

Caractérisation microstructurale de la zone intercritique

3.3.1 Caractérisation à l'échelle du bloc de lattes

Dans la suite de l'étude, l'ICHAZ sera appelée zone adoucie. Nous verrons par la suite que la température maximale subie par la zone adoucie au cours du cycle de soudage se situe effectivement dans le domaine intercritique.

Cette partie présente une étude comparative quantitative des microstructures de la zone adoucie et du métal de base détensionné à l'échelle du bloc de lattes. L'objectif est de caractériser la microstructure de la zone adoucie et plus particulièrement de déterminer les différences microstructurales entre les deux zones afin d'interpréter les différences de propriétés en fluage. La caractérisation s'est basée sur des cartographies EBSD.

Quatre cartographies EBSD de la zone adoucie ont été réalisées pour caractériser les blocs de lattes. Leurs caractéristiques sont données dans le Tableau 3-4. Les cartographies de la zone adoucie sont repérées sur la cartographie de dureté du joint soudé, Figure 3-16.

Zone	Nom de la cartographie	Pas d'analyse (nm) (grille carrée)	Dimensions de la cartographie ($\mu\text{m}\times\mu\text{m}$)	% de pixels non indexés
Zone adoucie	ZA1	150	165,6×159,6	5,4
	ZA2	150	134,85×135,75	13,0
	ZA3	150	163,65×102,15	3,0
	ZA4	150	156,75×124,8	5,8

Tableau 3-4 : cartographies réalisées dans la zone adoucie du joint soudé avec produit d'apport Thermanit MTS 616.

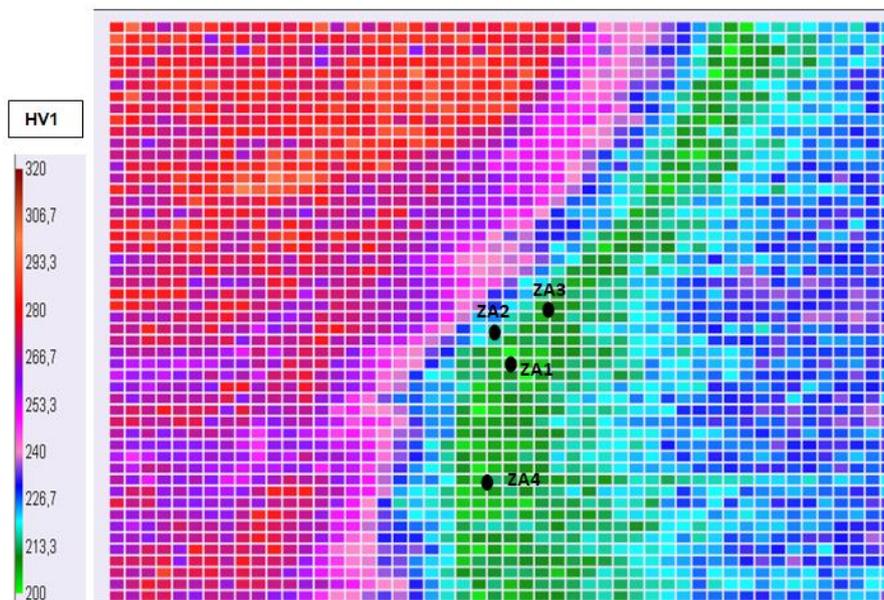


Figure 3-16 : cartographie de dureté du joint soudé avec produit d'apport Thermanit MTS 616. Les points noirs indiquent l'endroit où les cartographies EBSD ont été réalisées.

Les Figure 3-17 à 3.20 présentent les différentes cartographies réalisées dans la zone adoucie. Les caractéristiques de ces cartographies, la procédure d'acquisition et la méthode de dépouillement sont identiques à celles utilisées pour le métal de base et décrite dans le chapitre 2.2.1.1. De la même manière que pour la caractérisation microstructurale du métal de base, pour chaque zone sont données les cartographies en IPF (orientation de la direction circonférentielle du tube (axe du cordon) dans le triangle standard du cristal de structure cubique centrée), en angles d'Euler et en contraste de bandes. Les cartographies des désorientations des grains et les figures de pôles sont également présentées.

La surface de la cartographie ZA1 (Figure 3-17) présente des rayures. Ces zones ont été mal indexées et ont fait l'objet d'un traitement particulier dans l'étape de reconstruction. Elles apparaissent en blanc sur les cartographies. La présence de ces défauts ne modifie probablement pas les distributions de tailles de grains obtenues. Par conséquent, cette cartographie a été gardée dans la base de données analysée.

D'après ces cartographies et les cartographies faites dans le métal de base, aucune différence notable de morphologie des blocs entre les deux zones n'est constatée. On observe une morphologie en lattes, caractéristique de la microstructure martensitique.

La cartographie ZA2 semble présenter une morphologie légèrement différente, des blocs plus « arrondis ». Cela est lié au remplissage des points non indexés, estimés à 13% du nombre total de points. Le nombre de points non indexés est relativement élevé par rapport à la plupart des autres cartographies. Cette cartographie a toutefois été conservée pour l'étude statistique des tailles de blocs.

Certaines cartographies ne présentent pas de texture particulière. Cependant, les figures de pôles des cartographies ZA2 et ZA3 présentent des ensembles de maxima. Ces deux cartographies contiennent peu d'anciens grains austénitiques. Les maxima apparaissent du fait des relations d'orientation entre l'austénite et la martensite mais ne sont probablement pas représentatifs de l'ensemble de la texture de la zone adoucie.

Les cartographies des désorientations aux joints (avec seuil bas à 5°) révèlent une prépondérance des joints désorientés de plus de 40°, comme le prévoit la relation G-T.

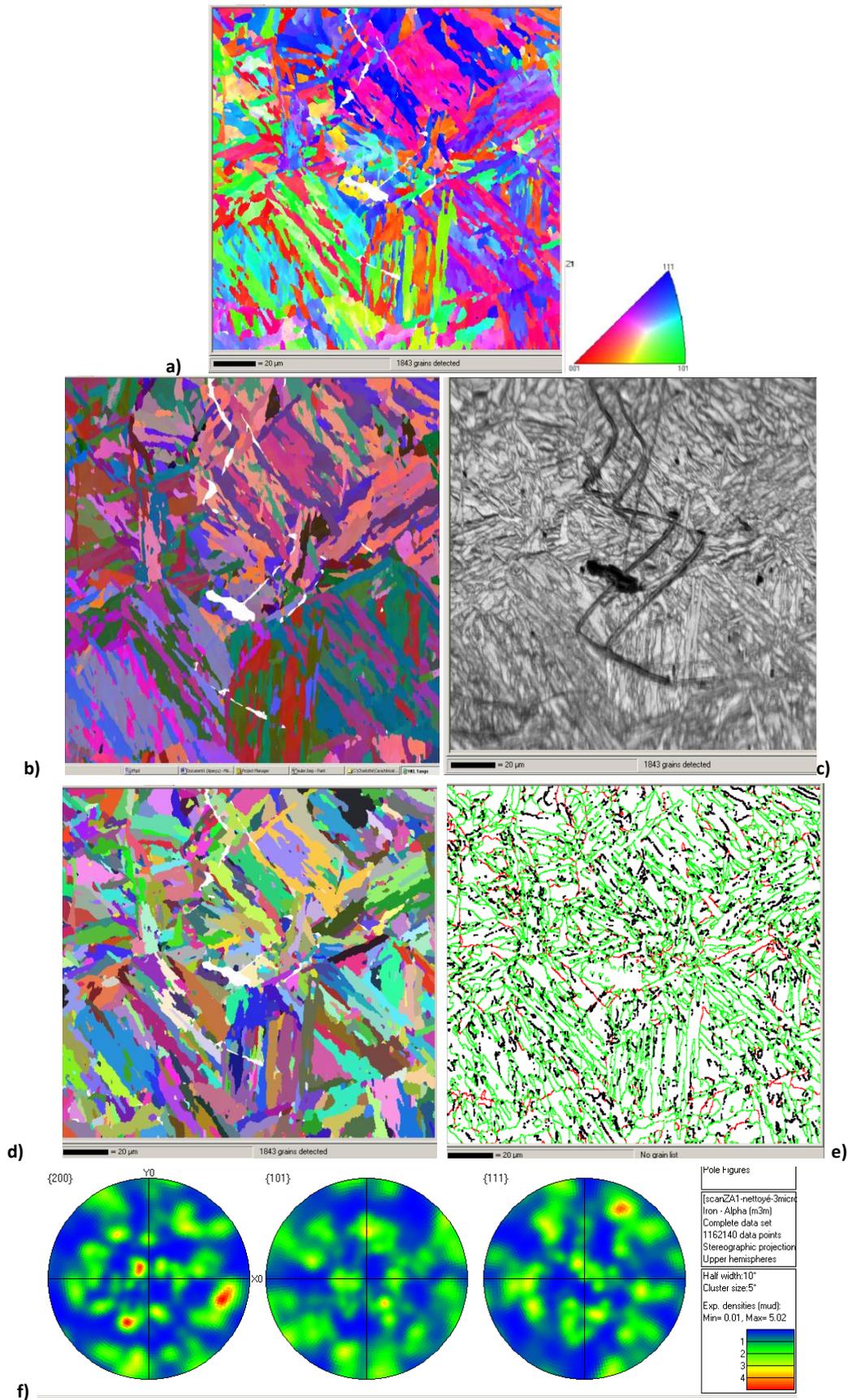
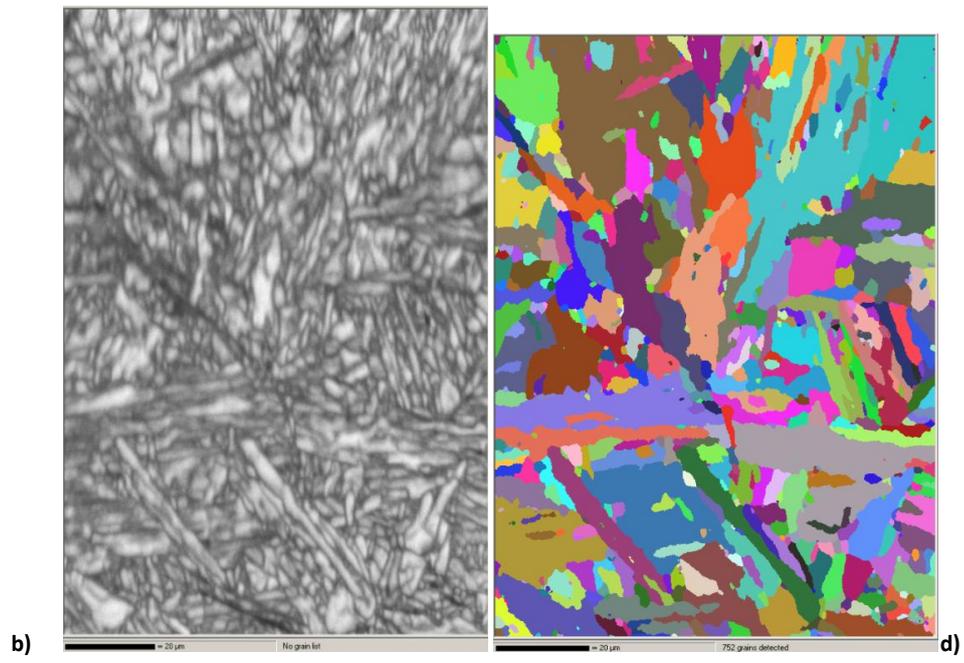
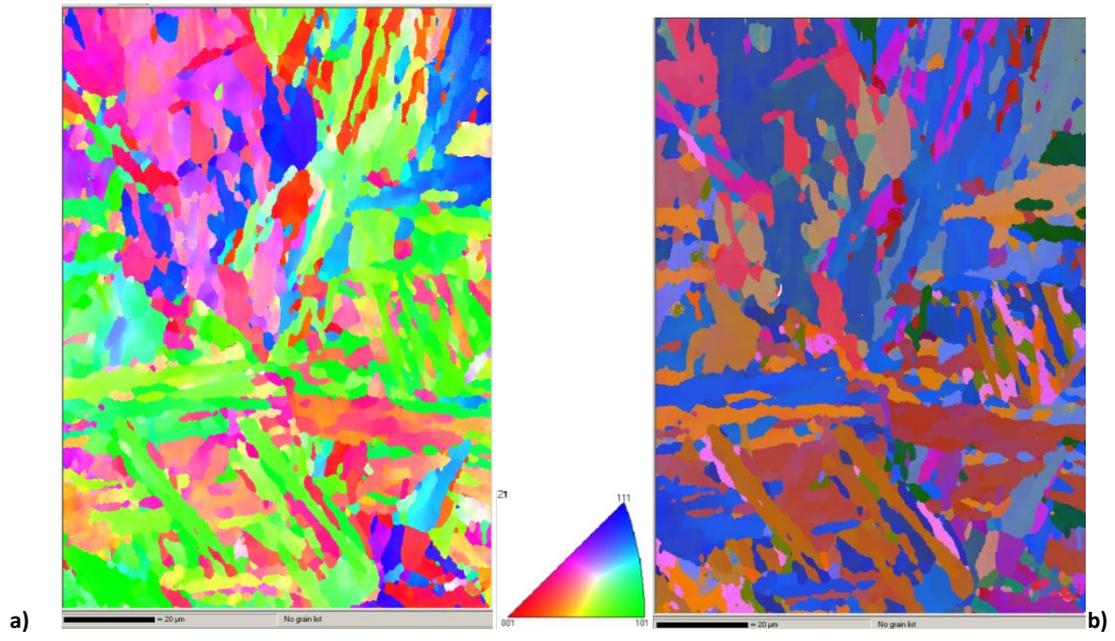


Figure 3-17 : cartographies de ZA1 : a) en IPF, b) en angles d'Euler et en c) contraste de bande. d) Cartographie des grains détectés en couleurs aléatoires. e) Cartographies des joints désorientés de plus de 5° (en noir), 10° (en rouge) et 40° (en vert). f) Trois projections stéréographiques en isodensité.



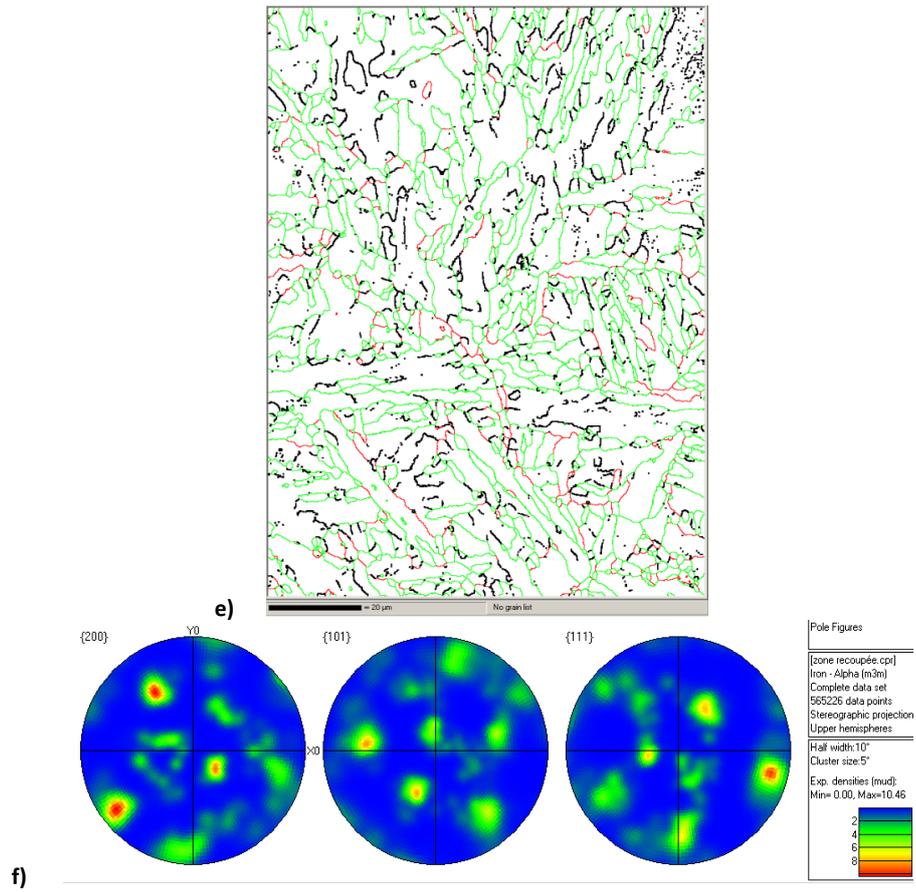
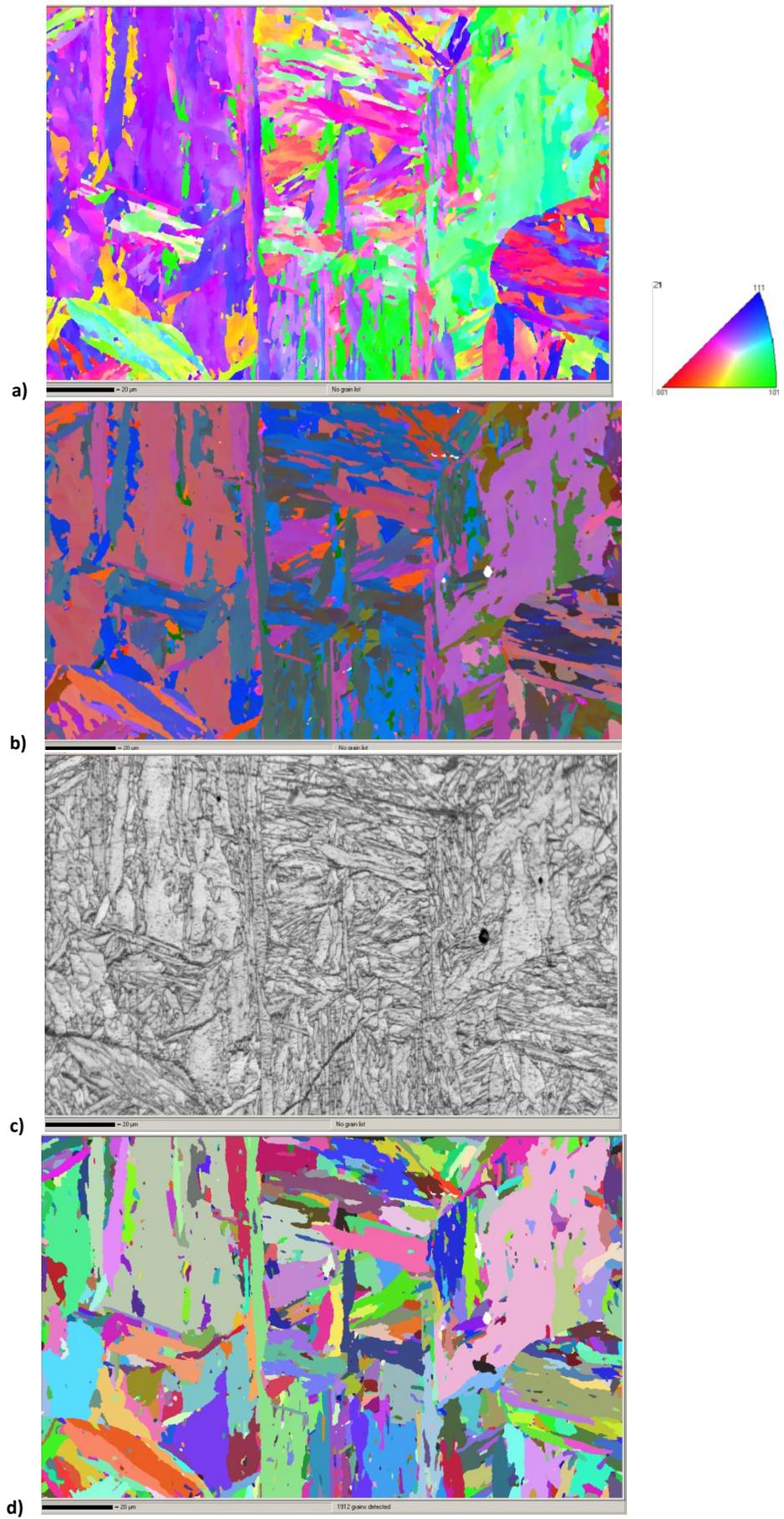


Figure 3-18 : cartographies de ZA2 : a) en IPF, b) en angles d'Euler et en c) contraste de bande. d) Cartographie des grains détectés en couleurs aléatoires. e) Cartographies des joints désorientés de plus de 5° (en noir), 10° (en rouge) et 40° (en vert). f) Trois projections stéréographiques en isodensité.



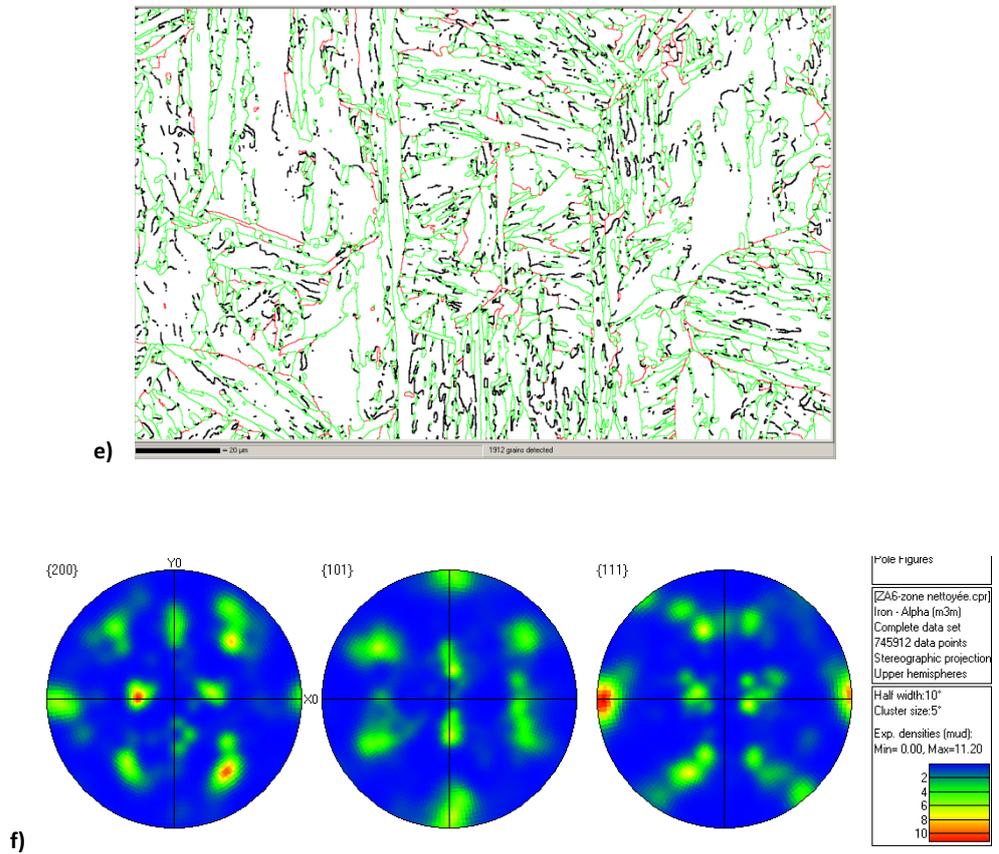


Figure 3-19 : cartographies de ZA3 : a) en IPF, b) en angles d'Euler et en c) contraste de bande. d) Cartographie des grains détectés en couleurs aléatoires. e) Cartographies des joints désorientés de plus de 5° (en noir), 10° (en rouge) et 40° (en vert). f) Trois projections stéréographiques en isodensité.

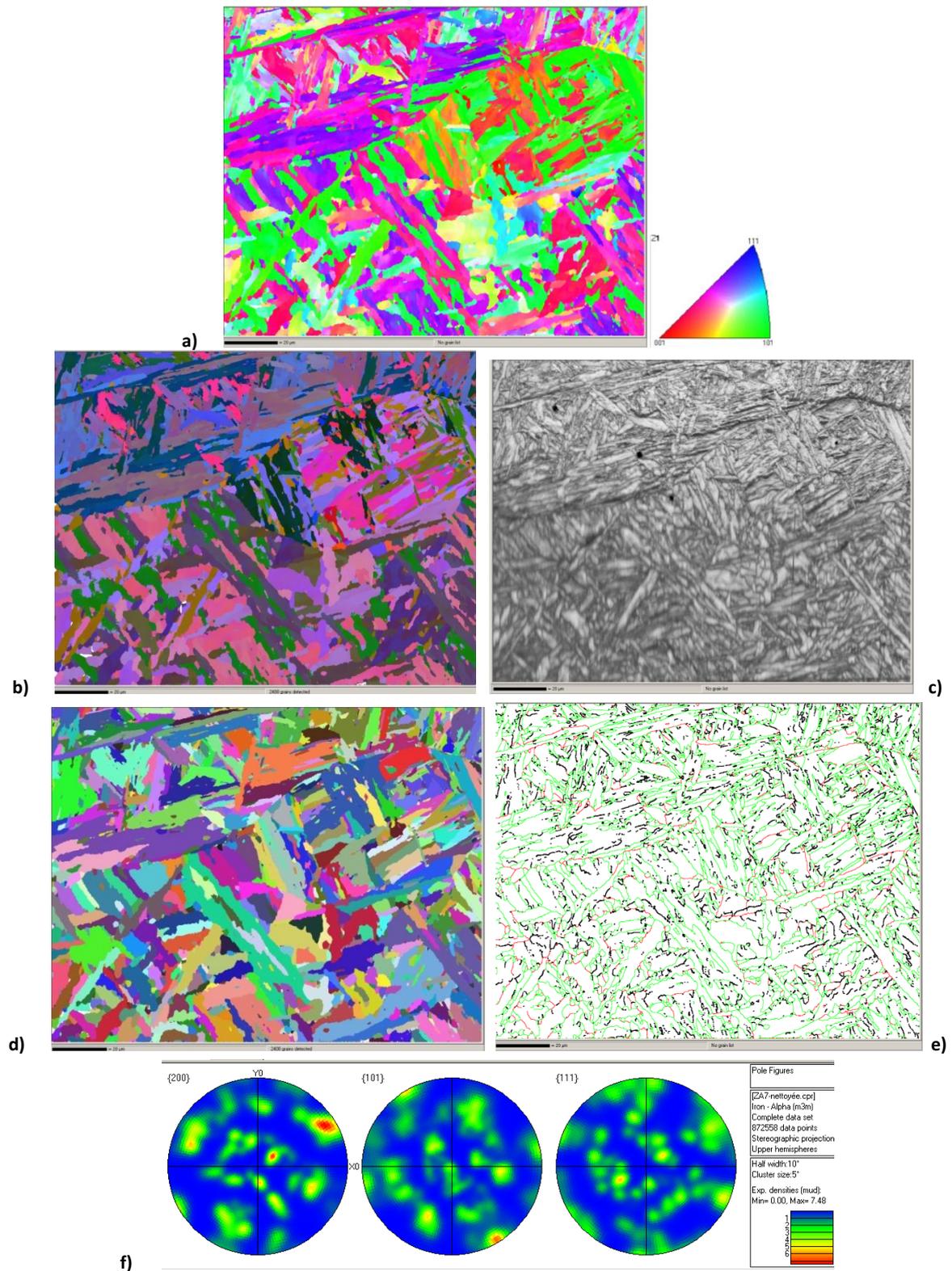


Figure 3-20 : cartographies de ZA4 : a) en IPF, b) en angles d'Euler et en c) contraste de bande. d) Cartographie des grains détectés en couleurs aléatoires. e) Cartographies des joints désorientés de plus de 5° (en noir), 10° (en rouge) et 40° (en vert). f) Trois projections stéréographiques en isodensité.

3.3.1.1 Etude des distributions de taille de blocs dans la zone adoucie

Les distributions de tailles de blocs de la zone adoucie, mesurées par la méthode des « intercepts » horizontaux sur les quatre cartographies, sont comparées sur la Figure 3-21. Les courbes tracées correspondent aux fonctions de distributions cumulées. La série de l'ensemble des données concaténées a également été tracée, et appelée par la suite ZA-total.

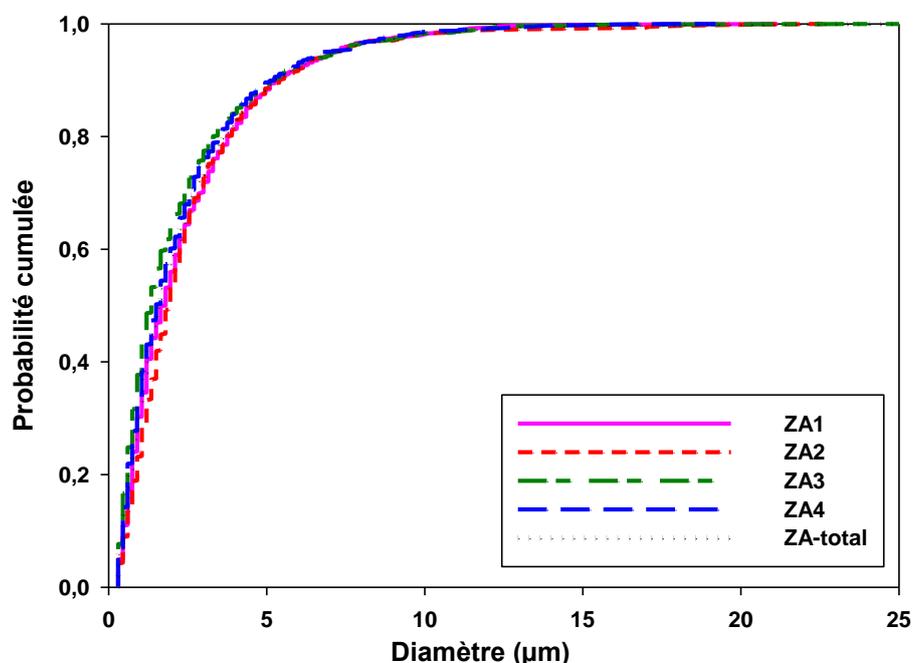


Figure 3-21 : distributions des tailles de blocs mesurées sur les quatre cartographies de la zone adoucie, comparées avec la distribution de la série ZA-total.

Les cinq distributions sont très proches les unes des autres. L'absence d'effet apparent d'échantillonnage d'une cartographie à l'autre suggère que ces cartographies seraient de dimensions suffisamment grandes pour décrire d'une manière représentative la distribution des tailles de grains dans la zone adoucie.

Les paramètres statistiques des séries de données de tailles de blocs de la zone adoucie, évaluées par la méthode des « intercepts », sont donnés dans le Tableau 3-5.

Cartographies	Nombre de blocs mesurés	Moyenne (µm)	Ecart-type (µm)	Coefficient d'asymétrie	Valeurs minimales/ maximales (µm)
ZA1	1110	2,5	2,4	2,3	0,3/21,2
ZA2	575	2,6	2,6	3,1	0,3/22,7
ZA3	1003	2,2	2,5	2,8	0,3/25,2
ZA4	1318	2,3	2,3	2,4	0,3/19,2
ZA-total	4006	2,4	2,4	2,6	0,33/25,2

Tableau 3-5 : différents paramètres statistiques évalués pour chaque série de données de tailles de blocs de la zone adoucie.

On constate que les moyennes et les écarts-types de chaque série de données sont très proches, ce qui suggère des allures de distributions analogues.

Les coefficients d'asymétrie sont tous positifs. Des tailles de grains élevées, très supérieures à la moyenne sont donc mesurées. Ce résultat est confirmé par les valeurs des bornes supérieures, nettement plus grandes que les valeurs moyennes additionnées de l'écart-type.

Comme cela a été évoqué dans la partie où la caractérisation microstructurale du métal de base est présentée, des tests statistiques ont été réalisées afin d'évaluer l'adéquation entre les distributions. La fiabilité de ces tests pour l'étude de distributions de tailles d'entités microstructurales est mise en doute. Les résultats de ces tests sont donc reportés en annexe.

Pour la suite de l'étude, la série ZA-total est choisie comme distribution de référence des tailles de blocs dans la zone adoucie.

Comparaison des distributions dans le métal de base détensionné et dans la zone adoucie

Les deux distributions expérimentales de tailles de blocs dans les deux zones, ZA-total et MB-total, sont représentées en probabilités cumulées sur le graphique de la Figure 3-22.

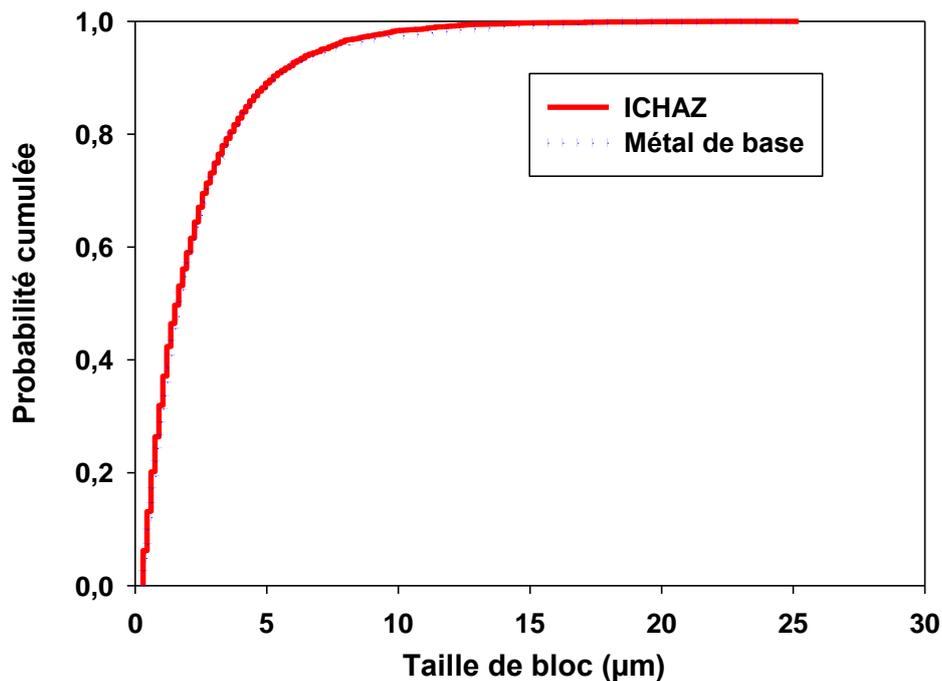


Figure 3-22 : distribution des données de MB-total comparée avec la distribution de la série ZA-total.

Les deux distributions sont très proches, pratiquement superposées au vu de la Figure 3-22. On peut en déduire que les distributions des tailles de blocs dans ces deux zones sont identiques.

3.3.1.3 Tailles de blocs : conclusions

A travers cette première partie de l'étude, différents constats ont été faits.

La représentativité des distributions de tailles de blocs dans la zone adoucie a été établie. La plupart des cartographies réalisées sont de tailles suffisamment grandes et fournissent un échantillonnage représentatif des distributions de tailles de blocs dans la zone adoucie. Les figures de

pôles de ZA1 et ZA4 ne présentent pas de texture particulière, à l'inverse des cartographies ZA2 et ZA3, ce qui montre que ZA2 et ZA3 contiennent peu d'anciens grains austénitiques. Ce constat suggère que pour obtenir une distribution de tailles de blocs représentative, il n'est pas nécessaire que la cartographie comporte beaucoup d'anciens grains austénitiques. Afin de disposer d'une distribution représentative de la texture du matériau, il est toutefois essentiel que la cartographie ne présente pas une orientation morphologique préférentielle et donc qu'elle comporte plus d'un grain austénitique.

Les distributions de tailles de blocs dans le métal de base et dans la zone adoucie, mesurées à l'aide de la méthode des « intercepts », ont été comparées. L'étude n'a pas révélé de différences significatives entre les deux distributions, malgré le passage par la phase austénitique. Les tailles moyennes de blocs dans le métal de base et dans la zone adoucie obtenues expérimentalement, sont respectivement de 2,5 μm et 2,38 μm .

3.3.1.4 Etudes des distributions de facteur de forme

Les distributions des données de facteurs de forme dans la zone adoucie ont également été comparées entre elles, ainsi qu'avec la série des données assemblées, ZA-total (Figure 3-23).

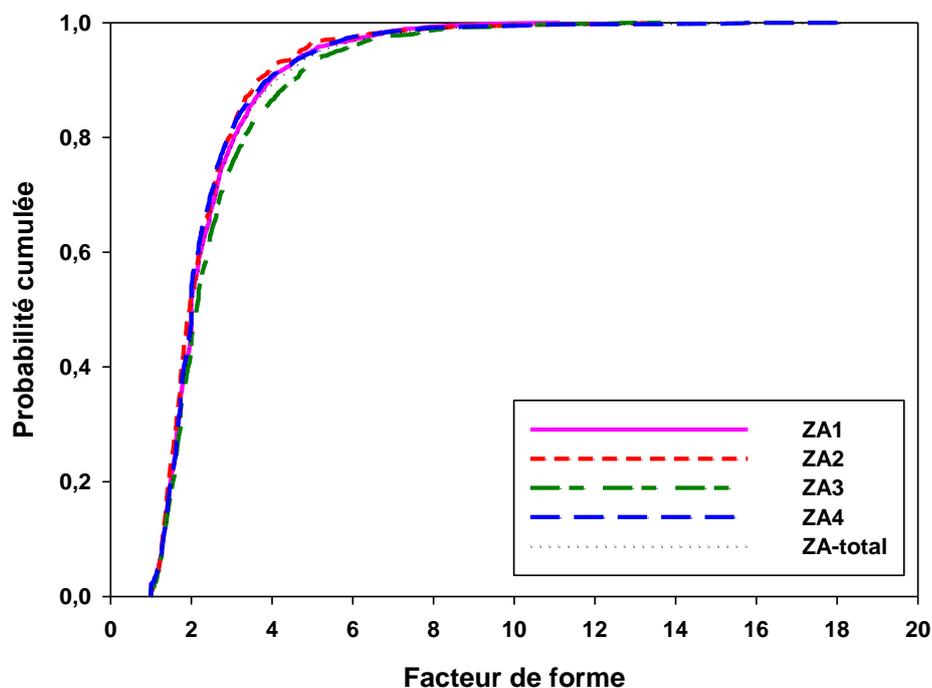


Figure 3-23 : distributions des facteurs de forme mesurées sur les quatre cartographies de la zone adoucie, comparées avec la distribution de la série ZA-total.

Les courbes sont très proches. Les distributions semblent à première vue représentatives d'une même distribution de probabilité de facteurs de forme en zone adoucie.

Les moyennes et écarts-types de ces cinq distributions sont également très proches (Tableau 3-6).

Cartographies	Nombre de blocs mesurés	Moyenne	Ecart-type	Coefficient d'asymétrie	Valeurs minimales/ maximales
ZA1	2131	2,4	1,3	2,3	1/11,1
ZA2	732	2,4	1,4	3,4	1/13,5
ZA3	1892	2,6	1,5	2,4	1/13,7
ZA4	2357	2,4	1,5	3,8	1/18,2
ZA-total	7112	2,5	1,4	2,9	1/18,2

Tableau 3-6 : données statistiques obtenues à partir des séries de données de facteurs de forme de la zone adoucie.

Les valeurs positives des coefficients d'asymétrie indiquent que les distributions présentent des valeurs de facteurs de forme relativement élevées.

Les résultats des tests statistiques sont présentés en annexe.

La série ZA-total semble assez grande pour décrire les distributions de facteurs de forme en zone adoucie sans effet d'échantillonnage, du moins si l'on considère que la zone adoucie est « homogène » à l'échelle de quelques centaines de micromètres. Elle est utilisée par la suite comme distribution de référence pour représenter la répartition des facteurs de forme dans la zone adoucie.

Les distributions de référence des deux zones sont ensuite comparées (Figure 3-24).

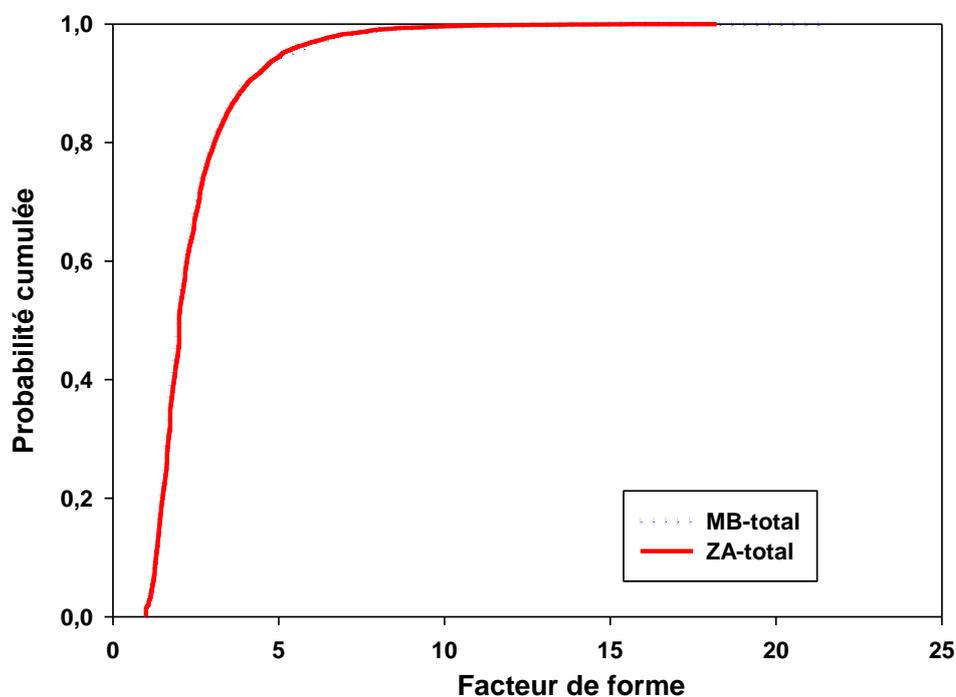


Figure 3-24 : distributions des facteurs de forme des séries de données de référence MB-total et ZA-total.

Les courbes sont pratiquement superposées. Ce constat indique que les deux zones possèdent des géométries de blocs obéissant à la même distribution statistique de facteurs de forme.

Dans cette deuxième partie de l'étude, la représentativité des distributions de facteurs de forme dans la zone adoucie a été établie. Les cartographies sont suffisamment étendues pour être représentatives des distributions facteurs de forme dans les zones étudiées.

L'étude comparative appliquée aux distributions des données de facteurs de forme concaténées n'a pas permis de mettre en avant de différences évidentes entre ces distributions. Les géométries de blocs des deux zones sont similaires. Les blocs sont légèrement allongés (facteur de forme moyen de 2,4 environ), sur ces vues en deux dimensions.

3.3.1.5 Etude des désorientations

Les distributions des désorientations entre les deux zones, métal de base et zone adoucie, ont été comparées afin de déterminer s'il existait des différences dans l'agencement des blocs de lattes ou dans la densité de sous-joints. Ces deux paramètres sont en effet aisément représentables, de manière automatisée, via les histogrammes de désorientation entre pixels d'une cartographie par EBSD.

En premier lieu, les désorientations corrélées (entre pixels adjacents) ont été considérées.

Les distributions des désorientations dans la zone adoucie sont présentées sur la Figure 3-25. De même que pour les distributions de désorientations dans le métal de base présentées dans la partie 2.2.1.5, les courbes correspondent à l'enveloppe des histogrammes des désorientations, d'une largeur de classe de 1°. Les données traitées ont été seuillées à une désorientation minimale de 2°.

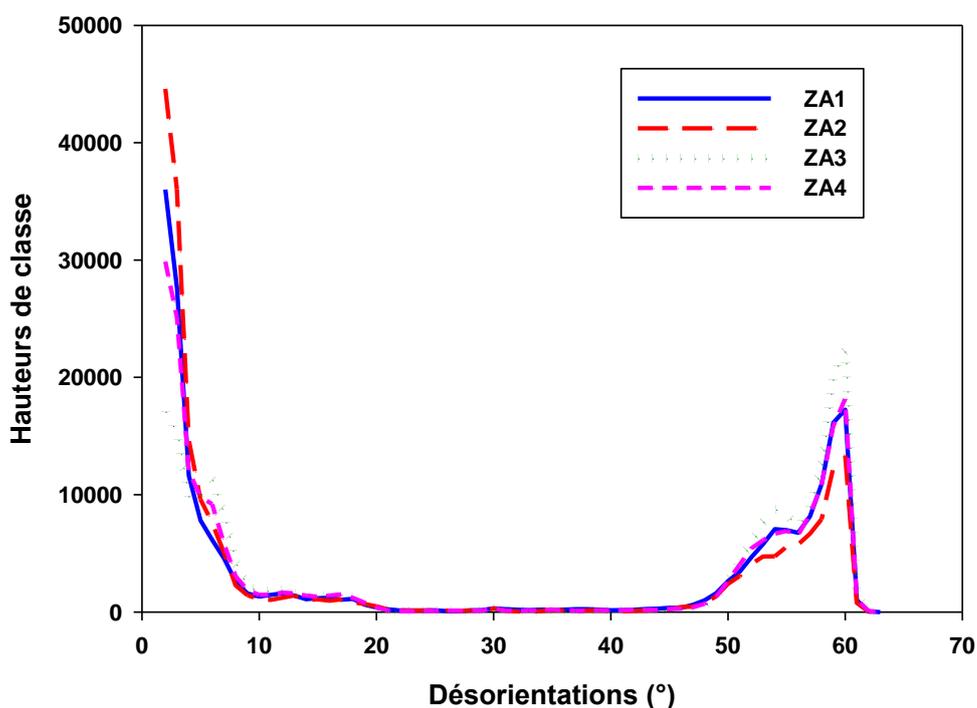


Figure 3-25 : distribution des désorientations corrélées mesurées sur les quatre cartographies de la zone adoucie.

De même que pour l'étude faite dans le métal de base, les hauteurs de classe ont préalablement été pondérées par le rapport entre le nombre de données de la cartographie considérée et le nombre de données de la plus grande cartographie (en l'occurrence ZA1).

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

Ces distributions sont donc représentatives de la distribution des désorientations dans la zone adoucie. Les séries des données de désorientations ont été concaténées et la série de données résultante, considérée comme distribution de référence dans la zone adoucie, est encore appelée ZA-total.

Les distributions de référence du métal de base et de la zone adoucie, ont été comparées entre elles (Figure 3-26).

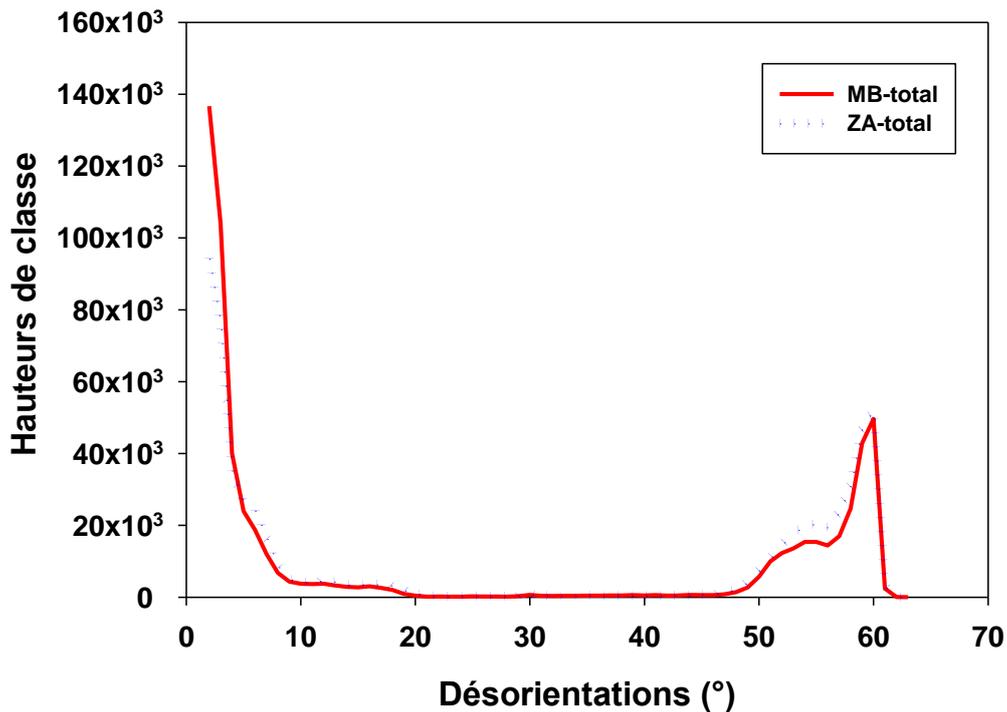


Figure 3-26 : distributions des désorientations corrélées des deux séries de données MB-total et ZA-total.

Aucune différence significative n'est observable entre ces deux distributions. On observe des pics de désorientations identiques : un grand nombre de désorientations inférieures à 5° (ce nombre variant fortement d'une cartographie à l'autre, les écarts ne sont pas considérés comme significatifs), et des pics autour de 55° et 60°. Ces derniers sont en accord avec les désorientations prédites par la relation d'orientation de Greninger-Troiano (GT).

Les désorientations non corrélées (entre tous les pixels) entre les deux zones ont également été comparées.

Les distributions obtenues pour toutes les cartographies de la microstructure de la zone adoucie ont été concaténées et la distribution résultante est appelée ZA-total. Les distributions complètes, appelées MB-total et ZA-total, sont comparées sur le graphique de la Figure 2-18.

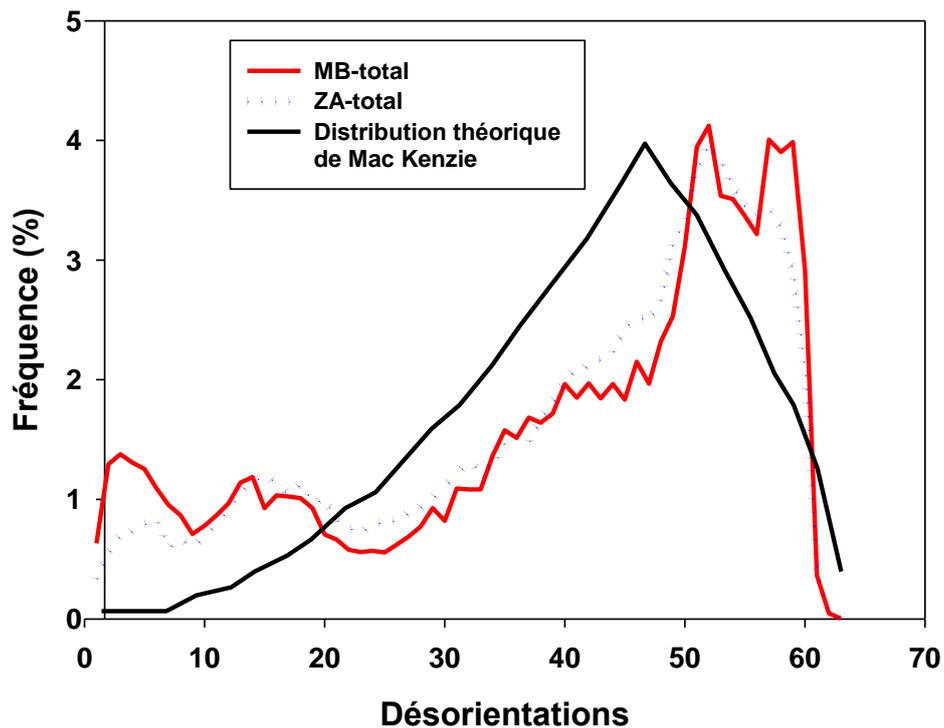


Figure 3-27 : distributions des désorientations non corrélées des deux séries de données MB-total et ZA-total, comparées à la distribution théorique de Mackenzie [MacKenzie, 1985].

Aucune différence notable n'est constatée entre ces deux distributions.

De même que la distribution des désorientations entre blocs dans le métal de base, la distribution des désorientations entre blocs dans la zone adoucie ne suit pas la distribution théorique établie par Mac Kenzie [MacKenzie, 1985]. Les distributions présentent un certain nombre de sous-joints et un maximum de désorientations situé vers 55-60°.

3.3.1.6 Discussion

Cette étude quantitative a révélé qu'il n'y avait pas de différences significatives de tailles et de facteurs de forme de blocs entre le métal de base et la zone adoucie.

Au cours de l'opération de soudage, la zone adoucie ou zone intercritique (ICHAZ) a subi des températures maximales comprises (pour la vitesse de chauffage considérée) entre Ac_1 et Ac_3 . Ainsi, cette zone a été partiellement réausténitisée.

La zone à petits grains (FGHAZ), située à proximité de la zone adoucie, a été complètement réausténitisée au cours du soudage mais à des températures légèrement au dessus de Ac_3 et pendant un temps très court. Cette zone ne fissurera pas au cours d'essais de fluage à 550°C et ne fait donc pas l'objet de notre étude. Néanmoins, au cours du soudage, l'ICHAZ et la FGHAZ ont subi des températures maximales proches pendant une durée identique. Ainsi, on peut supposer que les tailles d'anciens grains austénitiques sont du même ordre de grandeur, ou du moins que les anciens grains austénitiques dit « de soudage » (c'est-à-dire formés au cours du soudage) de l'ICHAZ sont de taille inférieure à celle des anciens grains formés dans la FGHAZ.

Le faible temps de maintien en température et la présence d'anciens précipités non dissous limitent la croissance des nouveaux grains austénitiques formés dans ces deux zones [Laha et al., 1994, Gaffard, 2005].

Comme cela a été évoqué précédemment, la taille des anciens grains austénitiques du matériau de l'étude est estimée visuellement à environ 40 μm avec une dispersion importante. Ennis et ses collègues [Ennis et al., 1997] ont estimé la taille moyenne d'un ancien grain austénitique dans un acier P92 à environ 22 μm après 2h d'austénitisation à 1070°C.

Les différences de tailles moyennes entre les anciens grains austénitiques du métal de base et ceux nouvellement formés dans la zone adoucie, ne semblent pas suffisamment grandes pour modifier significativement les distributions de tailles de blocs dans la zone adoucie. Elle pourrait en revanche abaisser la taille d'une cartographie « statistiquement représentative » de la zone adoucie par rapport à celle du métal de base.

Les similitudes entre ces deux zones sont également très probablement liées à un autre phénomène, appelé « effet mémoire de l'austénite ». Du fait de la microtexture du métal de base, il existe très probablement un effet « mémoire » des anciens grains austénitiques du métal de base, qui rendrait l'orientation des grains austénitiques « de soudage » non aléatoire.

Grâce à des observations in situ, Liu et al. [Liu et al., 2010] ont pu observer ce phénomène sur un acier martensitique 13Cr-5Ni et proposent un mécanisme pour tenter de l'expliquer. L'effet « mémoire » de l'austénite se produit au cours des transformations de réversion. Liu et al. suggèrent que cet effet est lié à la formation d'une interface cohérente entre les « nouveaux » grains austénite formés au cours du chauffage et les lattes de martensite faiblement désorientées. La présence d'une interface cohérente limiterait le nombre de directions d'orientations possibles des nouvelles phases austénitiques, dont la croissance va ainsi être orientée dans la direction des grains austénitiques initiaux. Au cours du refroidissement, les paquets de martensite existants, déjà en relation d'orientation avec cette austénite de « soudage », vont croître de manière à retrouver leur géométrie initiale.

A l'extrême, il est également probable que les grains austénitiques « de soudage » soient proches (en termes d'orientation cristalline en un lieu donné) des anciens grains austénitiques du métal de

base. La microtexture de la zone adoucie formée après transformation martensitique serait alors très proche de celle du métal de base.

3.3.1.7 Conclusions

Le métal de base et la zone adoucie ont été comparés à travers l'étude de cartographies EBSD, en termes de distributions de tailles, de facteurs et de désorientations entre les blocs. Ces premiers résultats nous ont permis de caractériser quantitativement la microtexture en zone adoucie, dans l'optique de reproduire cette microstructure, ainsi que de comparer (toujours quantitativement) les microtextures du métal de base et de la zone adoucie.

Une méthodologie de dépouillement de ces cartographies a été mise en place afin d'une part de déterminer la méthode de mesure la plus représentative des distributions de tailles de blocs, et d'autre part pour comparer les deux microstructures. Cette méthodologie s'appuie sur des observations, sur des données qualitatives et quantitatives.

La nature log-normale des distributions de tailles de blocs a été vérifiée dans le métal de base, bien que ces « grains », issus de microstructures de trempe, se soient formés par des mécanismes très différents de ceux des transformations de phase diffusionnelles.

La taille moyenne d'un bloc en zone adoucie a été évaluée à 2,38 μm et le facteur de forme moyen à 2,4.

Aucune différence notable n'a été révélée entre les microstructures du métal de base et de la zone adoucie à l'échelle du bloc de lattes, que ce soit pour la taille et la forme des blocs ou pour les distributions de désorientations cristallines.

Du fait que la résistance au fluage du métal de base et de la zone adoucie sont très différentes et que la microtexture de ces deux zones semblent indiscernables à l'échelle de l'EBSD au microscope électronique à balayage, la caractérisation microstructurale doit être poursuivie à une échelle plus fine, celle du sous-grain de martensite. Des outils tels que la microscopie électronique en transmission doivent donc impérativement être utilisés dans cette optique.

3.3.2 Etude de la matrice dans la zone adoucie à l'échelle de la latte de martensite

La sous-structure de la zone adoucie est présentée sur les micrographies de la Figure 3-28. Les clichés ont été faits sur deux lames différentes.

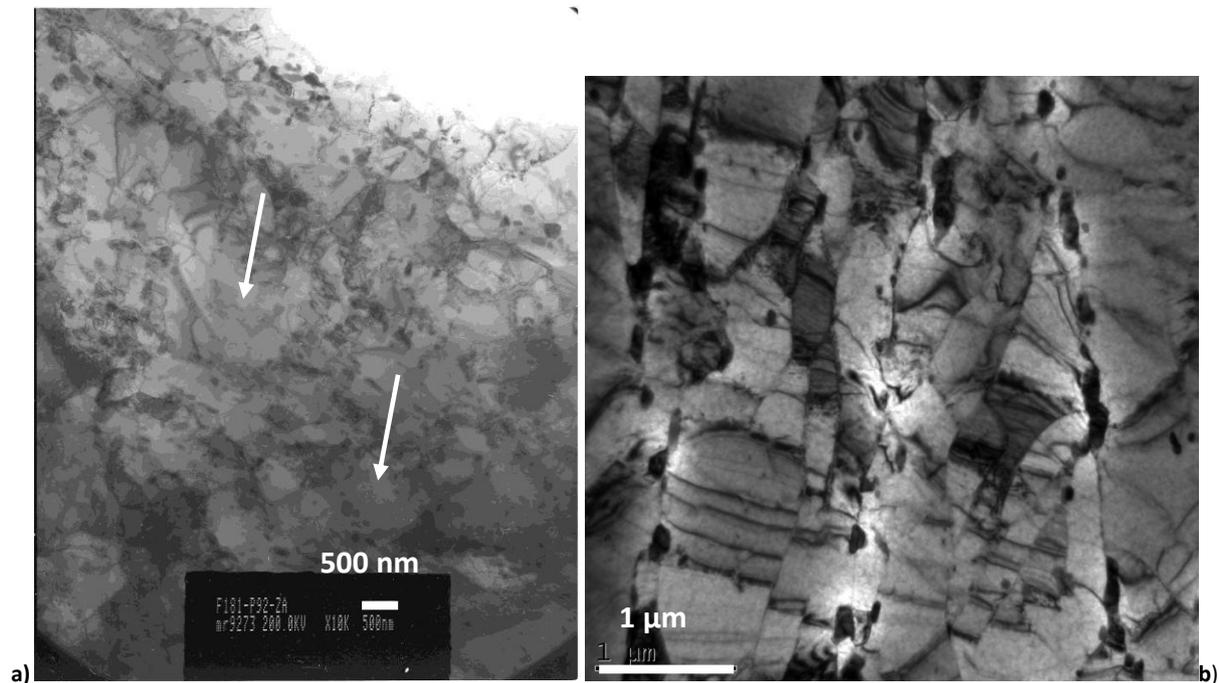


Figure 3-28 : clichés en champ clair de la zone adoucie, pris dans deux zones différentes.

La micrographie de la Figure 3-28 a) révèle certains sous-grains plus larges, indiqués par une flèche sur le cliché.

La taille moyenne de sous-grains dans la zone adoucie a été mesurée sur 515 sous-grains. La procédure de mesure est la même que celle utilisée pour le métal de base. Elle vaut environ $0,39 \mu\text{m}$ (l'écart-type vaut $0,18 \mu\text{m}$).

Cette valeur est du même ordre de grandeur que la moyenne de tailles de sous-grains dans le métal de base loin de la ligne de fusion ($0,45 \mu\text{m}$).

Les distributions de tailles de sous-grains dans la zone adoucie, le métal de base et dans le métal de base près de la ligne de fusion (TMAZ) sont comparées sur la Figure 3-29.

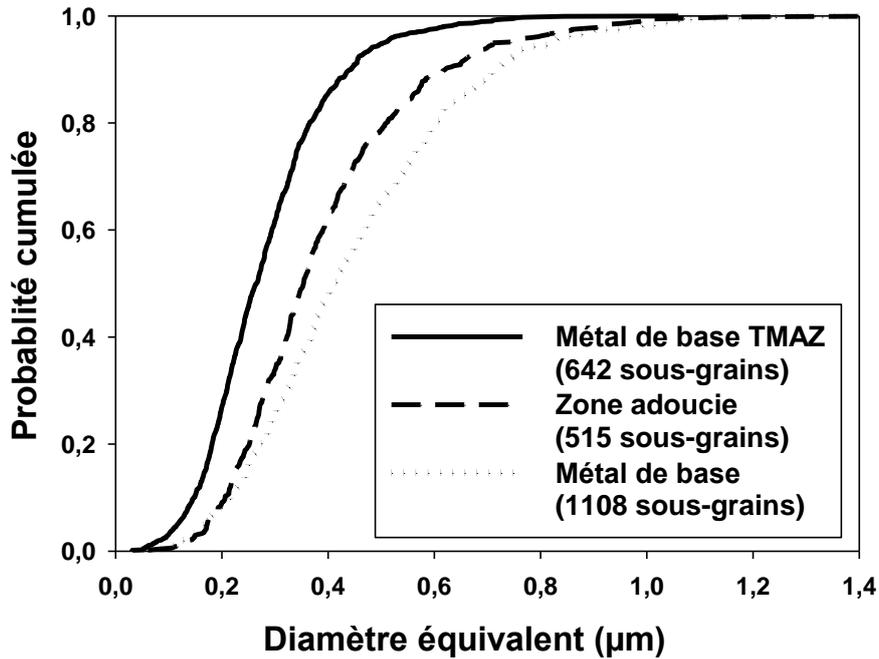


Figure 3-29 : distributions des tailles de sous-grains dans le métal de base, la zone adoucie et la TMAZ, après détensionnement.

Les tailles de sous-grains dans la zone adoucie sont légèrement inférieures aux valeurs obtenues dans le métal de base, mais restent proches. Par ailleurs, elles sont supérieures aux tailles de sous-grains dans la TMAZ. L'adoucissement dans l'ICHAZ n'est donc apparemment pas uniquement lié à la taille de sous-grains.

3.3.2.1 Densités de dislocations

La méthode utilisée pour mesurer les densités de dislocations mobiles dans la zone adoucie est la même que celle utilisée pour évaluer les densités de dislocations dans le métal de base.

Les valeurs ont été mesurées sur des clichés MET dans quatre sous-grains. La valeur mesurée est de $1,1 \times 10^{14} \text{m}^{-2}$. Elle est inférieure à la densité de dislocations dans le métal de base.

Les valeurs de densités de dislocations sont généralement indicatives puisqu'il est difficile de les évaluer précisément, compte-tenu des différents paramètres dont elles dépendent du fait de la méthode d'estimation utilisée.

Les incertitudes liées à ces mesures ont cette fois-ci été quantifiées pour la zone adoucie, en utilisant la même démarche que celle décrite dans la partie 2.2.2.2. L'influence des paramètres sur les mesures finales a de nouveau été évaluée.

Dans l'ensemble des sous-grains considéré dans la zone adoucie, une moyenne de 45 intersections a été mesurée avec un écart-type de 14.

Les densités de dislocations estimées dans la zone adoucie ont été recalculées après modification de l'épaisseur de lame et du nombre d'intersections (Tableau 3-7), avec les incertitudes données dans la partie 2.2.2.2. Ces mesures ont été comparées aux calculs faits pour le métal de base détensionné (partie 2.2.2.2) (Tableau 2-14).

Zone	Métal de base		Zone adoucie	
	Moyenne ($10^{14}m^{-2}$)	Ecart-type ($10^{13}m^{-2}$)	Moyenne ($10^{14}m^{-2}$)	Ecart-type ($10^{13}m^{-2}$)
Valeur initiale	3,5	4,9	1,1	4,1
e - 50 nm	4,7	6,6	1,5	5,4
e + 50 nm	2,8	3,9	0,87	3,3
n - 10	2,8	3,9	0,85	3,9
n + 10	4,2	6,2	1,3	4,3
e - 50 nm n + 10	5,6	8,2	1,8	5,7
e + 50 nm n - 10	2,3	3,2	0,68	3,1

Tableau 3-7 : valeurs moyennes et écart-type des densités de dislocations dans les deux zones, calculées en fonction de deux paramètres différents.

Tout d'abord, compte-tenu des écarts-types, on constate que les valeurs de densité de dislocations initialement mesurées dans les deux zones ne se recouvrent pas. L'écart entre ces deux valeurs semble donc significatif.

Ensuite, de même que ce qui a été estimé dans le métal de base, une augmentation de l'épaisseur de la lame de 50 nm diminue de 20 % la valeur de la densité de dislocations et une réduction d'épaisseur de 50 nm augmente la densité de dislocation de 35%. Les valeurs des densités de dislocations dans les deux zones sont modifiées de 20 % lorsque le nombre d'intersections est modifié de 20%.

En tenant compte des incertitudes liées aux paramètres de l'échantillon ou à la mesure, on constate que les distributions des valeurs densités de dislocations entre les deux zones ne se recoupent pas. Pour le métal de base, les valeurs sont comprises dans l'intervalle [$2,3 \cdot 10^{14}m^{-2}$; $5,6 \cdot 10^{14}m^{-2}$], et pour la zone adoucie, l'intervalle est [$0,68 \cdot 10^{14}m^{-2}$; $1,8 \cdot 10^{14}m^{-2}$]. L'écart entre les valeurs moyennes semble donc significatif.

Il est important de rappeler que les deux zones étudiées proviennent d'un même tube (ce seront 2 matériaux différents dans le modèle). Par ailleurs, la démarche expérimentale est identique pour les deux zones. La comparaison des mesures pour les deux zones semble donc pertinente.

3.3.2.2 *Etat de la précipitation dans la zone adoucie et comparaison avec la précipitation dans le métal de base*

Les précipités présents dans la sous-structure sont les mêmes que ceux présents dans le métal de base : les $M_{23}C_6$ et les MX (Nb(C,N), V(N,C)).

Afin de différencier ces deux types de précipités sur des micrographies par microscopie électronique à balayage (donc à partir de grandes populations) sans utiliser une analyse chimique, une taille seuil a été déterminée. La démarche utilisée pour déterminer cette valeur seuil est

identique à celle utilisée pour le métal de base et décrite dans le chapitre I. Des cartographies de compositions réalisées en EFTEM ont été utilisées (Figure 3-30).

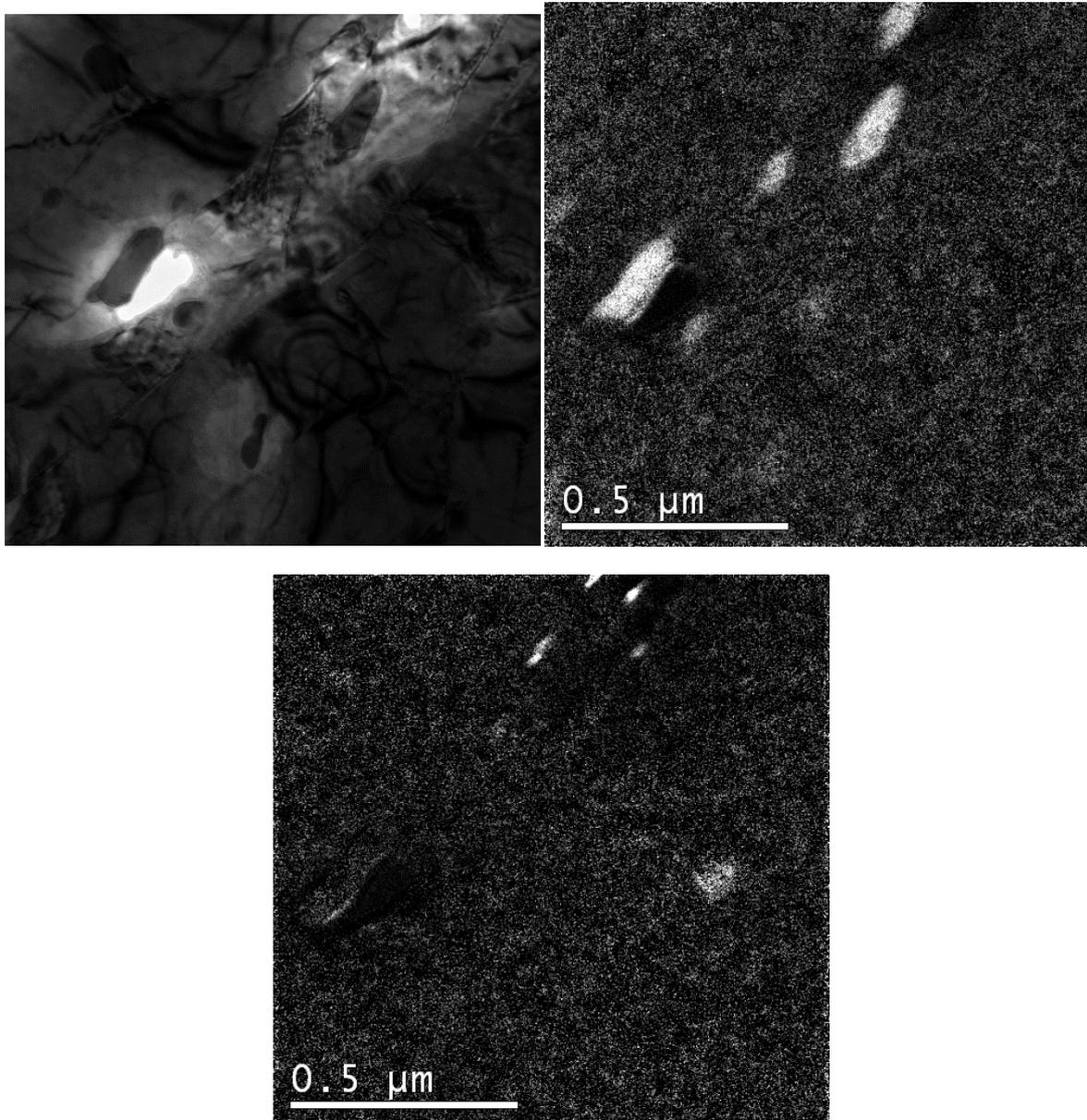


Figure 3-30 : a) image en champ clair prise dans la zone adoucie, b) cartographie du chrome, c) cartographie du vanadium.

Les distributions obtenues sont présentées sur la Figure 3-31. Elles sont comparées aux distributions obtenues dans le métal de base.

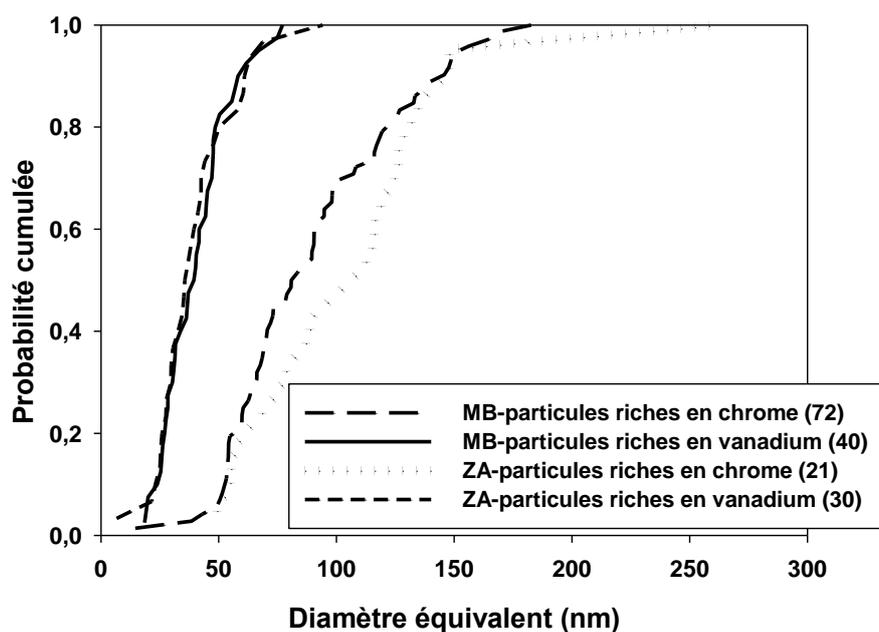


Figure 3-31 : distributions des tailles de particules riches en chrome et riches en vanadium présentes dans le métal de base (MB) et dans la zone adoucie (ZA), à partir de l'analyse d'images EFTEM. Les effectifs de chaque population sont donnés entre parenthèses.

Les distributions de tailles de particules riches en vanadium sont très proches pour les deux zones. Les extrema sont également similaires.

Les distributions de particules riches en chrome sont également similaires entre les deux zones. Un écart entre les courbes est toutefois observable entre 50 et 150 nm, mais cet écart n'est pas considéré comme significatif compte-tenu du nombre de particules considérées. Le minimum mesuré dans la zone adoucie (20 nm) est plus faible que celui mesuré dans le métal de base (50 nm). De même, une différence de 100 nm est mesurée entre les deux maxima. Cette valeur est relativement élevée. Cette dispersion est très probablement liée à la présence d'une plus large particule.

On constate également que ces courbes se chevauchent. Ainsi, sans l'utilisation de l'analyse chimique avec l'EFTEM, il est difficile de différencier ces deux types de particules en considérant uniquement leur taille.

De la même manière que pour le métal de base, les tailles moyennes de chaque type de particules ont été évaluées en fonction de la taille seuil imposée, variant entre 20 nm et 100 nm. Leur évolution est tracée en fonction de cette taille seuil et représentée sur la Figure 3-32.

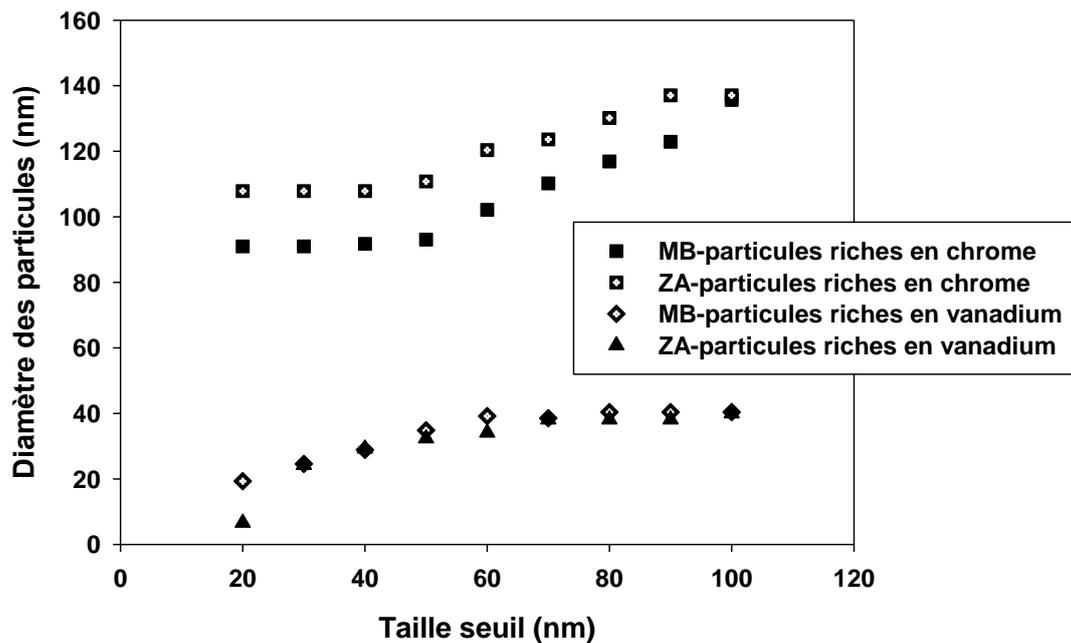


Figure 3-32 : moyennes des tailles de particules riches en chrome et celles riches en vanadium, en fonction de la taille seuil imposée, et dans les deux zones.

On constate que l'évolution des tailles moyennes en fonction du seuil imposé est très similaire à celle observée dans le métal de base, à la différence près que les tailles de particules riches en chrome, considérées comme des $M_{23}C_6$, sont supérieures dans la zone adoucie. Ainsi, le seuil choisi pour différencier les deux types de particules sur les images MEB, est maintenu à 60 nm.

Ainsi, la taille minimale considérée des précipités $M_{23}C_6$ est de 60 nm et la taille maximale des MX est de 60 nm.

La Figure 3-33 a) et la Figure 3-34 a) présentent des observations faites au MEB FEG sur des répliques extractives prélevées dans le métal de base et dans la zone adoucie.

La Figure 3-33 b) et la Figure 3-34 b) sont des cartographies des particules dont le contour a été tracé manuellement. La démarche est similaire à celle utilisée pour le métal de base et décrite dans la partie 2.2.2.3.

De même que pour les particules observées dans le métal de base, les particules qui présentent un contraste peu élevé par rapport au fond, n'ont pas été prises en compte.

D'après les micrographies, on observe que les plus grosses particules présentent une forme sinueuse. Les particules de taille plus petite sont de forme plus globulaire. Sur la micrographie de l'ICHAZ de la Figure 3-34 a), on observe également des particules de forme allongée et alignées, probablement le long d'un ancien joint de grains.

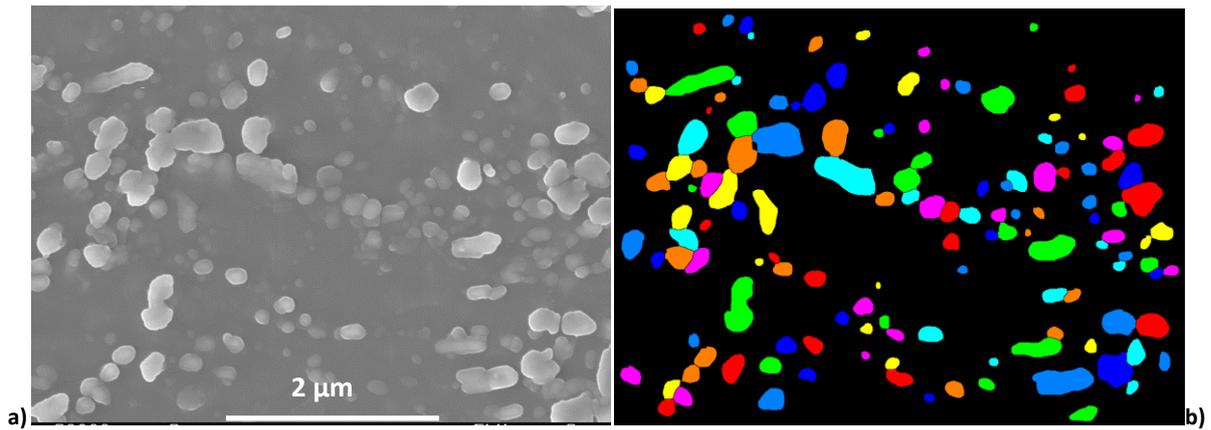


Figure 3-33 : a) micrographie au MEB FEG (réplique extractive en électrons secondaires) prise dans le métal de base et b) cartographie des précipités identifiés manuellement à l'aide du logiciel Visilog.

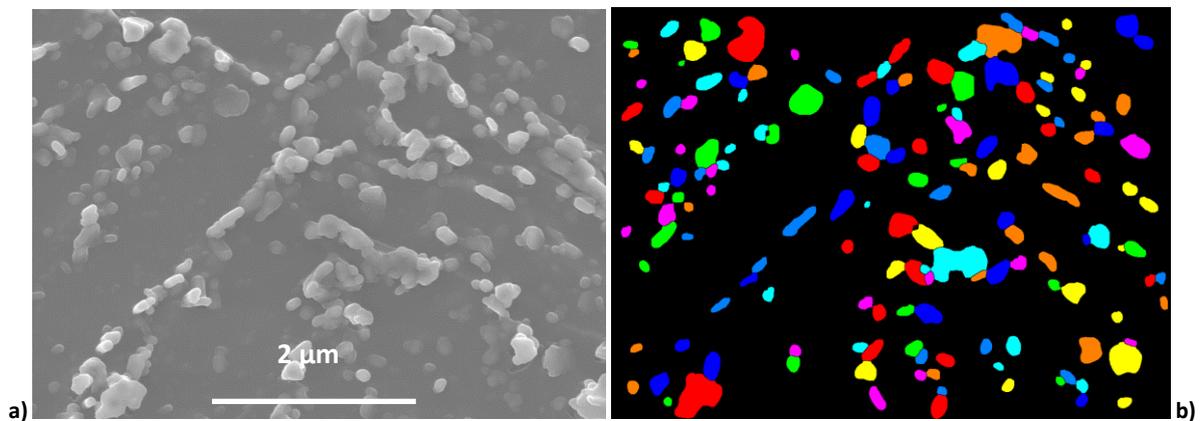


Figure 3-34 : a) micrographie au MEB FEG (réplique extractive en électrons secondaires) prise dans la zone adoucie et b) cartographie des précipités identifiés manuellement à l'aide du logiciel Visilog.

Les tailles moyennes de particules $M_{23}C_6$ mesurées sur des répliques observées au MEB FEG dans la zone adoucie, sont présentées dans le Tableau 3-8 et comparées avec les valeurs obtenues dans le métal de base loin de la ligne de fusion.

Zone	Nombre de particules considérées	Diamètre moyen des particules (nm)	Ecart-type (nm)
Métal de base	742	178	90
Zone adoucie	770	159	63

Tableau 3-8 : Taille moyenne des particules $M_{23}C_6$ mesurées.

Les valeurs de tailles moyennes de particules mesurées dans les deux zones sont très proches, en particulier au vue de la valeur élevée de l'écart-type.

La Figure 3-35 compare les distributions en effectifs cumulés des tailles de précipités $M_{23}C_6$ dans les deux zones. Ces distributions ne présentent pas de différence significative.

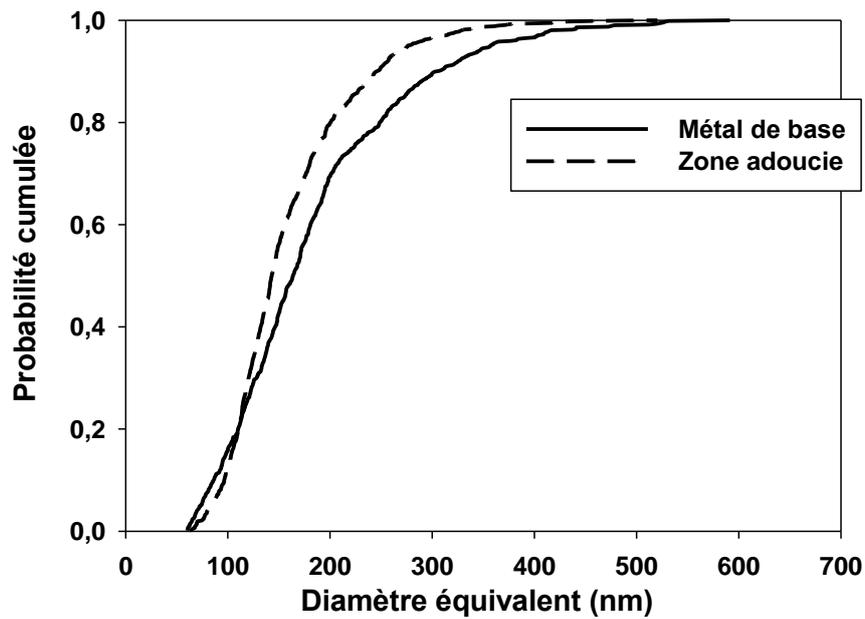


Figure 3-35 : distributions de tailles de précipités $M_{23}C_6$ (en effectifs cumulés) dans le métal de base et dans la zone adoucie.

Les tailles moyennes et les distributions de tailles de précipités $M_{23}C_6$ dans le métal de base et dans la zone adoucie sont similaires lorsqu'elles sont mesurées par cette méthode.

Les distances minimales entre les bords de particules sont comparées pour les deux zones.

Les distributions, présentées sur la Figure 3-36, sont très similaires. Par ailleurs, on constate que 40 % des particules considérées sont adjacentes. Ce constat est lié à la présence d'agrégats de précipités, notamment le long des joints.

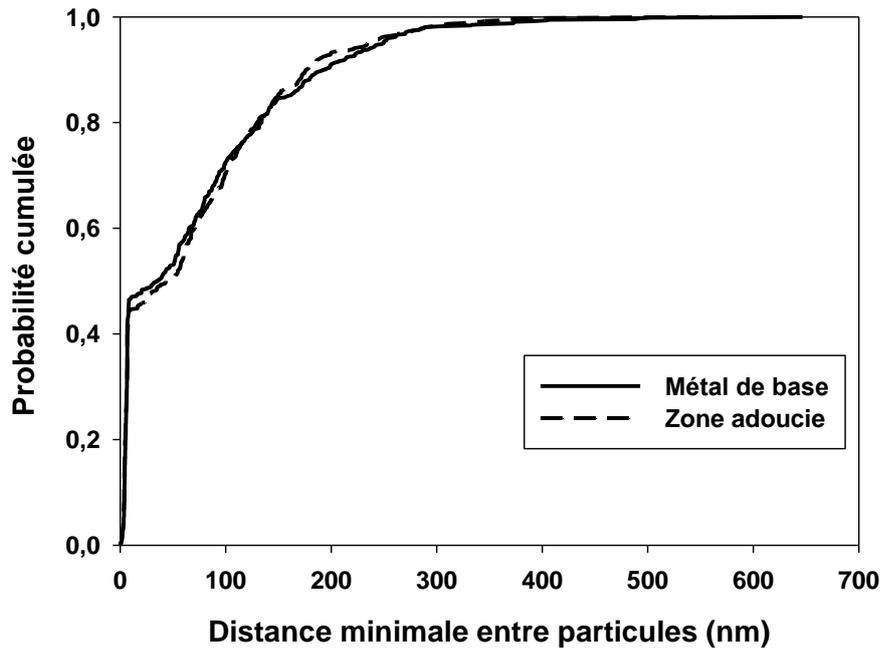


Figure 3-36 : distributions des distances minimales entre particules M23C6.

Les distributions de tailles de précipités MX sont également comparées sur la Figure 3-37. Les deux courbes sont très proches. Les valeurs maximales sont néanmoins différentes. Cette différence est probablement liée à la présence de quelques particules un peu plus larges mais n'est pas significative.

La taille moyenne des précipités MX dans la zone adoucie est d'environ 19 nm (l'écart-type vaut 8,5 nm). Elle est d'environ 20 nm dans le métal de base, comme cela a été présenté dans le chapitre I. Les tailles moyennes de précipités MX dans le métal de base et dans la zone adoucie sont donc proches.

Les précipités M₂₃C₆ et MX sont observables sur la micrographie de la Figure 3-38.

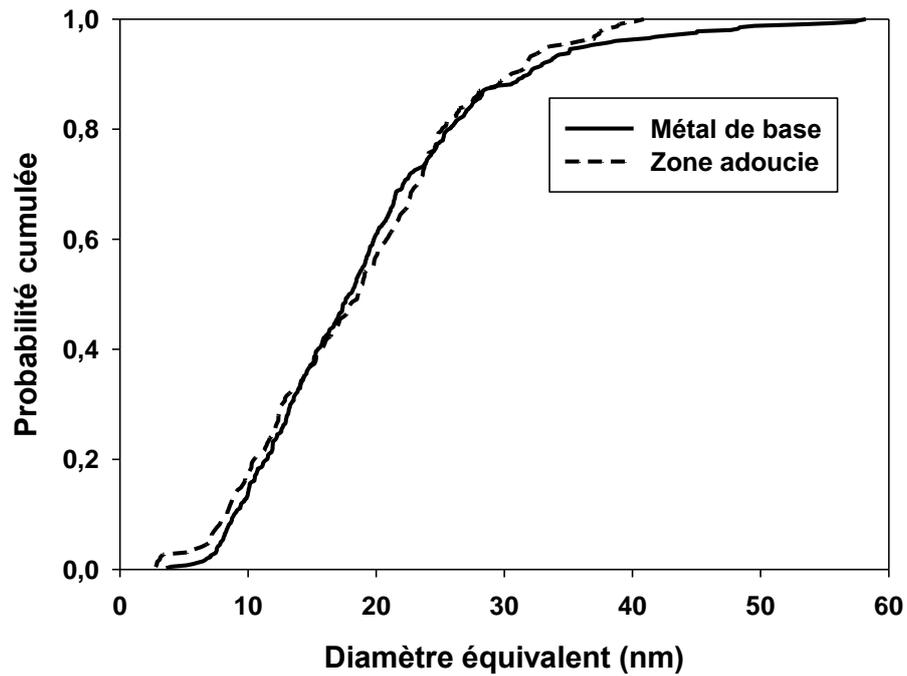


Figure 3-37 : distributions de tailles de précipités considérés comme des MX, dans le métal de base et dans la zone adoucie (analyse d'images MET en champ clair).

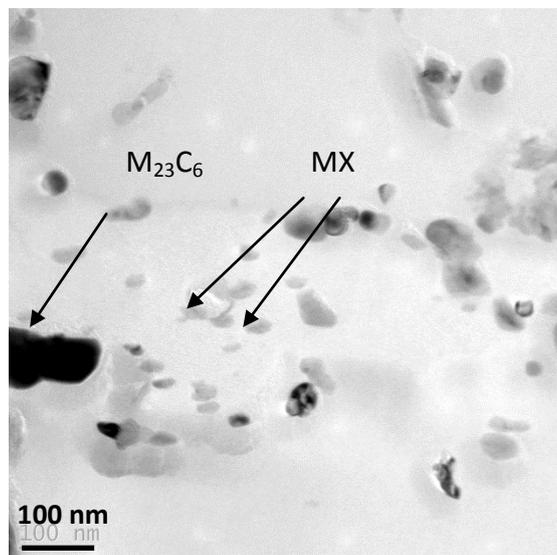


Figure 3-38 : image MET en champ clair sur répliques extractives dans la zone adoucie.

Les distributions des distances minimales entre particules MX sont comparées sur la Figure 3-39. Aucune différence significative n'est observée entre les deux distributions.

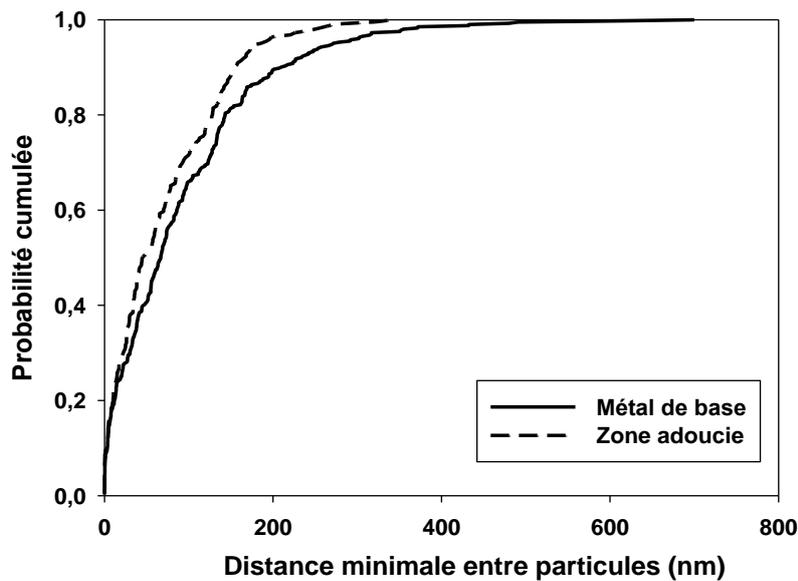


Figure 3-39 : distributions des distances minimales entre particules.

Ainsi, les précipités MX ne semblent pas s'être dissous lors du cycle thermique de la zone adoucie lors du soudage. Ce constat était attendu compte-tenu de la limite de solubilité élevée des précipités MX (1100°C). Ils ne semblent pas non plus avoir grossi.

3.3.2.3 Discussion

La microstructure de la zone adoucie a été caractérisée à l'échelle du sous-grain et comparée à la microstructure du métal de base détensionné loin de la ligne de fusion.

Ces analyses n'ont pas révélé de différence particulière entre les sous-structures des deux zones.

Par ailleurs, les tailles et les distributions de précipités $M_{23}C_6$ dans les deux zones sont également très similaires. Néanmoins, la limite de solubilité des $M_{23}C_6$ étant proche de 800 °C, la dissolution de ces précipités a probablement eu lieu lors du cycle thermique de soudage de la zone intercritique [Gaffard, 2007, Hasegawa et al., 2009, Laha et al., 2007].

Afin d'estimer la quantité de précipités dissous, les distances typiques de diffusion des atomes de chrome lors du procédé de soudage de la zone intercritique, ainsi que les coefficients de diffusion, ont été estimés. Les énergies d'activation des atomes de chrome dans les matrices ferritiques et austénitiques valent respectivement 355 kJ/mol and 222 kJ/mol. Le cycle thermique de la zone intercritique a été subdivisé en plusieurs intervalles de 20 °C, puis les coefficients de diffusion et les distances typiques de diffusion ont été calculés pour chaque intervalle. Ensuite, les distances typiques de diffusion du chrome dans chaque matrice ont été calculées en faisant la somme des distances mesurées sur chaque intervalle de température. La distance parcourue par les atomes de chrome lors du procédé de soudage de l'ICHAZ est estimée à 3 µm dans la ferrite et de 0,163 µm dans l'austénite. Ces calculs ont également été effectués pour les atomes de carbone. La distance parcourue par les atomes de carbone lors du procédé de soudage de l'ICHAZ est de 468 µm dans la ferrite et de 114 µm dans l'austénite. Une dissolution partielle des précipités dans l'austénite a probablement eu lieu. Par ailleurs, la solubilité élevée du carbone dans l'austénite favorise la dissolution des $M_{23}C_6$ lors du cycle thermique [Laha et al., 2007].

Des études menées par Eggeler et al. [Eggeler et al., 1994] sur un acier Grade 91 révèlent que les fractions volumiques de carbures dans la zone adoucie et dans le métal de base sont proches. En outre, la taille moyenne des carbures est de 82 nm dans le métal de base et de 100 nm dans la zone adoucie. Ces valeurs sont légèrement inférieures à celles mesurées dans la présente étude.

La limite de solubilité des MX est d'environ 1100 °C [Brachet, 1991]. Par ailleurs, les atomes de niobium et de vanadium ont une forte affinité avec les atomes de carbone et d'azote. Ces précipités n'évoluent donc probablement pas lors de cycle de soudage [Laha et al., 2007].

Au cours du cycle thermique de l'ICHAZ, la martensite initiale se transforme partiellement en austénite. Le schéma de la Figure 3-40 illustre cette transformation. Le schéma décrit l'état de la microstructure avant le cycle et au niveau de la température maximale. A 20 °C, avant le cycle, la microstructure est martensitique. Lorsque la température atteint sa valeur maximale, la microstructure comprend de la martensite initiale ainsi que l'austénite formée lors du chauffage.

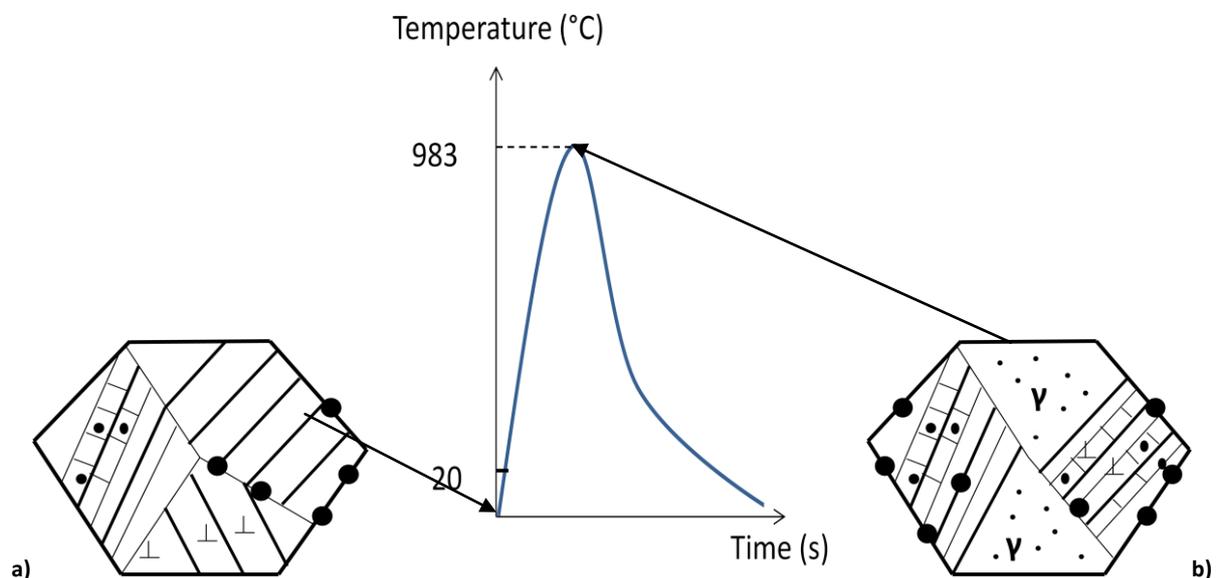


Figure 3-40 : schéma de la microstructure de la zone adoucie au cours du cycle thermique lors du soudage. a) la microstructure est complètement martensitique. b) la microstructure initiale est partiellement transformée en austénite.

Duthilleul [Duthilleul] a étudié l'évolution de la dissolution des carbures en fonction du taux de transformation en austénite, lors du chauffage d'un acier Grade 91. Grâce à des mesures de dilatométrie, il est parvenu à déterminer une corrélation entre l'évolution de la dureté et la redissolution des carbures. Il a étudié l'évolution des atomes de carbone et d'azote dans la matrice grâce à des mesures de pouvoir thermoélectrique (PTE). Il a constaté que l'évolution de la quantité de carbone en solution solide est proportionnelle à la quantité d'austénite formée. Ceci n'est pas nécessairement vrai pour le Grade 92.

Ainsi, après le cycle thermique de l'ICHAZ, deux microstructures peuvent apparaître en fonction des évolutions qui peuvent se produire lors du cycle.

Le premier scénario possible serait qu'au cours du cycle thermique de l'ICHAZ, la quantité de carbures dissous est proportionnelle à la fraction d'austénite formée et que la dissolution est totale dans l'austénite formée à la fin du traitement thermique. Ainsi, au cours du revenu, de nouveaux précipités se formeraient aux joints de grains de la martensite nouvellement formée.

Le second scénario potentiel serait qu'au cours du chauffage, la dissolution des carbures est incomplète car elle est retardée par rapport au début de la transformation austénitique. Ainsi, au cours du traitement de revenu, la précipitation aurait lieu et de manière préférentielle, au niveau des anciens précipités non complètement dissous.

Les deux microstructures résultantes ne présenteraient donc pas tout à fait les mêmes distributions de précipités $M_{23}C_6$, et certaines zones seraient d'ailleurs appauvries en $M_{23}C_6$.

Ce phénomène a pu être étudié grâce à des essais de dilatométrie sur l'acier Grade 92 de cette étude. La campagne de mesures de dilatométrie réalisée sera décrite ultérieurement, dans la partie 3.4.3. L'évolution de la fraction d'austénite formée lors d'un chauffage à 65°C/s , est observable sur la Figure 3-41.

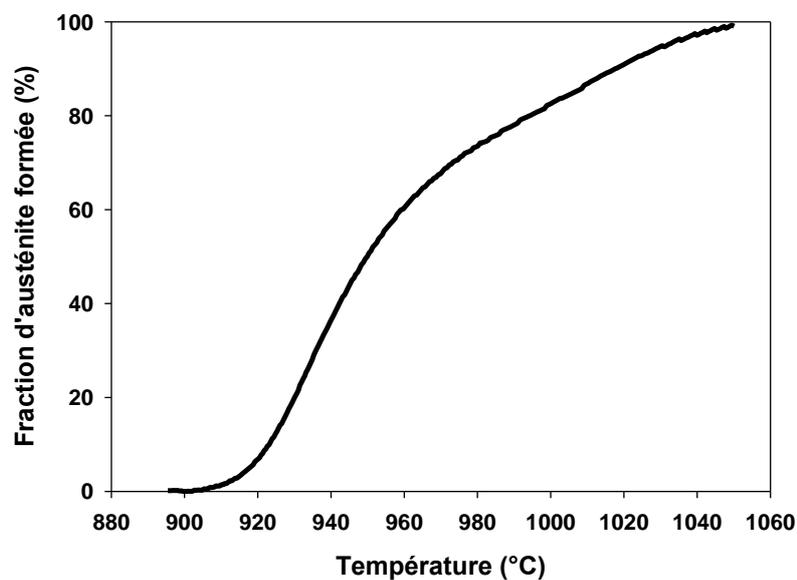


Figure 3-41 : évolution de la fraction d'austénite lors du chauffage à 65°C/s .

Des cycles thermiques avec différentes températures maximales ont été appliqués sur des échantillons en acier Grade 92. Ces cycles correspondent aux cycles subis par telle ou telle partie de la zone intercritique. La détermination de ce cycle est également explicitée dans la partie 3.4.3. Un traitement de détensionnement de 2 h à 760°C a ensuite été appliqué. L'évolution de la dureté de ces échantillons en fonction de la température de pic est présentée que le graphique de la Figure 3-42.

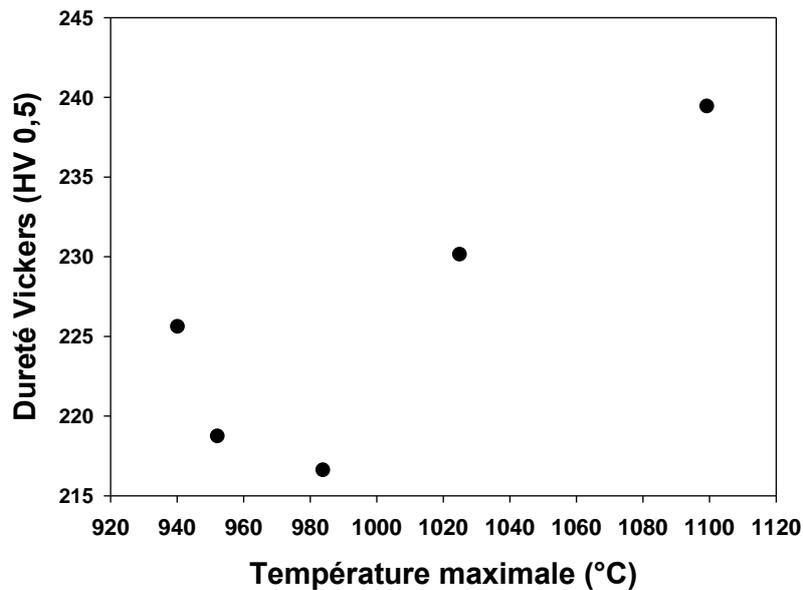


Figure 3-42 : dureté Vickers mesurée sur des échantillons ayant subi des cycles thermiques avec différentes températures de pic.

Les mesures de dilatométrie (partie 3.4.3) indiquent que la température Ac1 vaut 920 °C, pour la vitesse de chauffage utilisée de 65 °C/s. D'après la Figure 3-42, la dureté de l'acier non détensionné diminue dans un premier temps jusqu'à une température maximale d'environ 990 °C puis augmente dans un deuxième temps. La dissolution des carbures a donc lieu après le début de la transformation austénitique, à environ 80 % de la transformation. Les évolutions microstructurales ne sont donc pas identiques à celles de l'acier Grade 91, pour lequel la dissolution des carbures apparaît au début de la transformation austénitique [Duthilleul].

Cette différence entre les deux aciers est probablement liée à la présence de bore dans l'acier Grade 92. L'une des propriétés du bore est de stabiliser les précipités $M_{23}C_6$ [Abe et al., 2007, Albert et al., 2003]. Ces études ont montré que les atomes de bore retardent le grossissement des précipités en remplaçant partiellement les atomes de carbone. Par ailleurs, la solubilité du bore dans l'austénite et dans la ferrite est faible. Ainsi, la dissolution des carbures est également retardée.

La présence du bore est donc probablement à l'origine du retard de la dissolution des carbures ainsi que du retard du grossissement des nouveaux carbures formés. La quantité d'éléments dissous lors du cycle thermique est donc relativement faible puisqu'elle se produit à un stade avancé du cycle. Ainsi, la précipitation de nouveaux carbures lors du PWHT est faible et le grossissement des carbures est limité.

Comme cela a été montré précédemment, les atomes de chrome diffusent sur de plus courtes distances que les atomes de carbone. Lors de la dissolution des carbures, les atomes de chrome ont probablement diffusé dans la périphérie proche de leur ancienne localisation, en particulier dans la martensite non-transformée dans laquelle ils diffusent très peu. Ces atomes forment ainsi des « nuages » autour de leur ancienne position. Ainsi, dans la martensite non-revenue, lors du PWHT, de nouveaux précipités vont se former préférentiellement au niveau de ces anciens précipités.

Pour étudier davantage ce phénomène, des cartographies du chrome obtenues en EFTEM sur lame mince avant le PWHT permettraient peut-être de détecter la présence de ces zones riches en chrome, près des $M_{23}C_6$.

Dans une étude récente sur un acier Grade 92, Xue et al. [Xue et al., 2012] ont évalué les tailles de précipités dans le métal de base et dans la FGHAZ et ne constatent aucune différence significative. Le joint soudé de leur étude est fabriqué par un procédé à l'arc submergé (SAW), avec une énergie de soudage de 22,98 kJ/cm. La FGHAZ subit un cycle thermique proche de celui de l'ICHAZ mais avec une température maximale légèrement supérieure à A_{c3} . Le cycle thermique de la FGHAZ, de même que celui de l'ICHAZ, est trop court pour permettre une dissolution complète des carbures.

Hald and Korcakova [Hald and Korcakova] indiquent que la vitesse de grossissement des précipités $M_{23}C_6$ dans un acier Grade 92 est plus faible que dans un acier Grade 91. Xue et al. [Xue et al., 2012] expliquent ce phénomène par la présence de tungstène dans l'acier Grade 92. L'ajout de cet élément est à l'origine du ralentissement du grossissement des carbures $M_{23}C_6$.

La densité de dislocations mesurée dans la zone adoucie est environ trois fois moins élevée par rapport à la valeur prise dans le métal de base proche de la ligne de fusion. Les incertitudes liées à la mesure ont été quantifiées. Compte-tenu de ces incertitudes, l'écart entre les densités de dislocations reste notable. Cette différence est probablement à l'origine de la différence de dureté entre les deux zones.

Les caractérisations microstructurales au MEB ou au MET réalisées dans le cadre de cette étude n'ont pas permis de distinguer la martensite non-transformée de celle qui a été austénitisée et retransformée au cours du cycle thermique, après détensionnement.

Les différentes étapes de la formation de la microstructure de la zone adoucie ne sont pas encore clairement élucidées et nécessiteraient d'être étudiées de manière plus approfondie, notamment dans l'optique d'une amélioration de ces alliages vis-à-vis de la tenue en fluage de leurs joints soudés.