dans la partie utile de l'éprouvette que dans les têtes. L'application d'une contrainte semble donc favoriser le grossissement de ces carbures.

La croissance des $M_{23}C_6$ est contrôlée par le mécanisme de mûrissement d'Ostwald [Lee et al. 2006, Spigarelli, 2002]. La vitesse de grossissement des $M_{23}C_6$ est beaucoup plus grande aux abords des anciens joints de grains austénitiques qu'à l'intérieur des grains. Les $M_{23}C_6$ plus gros favorisent une restauration inhomogène de la microstructure. Le rôle majeur de ces précipités lors de sollicitations en fluage est d'épingler les joints de sous-grains et de limiter leur mouvement. Ils réduisent également les interactions entre les dislocations mobiles [Eggeler, 1989]. Lorsque les précipités grossissent, leur efficacité en tant qu'obstacles au mouvement des dislocations mobiles diminue et la restauration de dislocations en excès est facilitée [Hättestrand and Andren, 2001]. Leur grossissement entraîne alors une augmentation de la taille des sous-grains et une diminution de la densité de dislocations [Ennis et al. 1997, 2003, Cerri et al. 1998, Abe et al., 2007, Shen et al., 2009]. Ces changements microstructuraux occasionnent une diminution de la résistance à la déformation en fluage [Pešička et al., 2003, Abe., 1997].

Abe et al. [Abe et al 2004] ont observé l'effet du bore sur l'évolution de précipités $M_{23}C_6$. Ils ont montré que le bore réduit l'effet de la vitesse du phénomène de mûrissement d'Ostwald, au cours du fluage à 650°C et ainsi stabilisent les précipités. Le bore ralentit la croissance des précipités $M_{23}C_6$.

La taille moyenne des précipités MX n'évolue pas de manière significative, et compte-tenu des incertitudes de mesures, l'évolution est considérée comme négligeable [Cerjak et al., 1999].

Au cours de sollicitations en fluage, de nouvelles réactions de précipitation se produisent. Des phases de Laves $(Fe, Cr)_2(Mo, W)$ apparaissent rapidement dans la structure pour des sollicitations à 600 et 650°C. [Ennis et al., 1997, Hald, 2008]. La précipitation des phases de Laves entraîne une diminution de la quantité de W et de Mo présente en solution solide, entraînant donc une diminution de la tenue en fluage.

Ennis et al. [Ennis et al., 1997] ont montré que les phases de Laves peuvent également contribuer au durcissement structural, si leurs dimensions sont faibles et si leur répartition est homogène. Leur présence aux frontières des sous-grains peut contribuer au renforcement en fluage en limitant la

déformation des grains et des sous-grains, ce qui compense la perte de durcissement structural par solution solide.

Abe [Abe et al., 2001] a montré que la précipitation des phases de Laves diminue la vitesse de fluage secondaire jusqu'à la phase de croissance et de coalescence. A partir de ce moment, la vitesse de fluage secondaire augmente à nouveau. Les grosses particules de phases de Laves favorisent la formation de cavités au cours de la déformation en fluage.

Les phases de Laves grossissent au cours de l'exposition en fluage à ces températures (Figure 2-51). Lee et al., [Lee et al., 2006] divisent l'évolution des phases de Laves en deux stades : le stade F désigne la germination et le croissance des particules, alors que le stade C désigne la coalescence.

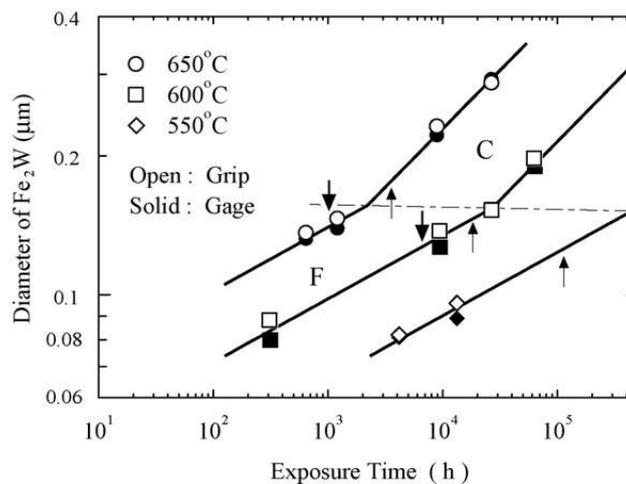


Figure 2-51 : Evolution de la taille moyenne des phases de Laves au cours du fluage à différentes températures [Lee et al., 2006].

D'après l'étude de Lee et al., 2006 (Figure 2-51), les phases de Laves apparaissent au cours du fluage à 550°C d'un acier Grade 92 pour des temps d'exposition longs (environ 4000h). Les observations réalisées dans le cadre de la présente étude sur l'acier Grade 92 non détensionné, comme sur les différentes zones du joint soudé n'ont pas révélé la présence de telles phases pour ces durées de vie.

Au cours du premier stade de fluage, la microstructure est stable. On assiste au déplacement et à l'annihilation des dislocations. Les mécanismes de durcissement de la structure sont efficaces. La vitesse de déformation en fluage diminue.

La principale évolution microstructurale dans la zone de fluage transitoire est le réarrangement des dislocations en excès vers les frontières de lattes et la migration des frontières. Ces évolutions entraînent le grossissement des lattes et sont à l'origine la structure en sous-grains de forme équiaxe. La vitesse de fluage augmente fortement.

D'après la Figure 2-52, au cours d'une exposition au fluage à haute température, on observe que la densité de dislocations diminue jusqu'à une valeur limite et la taille des sous-grains augmente.