



HAL
open science

Détermination d'un critère de fissuration à chaud par liquation en fonction de la teneur en bore et de sa localisation pour l'acier inoxydable austénitique 316L.

Giai Tran Van

► **To cite this version:**

Giai Tran Van. Détermination d'un critère de fissuration à chaud par liquation en fonction de la teneur en bore et de sa localisation pour l'acier inoxydable austénitique 316L.. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Bretagne Sud, 2018. Français. NNT : 2018LORIS506 . tel-02134428

HAL Id: tel-02134428

<https://theses.hal.science/tel-02134428>

Submitted on 20 May 2019

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THESE DE DOCTORAT DE

L'UNIVERSITE BRETAGNE SUD
COMUE UNIVERSITE BRETAGNE LOIRE

ECOLE DOCTORALE N° 602

Sciences pour l'Ingénieur

Spécialité : *Mécanique des Solides, des matériaux,
des structures et des surfaces*

Par

Giai TRAN VAN

**Détermination d'un critère de fissuration à chaud par liquation en
fonction de la teneur en bore et de sa localisation pour l'acier
inoxydable austénitique 316L**

Thèse présentée et soutenue à l'Université Bretagne Sud, le 14 Décembre 2018

Unité de recherche : IRDL UMR CNRS 6027

Thèse N° : 506

Rapporteurs avant soutenance :

Daniel NELIAS

Professeur des Universités – INSA Lyon

Fabien SOULIE

Maître de conférences HDR – Université de Montpellier

Composition du Jury :

Présidente : **Anne-Françoise GOURGUES-LORENZON**

Professeure – MINES ParisTech

Dir. de thèse : **Philippe LE MASSON**

Professeur des Universités – Université de Bretagne-Sud

Co-dir. de thèse : **Denis CARRON**

Maître de conférences – Université de Bretagne-Sud

Co-dir. de thèse : **Vincent ROBIN**

Ingénieur de recherche – EDF

Invité

Josselin DELMAS

Ingénieur de recherche – EDF

Remerciements

Ce travail a été effectué à l'Institut de Recherche Dupuy de Lôme sur le site de l'Université Bretagne Sud à Lorient, et aux laboratoires EDF R&D de Chatou et des Renardières. La réalisation de ce travail a été possible grâce à l'aide de plusieurs personnes à qui je voudrais exprimer toute ma reconnaissance.

Je voudrais tout d'abord adresser toute ma gratitude à mon directeur de thèse, M. Philippe Le Masson, pour son accueil, ses qualités humaines et surtout la transmission de ses méthodologies de recherche, qui ont contribué à l'élaboration de cette thèse.

Je tiens aussi à exprimer ma profonde gratitude à M. Denis Carron, co-directeur de thèse, pour sa disponibilité, nos échanges réguliers, sa rigueur de présentation et ses lectures et relectures attentives qui m'ont guidé tout au long de ce travail.

J'ai eu par ailleurs la chance d'avoir aussi comme co-directeur de thèse M. Vincent Robin. Je voudrais le remercier pour toutes les connaissances qu'il m'a apportées, pour son soutien ainsi que sa gentillesse, qui m'ont permis de bien planifier la réalisation des essais et m'ont beaucoup aidé pour la simulation numérique.

Je voudrais évidemment remercier les membres du jury d'avoir consacré du temps à la lecture et à la critique de ce travail : merci aux rapporteurs M. Daniel Nelias et M. Fabien Soulié ainsi qu'à Mme. Anne-Françoise Gourgues-Lorenzon la présidente du jury.

Je remercie M. Jean Angles et son successeur M. Josselin Delmas, chef du projet SPAR2 pour leur proposition de thèse, leur chaleureux accueil ainsi que toutes les compétences qu'ils m'ont apportées tout au long de la thèse. En particulier, le travail n'aurait pas pu être mené à bien sans leur appui quant à la décision d'élaboration de nouveaux matériaux.

Mes remerciements s'adressent également à Mme. Cécile Jardin ainsi que son successeur M. Antoine Andrieu pour leur encadrement qui a facilité la réalisation des différents essais au département MMC.

Je tiens à remercier également l'ensemble des personnes au département MMC qui m'ont grandement aidé pendant ces 3 années de thèse. Merci à M. Olivier Dupont et M. Bertrand Chassignol, chefs du groupe T27 de MMC pour m'avoir accueilli dans votre groupe. Merci à M. Jullien Stodolna pour son investissement dans les analyses SIMS et MET. Merci à M. Laurent Mercier pour les multitudes dosages du bore. Merci à M. Christian Cossange et M. Gilles Rolland pour l'aide que vous m'avez apportée pour les analyses au MEB. Merci à M. Damien Boudot pour l'aide à la réalisation des essais Vastrestraint.

Je voudrais également remercier l'ensemble des personnes du département PRISME pour leur appui au niveau des aspects numériques mais aussi expérimental. Merci à Mme. Sylvie Jahan, chef du groupe T57 de m'avoir si bien accueilli. Merci à M. Soufiane Hendili et M. David Albrecht pour l'aide que vous m'avez apportée pour la simulation numérique sous code Aster. Merci à M. Damien Borel, M. Laurent Fernandes et M. Alexandre Paris pour l'usinage des différentes éprouvettes.

Je tiens à remercier également l'ensemble des techniciens et ingénieur d'études de l'Université Bretagne Sud pour toutes leurs aides. Merci à M. William Berckmans pour sa précieuse aide à la réalisation des essais Gleeble. Merci à M. Anthony Magueresse pour son aide à l'analyse au MEB des faciès de rupture. Merci aussi à M. François Portanguen pour l'usinage de certaines pièces effectué à Lorient.

Il m'est agréable de remercier également Olivier Asserin du CEA Saclay et M. Philippe Pilvin de l'Université Bretagne Sud pour m'avoir permis d'utiliser les données expérimentales de caractérisation mécanique du matériau 316L(N) ainsi que les paramètres du modèle élasto-viscoplastique identifiés dans le cadre de la thèse de Minh LE. Je remercie aussi Philippe Pilvin pour son investissement régulier dans le projet.

Enfin, je voudrais adresser mes plus sincères remerciements à mes parents et à mes amis, qui m'ont toujours encouragé au cours de la thèse.

Table des Matières

Introduction générale	9
Présentation du contexte	13
Chapitre I : Etude bibliographique.....	17
I.1. Phénomène de fissuration à chaud par liquation.....	18
I.1.1. Généralités sur le phénomène de FAC.....	18
I.1.2. Paramètres influant la FAC par liquation	22
I.2. Le bore dans les aciers inoxydables austénitiques	25
I.2.1. Rôle du bore	25
I.2.2. Solubilité du bore	26
I.2.3. Ségrégation intergranulaire du bore	28
I.2.4. Simulation Matcalc.....	33
I.2.5. Bilan.....	45
I.3. Influence du bore - Essais de FAC par liquation.....	46
I.3.1. Généralités	46
I.3.2. Essai Gleeble.....	47
I.3.3. Essai Varestraint.....	55
I.3.4. Essai PVR.....	59
I.4. Conclusions de l'analyse bibliographique.....	60
Chapitre II : Caractérisation des matériaux de l'étude - Essais Gleeble.....	63
II.1. Matériaux de l'étude.....	64
II.1.1. Conditions d'élaboration et composition chimique	64
II.1.2. Caractérisation des matériaux à l'état de réception.....	68

II.2.	Présentation des essais Gleeble de ductilité à chaud	77
II.2.1.	Présentation de la machine Gleeble 3500	77
II.2.2.	Principe des essais et géométrie des éprouvettes.....	79
II.2.3.	Nombre d'éprouvettes testées.....	81
II.3.	Essais préliminaires de ductilité à chaud.....	82
II.3.1.	Choix des paramètres.....	82
II.3.2.	Influence de la vitesse de traction sur la ductilité.....	83
II.3.3.	Influence de la vitesse de traction sur la surchauffe	86
II.3.4.	Incertitudes de mesure	89
II.3.5.	Bilan des essais préliminaires	90
II.4.	Essais au chauffage	90
II.4.1.	Essais sur les 3 nuances industrielles	90
II.4.2.	Essais sur les 4 aciers issus de coulées synthétiques	92
II.4.3.	Force maximale à la rupture	103
II.4.4.	Bilan sur l'évolution de la température de la chute de ductilité.....	104
II.4.5.	Caractérisations complémentaires sur échantillons dilatométriques.....	106
II.4.6.	Interprétation de l'effet du temps de maintien.....	110
II.4.7.	Conclusion sur les essais de ductilité au chauffage.....	114
II.5.	Essais au refroidissement	115
II.5.1.	Conditions des essais.....	115
II.5.2.	Résultats et comparaison avec les essais au chauffage.....	116
II.6.	Synthèse.....	120
Chapitre III : Essais de fissuration à chaud en soudage		123
III.1.	Essai Varestraint	124

III.1.1. Principe de l'essai Varestraint	124
III.1.2. Procédure expérimentale.....	126
III.1.3. Exploitation des essais Varestraint	128
III.2. Essai PVR	133
III.2.1. Principe de l'essai PVR	133
III.2.2. Procédé expérimental.....	134
III.2.3. Exploitation des essais PVR	138
III.3. Conclusion	151
Chapitre IV : Modélisation numérique de l'essai PVR – Critère de fissuration à chaud par liquation.....	153
IV.1. Validation numérique de la caractérisation mécanique du matériau.....	155
IV.1.1. Essais de caractérisation des matériaux de l'étude « Minh Le »	155
IV.1.2. Modèle de comportement thermo-mécanique.....	156
IV.2. Modélisation de l'essai PVR.....	164
IV.2.1. Les systèmes d'équations	164
IV.2.2. Analyse des simulations	172
IV.3. Détermination d'un critère de Fissuration A Chaud par liquation.....	180
IV.3.1. Généralités	180
IV.3.2. Etablissement du critère	181
IV.3.3. Bilan.....	192
IV.4. Conclusion	193
Conclusion générale.....	195
Perspectives.....	199
Références bibliographiques.....	201

Annexe A : Discrétisation spatiale du problème thermique.....205

Introduction générale

La mise au point des paramètres d'une opération de soudage peut être réalisée de manière expérimentale ou numérique. Dans une première phase, l'analyse se fait généralement sur des coupons témoins par des essais de justification technique des paramètres, puis par un essai de validation sur une maquette représentative du composant à assembler. La simulation de ces essais permet d'accéder à des grandeurs en cours de soudage qui permettent d'apporter des éléments de compréhension et de guider aussi les choix techniques sur la mise en place des paramètres.

Des essais mécaniques et des expertises métallurgiques complètent l'approche expérimentale afin de démontrer l'innocuité métallurgique et mécanique de l'opération. La phase d'approvisionnement des maquettes et la réalisation des essais constituent une étape itérative qui peut justifier la modélisation des essais afin de rationaliser les campagnes expérimentales. Les délais de réalisation associés aux coûts des essais élevés contraignent également à limiter la phase expérimentale et par extension l'étendue de l'analyse qui peut être ainsi complétée par modélisation.

Les matériaux soudés ont des compositions variables en fonction de leurs applications. En particulier, le bore peut être présent naturellement à une très faible teneur (une dizaine de ppm) dans les aciers mais il peut être également ajouté de façon intentionnelle dans les aciers inoxydables austénitiques pour améliorer certaines caractéristiques comme la résistance au fluage ou la capacité d'absorption des neutrons. Cependant, la présence du bore dans l'acier présente certains inconvénients. En effet, si la teneur en bore dans les aciers inoxydables austénitiques atteint un certain seuil, la résistance à la corrosion à haute température et la résistance à la fissuration à chaud (par opposition à la fissuration à froid qui apparaît à basse température et peut se produire jusqu'à plusieurs heures après le refroidissement des pièces) lors du soudage diminuent de façon significative. Afin de garantir la qualité des réalisations, des règles et procédures sont mises en place de manière à prévenir l'apparition de ces défauts.

De nombreux composants des équipements sous pression de centrale nucléaire sont constitués d'aciers inoxydables austénitiques tels que le 316L. Lors du soudage, si ces composants contiennent suffisamment de bore, ils peuvent être sensibles à la fissuration à chaud par liquation. Pour éviter tout risque de fissuration, le code de construction RCC-M (code français qui définit les règles de conception et de construction des matériels mécaniques des îlots nucléaires des Réacteurs à Eau Pressurisée) exige que la teneur en bore de tous les aciers inoxydables austénitiques destinés au soudage soit inférieure ou égale à 18ppm. Lors

de la fabrication d'un équipement sous pression, des tôles, des pièces forgées, usinées, etc... sont commandées pour être ensuite assemblées par soudage. La limite de 18 ppm de bore n'étant pas une exigence normative, elle n'est pas forcément respectée par les aciéristes, le bore n'est parfois même pas dosé. Pour des tôles dont le bore n'est pas dosé, il est nécessaire de le faire. Si la teneur en bore est supérieure à 18 ppm, il y a ouverture d'une fiche de non-conformité. Cependant, le traitement de cette dernière est délicat car il n'est pas possible, en l'état actuel des connaissances sur l'influence de la teneur en bore sur la fissuration à chaud, de traiter ce problème simplement. Ainsi, on constate actuellement que même si un produit en acier inoxydable austénitique ne respecte pas la teneur en bore maximale prescrite dans le code, il est dans la grande majorité des cas soudable. L'objectif de cette thèse, fruit d'une collaboration entre EDF R&D et l'IRDL (Université Bretagne Sud), est donc de répondre aux deux questions suivantes :

- La limite de 18ppm est-elle trop conservative ?
- Peut-on définir un critère de fissuration à chaud par liquation prenant en compte la teneur en bore et les contraintes d'origine thermique lors du soudage, permettant de revaloriser des tôles dont la teneur en bore est supérieure à 18ppm ?

Les études menées dans le cadre de la thèse portent sur différents matériaux de type 316L avec différentes teneurs en bore. Ces matériaux sont pour une part des matériaux industriels ou proviennent pour une autre part de lingots issus de coulées synthétiques.

Ce manuscrit se compose de quatre chapitres :

Le premier chapitre présente une étude bibliographique du phénomène de fissuration à chaud par liquation qui précise le rôle du bore sur ce phénomène et détaille les essais de fissuration à chaud pouvant le caractériser.

Le deuxième chapitre présente différents essais de caractérisation chimique et métallurgique des matériaux de l'étude ainsi que les essais caractérisant la sensibilité à la fissuration à chaud par liquation de ces derniers. En particulier, cette sensibilité se caractérise via les essais de traction à chaud (appelés par simplification essais Gleeble en référence au simulateur expérimental utilisé pour réaliser les essais). Ces essais sont réalisés au laboratoire IRDL.

Le troisième chapitre présente les essais de soudage nécessaires pour étudier le phénomène de fissuration à chaud par liquation en fonction de la teneur en bore : essais Varestraint et essais PVR. L'essai Varestraint effectué permet d'étudier qualitativement la sensibilité à la fissuration à chaud en fonction de la teneur en bore lors d'une vraie soudure. L'essai PVR, quant à lui, permet de caractériser quantitativement l'influence du bore sur le phénomène de fissuration à chaud et d'alimenter la modélisation numérique dans le but de déterminer un critère de fissuration à chaud par liquation.

Le quatrième chapitre présente la modélisation numérique du problème thermomécanique de l'essai PVR ainsi que la proposition du critère de fissuration à chaud par liquation à l'issue de cette modélisation. Un recalage d'une source thermique supposée de type Goldak est tout d'abord effectué. Par la suite une simulation thermomécanique en utilisant le modèle élastoviscoplastique de Chaboche est réalisée. Finalement, à l'aide de la courbe contrainte - température et en prenant en compte la sensibilité à la fissuration à chaud mise en évidence dans le deuxième chapitre, il est proposé un critère de fissuration à chaud par liquation. Ce critère est établi pour le matériau de teneur en bore la plus élevée et est validé pour les matériaux à teneur plus faible.

Enfin, la conclusion de ce mémoire reprend les principaux résultats obtenus et propose des perspectives de l'application du critère.

Présentation du contexte

Utilisation de l'acier de type 316L dans l'industrie nucléaire

L'acier de type AISI 316L (désignation symbolique EN X2CrNiMo17-12, désignation numérique EN 1.4404) fait partie de la famille des aciers inoxydables austénitiques qui, eux-mêmes, font partie de la famille des aciers fortement alliés, c'est-à-dire, dont au moins un élément a une teneur supérieure à 5% en masse (selon NF EN 10027-1).

Les aciers inoxydables austénitiques ont été choisis comme matériau constitutif de certaines pièces dans les réacteurs à eau pressurisée (REP) au début de la construction des centrales nucléaires en France, car leurs propriétés leur permettent de résister au fluide transporté, tant au niveau de la température (résistance au fluage) et de la pression (caractéristiques mécaniques suffisantes) que de la corrosion. De plus, ces aciers sont facilement soudables et faciles à mettre en forme. Ils représentent aujourd'hui 28% de la part des aciers dans les REP (figure 1). Ils sont utilisés pour la fabrication de pièces de très grandes dimensions qui doivent présenter une bonne homogénéité microstructurale et doivent faire face à des problèmes de fatigue et de corrosion au contact du fluide caloporteur sur une durée de vie longue (60 ans).

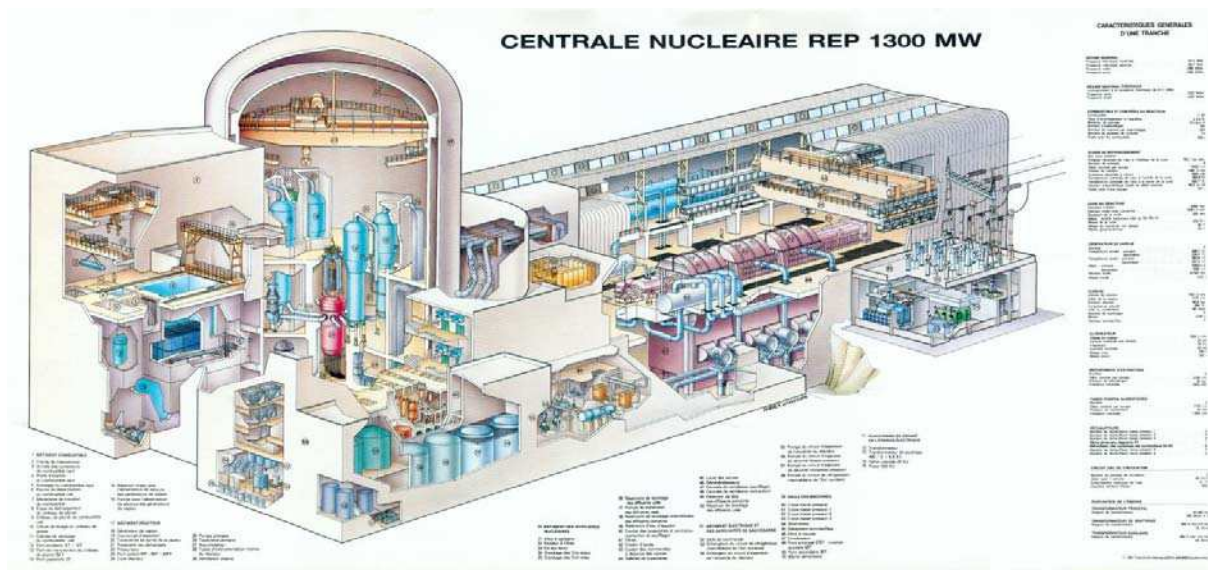


Figure 1: Centrale nucléaire REP 1300MW [Source EDF]

Dans la famille des aciers inoxydables austénitiques, les nuances 304L et 316L à faible teneur en carbone sont les plus répandues de par leurs propriétés physiques et chimiques. En effet, ils se mettent en œuvre facilement à chaud ou à froid grâce à une limite élastique faible (inférieure à 200 MPa à l'état recuit). Ils se soudent facilement. Ils peuvent être laminés en tôles minces, en tubes ronds, rectangulaires, en ronds laminés ou étirés etc. Grâce à ces propriétés, ces deux aciers 304L et 316L sont utilisés pour les structures d'internes de cuve au niveau des renforts et cloisons (304L) et des vis de fixation des éléments de l'enveloppe de

cœur (316L). Ils sont également utilisés comme revêtement protecteur de cuve pour éviter le phénomène de corrosion sous contrainte.

Par rapport au 304L, le 316L, objet de notre étude, présente un ajout de molybdène et une plus grande teneur en nickel ce qui lui assure une meilleure résistance à la corrosion. Plus précisément sa composition standard est la suivante (%masse) : C 0,02% - Cr 16 à 18% - Ni 10,5 à 13% - Mo 2 à 2,5% - Si 1% - Mn 2% - P 0,04% et S 0,03%. D'autres éléments peuvent exister à très faibles teneurs tout en ayant une influence notable sur certaines propriétés de cet acier. Dans ce travail on s'intéresse au rôle tout particulier du bore.

Problématique EDF

Pour éviter tout risque de Fissuration A Chaud (FAC) liée à la présence du bore, le code RCC-M (Règle de conception et de construction des matériels mécaniques des îlots nucléaires REP [1]) impose que la teneur en bore des aciers inoxydables austénitiques destinés au soudage soit limitée à 18ppm.

Lors de la fabrication ou du remplacement d'un équipement sous pression (ESP), des tôles, des pièces forgées, usinées, etc... sont commandées pour être ensuite assemblées en ESP par soudage. Lorsque le fabricant a besoin d'une quantité importante de tôles, il s'adresse à un aciériste qui maîtrise la teneur en bore de ses coulées. Mais s'il n'a besoin que de quelques tôles, il s'adresse plutôt à un distributeur qui peut fournir des produits dont la teneur en bore peut être variable voire non connue. Or la limite de 18 ppm de bore n'est pas une exigence normative : en effet, dans les normes d'approvisionnement des tôles comme la NF EN 10028 [2], le CODAP [3], l'ASME [4], il n'y a aucune exigence sur la teneur en bore pour les aciers inoxydables austénitiques. Cette limite n'est donc pas forcément respectée par les aciéristes et parfois le bore n'est même pas dosé. Dans ce cas EDF doit nécessairement réaliser ce dosage. Si la teneur en bore est supérieure à 18 ppm, il y a ouverture d'une Fiche de Non-conformité (FNC).

Cependant, le traitement de ces FNC est délicat, s'effectue au cas par cas, et conduit souvent à des essais spécifiques de soudabilité. En effet, il n'est pas possible, en l'état actuel des connaissances sur l'influence de la teneur en bore sur la FAC, de traiter ce problème de manière purement systématique. Ainsi on constate actuellement que même si un produit en acier inoxydable austénitique ne respecte pas la teneur en bore prescrite dans le code il est, dans la grande majorité des cas, soudable sans apparition de FAC. Le schéma en figure 2 résume la situation que l'on vient de décrire.

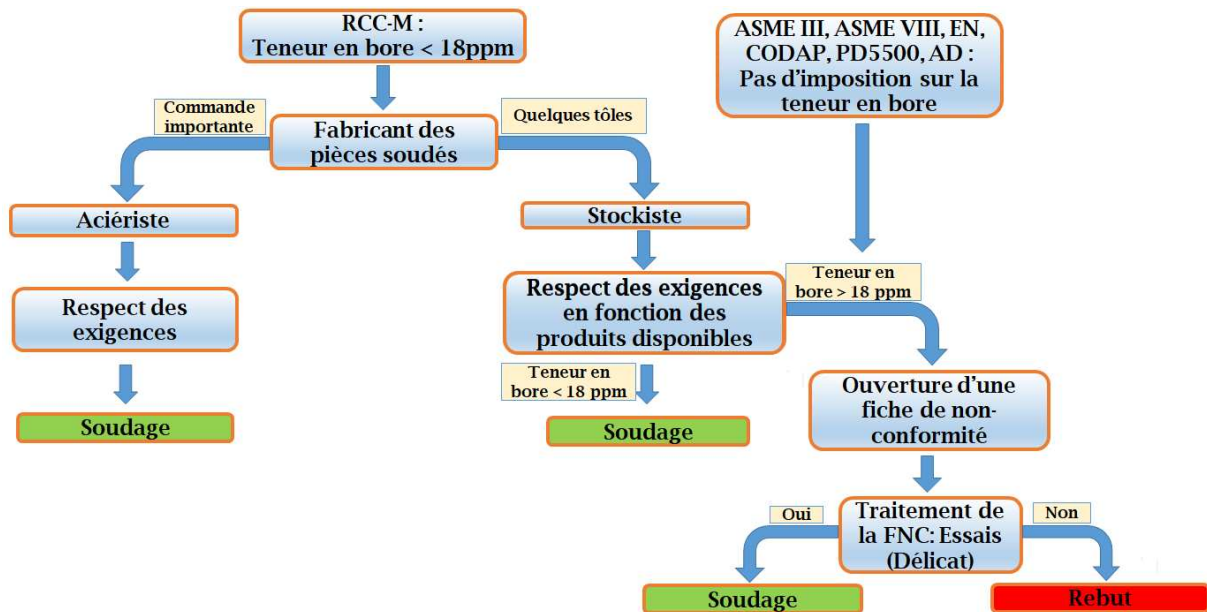


Figure 2 : Schéma résumant la procédure actuelle de traitement des FNC

Ce schéma conduit aux deux questions déjà présentées dans l'introduction. La teneur en bore imposée par le code RCC-M n'est-elle pas trop conservatrice ? Peut-on définir un critère d'acceptabilité pour les tôles dont la teneur en bore dépasse 18 ppm ? Pour pouvoir répondre à ces deux questions et définir un critère d'acceptabilité il faut approfondir la connaissance des mécanismes métallurgiques impliqués dans le phénomène de FAC en relation avec la teneur en bore.

Chapitre I : Etude bibliographique

Dans ce chapitre, nous récapitulons différents résultats d'études liés au phénomène de fissuration à chaud par liquation, au niveau théorique mais aussi au niveau expérimental. Ce chapitre commence par une présentation de généralités sur le phénomène de fissuration à chaud et en particulier, sur le phénomène de fissuration à chaud par liquation, le sujet de cette thèse. Les différents modes de fissuration sont présentés ainsi que les paramètres influant sur la fissuration à chaud par liquation.

Le chapitre se poursuit par une analyse du rôle du bore dans les aciers inoxydables austénitiques et de son influence sur le mécanisme de fissuration à chaud par liquation. Sa présence, par ajout intentionnel ou non, augmente certaines caractéristiques de l'acier telles que la résistance au fluage. En revanche, le bore est connu dans la littérature comme un des éléments qui favorisent le phénomène de fissuration à chaud par liquation. Ayant une solubilité très faible dans l'acier, le bore peut avoir un effet négatif sur ce phénomène dès une teneur de quelques dizaines de ppm. Une étude de la solubilité du bore dans les aciers inoxydables austénitiques en général, et dans les aciers de type 316L en particulier, est alors effectuée à l'aide du logiciel Matcalc.

La dernière partie de ce chapitre présente les différents essais de fissuration à chaud permettant d'étudier l'influence du bore sur la sensibilité à la fissuration par liquation dans les aciers inoxydables austénitiques en général et dans l'acier 316L en particulier.

I.1. Phénomène de fissuration à chaud par liquation

I.1.1. Généralités sur le phénomène de FAC

Comme il a été précédemment mentionné, de nombreux composants des REP sont réalisés en acier inoxydable austénitique 316L. Lors du soudage, ces composants peuvent être sensibles au phénomène de FAC. Les fissures peuvent avoir des conséquences néfastes dans le cas de soudure en milieux sensibles (par exemple, revêtement protecteur de cuve) si elles ne sont pas détectées avant la mise en fonction de la pièce soudée. Lorsqu'elles sont détectées, elles induisent des coûts supplémentaires de fabrication. Dans tous les cas leur présence pose des problèmes de sécurité qui les rendent non acceptables dans le domaine du nucléaire.

En soudage, la FAC peut avoir lieu dans la zone fondue en cours de solidification mais aussi dans la zone affectée thermiquement (ZAT). Selon le mécanisme de FAC, la morphologie des fissures, la température à l'endroit où elles se produisent, leurs dimensions etc., on classe le phénomène de FAC en 3 catégories : FAC de solidification, FAC par liquation et FAC par manque de ductilité ([5]-[7]). En termes dimensionnels, les fissures à chaud s'étendent depuis les très petites fissures par liquation dont la longueur est inférieure à 1 mm (dans la ZAT ou dans les zones réaffectées par la chaleur des soudures multi-passes) jusqu'aux grandes fissures de solidification qui peuvent s'étendre sur la totalité de la longueur du joint soudé. En ce qui concerne les matériaux, le phénomène de FAC ne se restreint pas à une famille d'alliages en particulier mais peut apparaître dans les aciers inoxydables, les alliages à base nickel, les alliages cuivreux, les alliages d'aluminium, etc.

De manière générale, la FAC se produit lorsque la ductilité de la ZAT est insuffisante pour supporter les sollicitations mécaniques produites par le soudage. Ce manque de ductilité a pour origine plusieurs phénomènes qui permettent de classer la FAC en différents types que nous allons présenter par la suite en insistant sur la FAC par liquation, objet de cette étude.

I.1.1.1. FAC de solidification

Ces fissures apparaissent en fin de solidification. Elles peuvent être internes ou débouchantes mais elles sont toujours amorcées dans les espaces interdendritiques et suivent donc les directions de solidification (figure I.1).

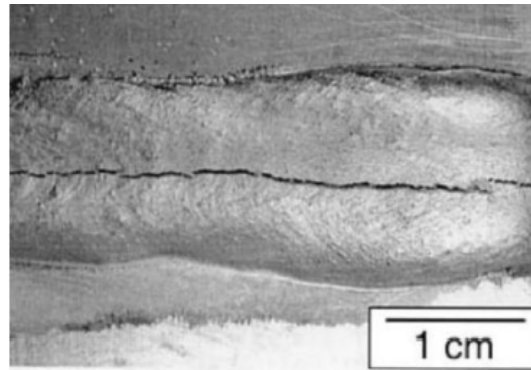


Figure.I.1 : Fissuration à chaud de solidification [8]

De ce fait, elles sont en tous points perpendiculaires aux isothermes. Elles sont toujours larges du fait de la contraction du métal environnant durant le refroidissement. Dans certains cas, elles peuvent se prolonger tout le long de la pièce soudée. C'est la raison pour laquelle ce type de fissuration qui engendre des conséquences très néfastes, a été minutieusement étudié en comparaison des deux autres types de FAC.

I.1.1.2. FAC par liquation

Ces fissures apparaissent principalement dans la ZAT du métal de base proche de la zone de liaison. Elles sont localisées dans la partie de la ZAT dont la température appartient à une plage appelée plage de liquation. Cette plage de température se situe en dessous de la température de solidus du matériau en question. Elle dépend du type de matériau, de sa composition chimique, de la microstructure... etc.

Le mécanisme de ce type de FAC est directement lié à l'hétérogénéité de répartition de certains éléments chimiques à l'échelle des grains. Pour les aciers inoxydables austénitiques, la FAC par liquation peut être associée à plusieurs éléments dont le niobium, le bore, le soufre et le phosphore. L'analyse de la littérature montre que l'origine de FAC par liquation est attribuée à la formation, lors des excursions à haute température, de films liquides intergranulaires impliquant une baisse de ductilité du matériau ([5]-[7], [9]). Ces films intergranulaires, fusibles à plus basse température que la matrice environnante, peuvent être formés suite à la ségrégation aux joints de grains de nombreux éléments d'alliage ou d'impuretés ([11]-[13]). Cet enrichissement aux joints de grains abaisse alors la température de solidus locale. De même, la présence dans les joints de grains de composés fusibles ou formant avec la matrice une phase eutectique à bas point de fusion peut également être l'origine de la formation de ces films ([14]-[16]). On peut citer quelques-uns de ces composés : des sulfures dans des aciers ferritiques ou austénitiques, des carbures de type NbC dans des aciers inoxydables austénitiques et dans des alliages de nickel, des borures dans les aciers austénitiques et des alliages de nickel, des phases intermétalliques Fe_2Ti etc.

Dans ces conditions la phase liquide peut alors apparaître localement à une température nettement plus basse que la température de solidus du matériau homogène et les

températures atteintes en ZAT lors du soudage peuvent facilement permettre la formation de ces films liquides intergranulaires associée à une très forte chute de ductilité du matériau. En l'absence de contraintes de traction, l'alliage pourra néanmoins progressivement récupérer sa ductilité lors du refroidissement après solidification de ces films liquides. Cependant, dans les conditions standard de soudage, les efforts mécaniques subis par un point de la ZAT engendrés par les gradients thermiques, le retrait thermique et le bridage passent progressivement d'un état de compression en début de refroidissement à un état de traction en cours de refroidissement. Si le matériau ne récupère pas sa ductilité avant que les contraintes ne redeviennent en tension, les zones de fusion partielle peuvent alors donner naissance à des fissures à chaud dans la ZAT et assurer leur propagation [5]. En pratique plus la température de fusion locale est basse, plus le matériau ne récupère sa ductilité au refroidissement qu'à basse température et donc plus le risque de FAC par liquation est élevé. Le schéma de la figure I.3 résume ce mécanisme de FAC par liquation.

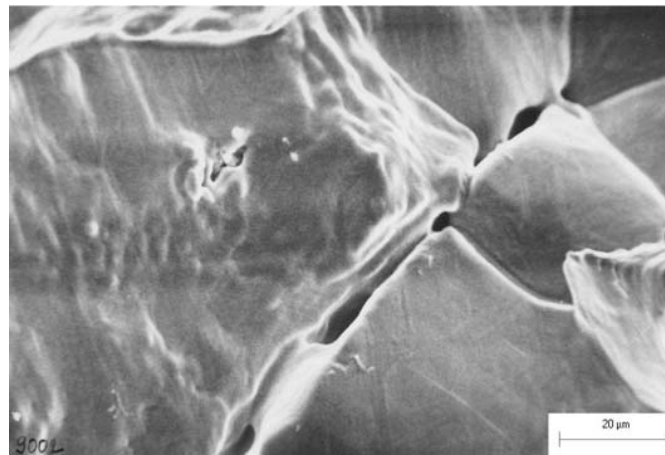


Figure I.2 : Ponts intergranulaires sur faces de rupture par liquation d'un acier inoxydable austénitique [64]

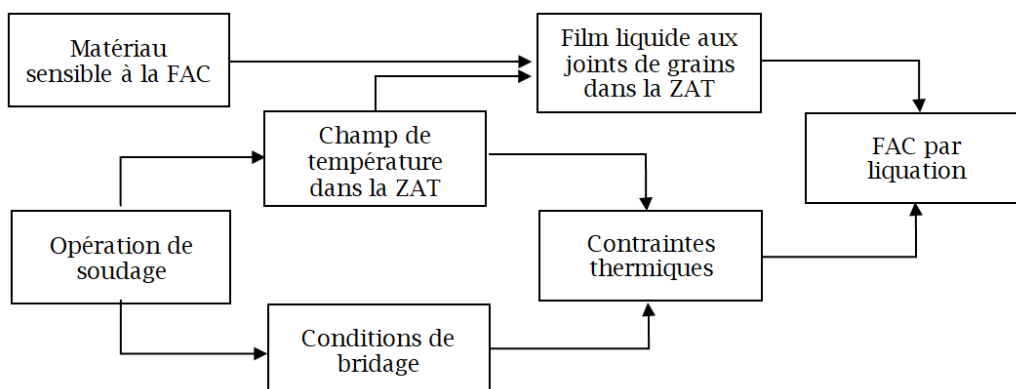


Figure I.3 : Schéma de principe illustrant la FAC par liquation en soudage

I.1.1.3. FAC par manque de ductilité

Ce type de FAC concerne en particulier les alliages base nickel tels que l'Inconel 690 et l'Inconel 600, qui sont de plus en plus utilisés dans l'industrie nucléaire.

Ce type de FAC est de type intergranulaire et est observé sur des alliages ayant une structure austénitique et sans changement de phase à l'état solide. Ces fissures s'initient à l'état solide dans une plage de température nommée Ductility Dip Temperature Range (DTR) comprise entre 50% et 80% de la température de fusion.

Ce type de FAC a été peu étudié par rapport aux deux autres types. Les explications du mécanisme de ce type de FAC divergent suivant les auteurs. G. A. Young et al. [17] montrent que des fissures par manque de ductilité s'amorcent dans un alliage Ni-Cr, au niveau des carbures de chrome et de fer $(Cr, Fe)_{23}C_6$ et que la ségrégation des impuretés telles que S, P n'a pas d'effet significatif. D'autres auteurs se basent sur le glissement des joints de grains pour expliquer ce phénomène pour l'alliage Inconel 690 [18].

I.1.1.4. Comparaison entre les différents types de FAC

Si les deux premiers types de fissuration concernent en particulier les aciers inoxydables austénitiques, la FAC par manque de ductilité concerne essentiellement les alliages à base nickel mais peut tout de même se produire dans les aciers inoxydables austénitiques. Les trois types de FAC se différencient de plus par leur plage de température d'apparition. La FAC de solidification se produit aux plus hautes températures (supérieures à 1350°C pour les aciers inoxydables austénitiques). La FAC par manque de ductilité se produit aux plus faibles températures (environ 700°C-1100°C pour les aciers inoxydables austénitiques). Enfin la FAC par liquation se produit à des températures intermédiaires (1150°C-1300°C pour les aciers inoxydables austénitiques).

Par ailleurs, si en pratique les mécanismes de FAC par liquation et de FAC de solidification sont très voisins puisqu'il s'agit de fissuration par champ de contraintes d'origine thermique au cours de refroidissement dans une zone où deux phases, solide et liquide, coexistent, il existe cependant des différences au niveau de la géométrie des fissures. Tout d'abord, la FAC de solidification se produit lors du passage liquide-solide d'une zone macroscopique (zone fondue), ce qui explique les dimensions importantes des fissures. Tandis que la FAC par liquation se produit lors du passage solide-liquide de zones très locales (joints de grains) dans un milieu quasiment solide, ce qui explique leurs dimensions modestes [5]. Les fissures à chaud par liquation se différencient par ailleurs de celles de solidification par leur localisation (figure I.4) : les fissures de solidification sont beaucoup plus grandes et se trouvent dans la zone fondue tandis que les fissures par liquation ont une taille beaucoup plus petite et se trouvent dans la ZAT ([5], [6]). C'est ce type de FAC que l'on rencontre fréquemment lors du soudage des produits moulés.

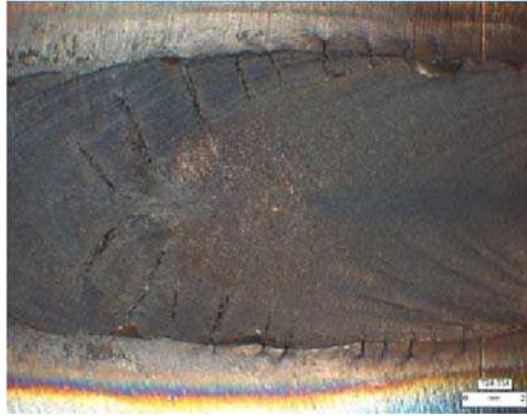


Figure I.4 : Fissures à chaud par liquation (petites, dans la ZAT) et fissures à chaud de solidification pour l'acier AISI 321 (grandes, dans la zone fondue) [8]

En ce qui concerne les éléments chimiques, la présence d'impuretés telles que le soufre, le phosphore ou celle de composés à bas point de fusion sont bien connues pour influencer grandement sur les deux types de FAC par liquation et solidification. Cependant, la répartition de ces éléments et composés joue un rôle plus important pour la FAC par liquation, compte tenu de l'origine intergranulaire du phénomène.

I.1.2. Paramètres influant la FAC par liquation

Le phénomène de FAC par liquation n'a pas été autant étudié que la FAC de solidification, en raison des faibles dimensions des fissures et de leurs plus faibles conséquences. Cependant, dans des domaines nécessitant des impératifs de sécurité élevés tels que l'industrie nucléaire, ce type de FAC mérite des recherches approfondies. Plusieurs facteurs contribuent de façon plus ou moins importante dans le phénomène de FAC par liquation lors du soudage [19], mais ils peuvent être classés en deux grandes catégories : les facteurs liés au mode opératoire de soudage et les facteurs liés au matériau.

I.1.2.1. Influence des facteurs liés au mode opératoire de soudage

La géométrie de la pièce soudée et les conditions de soudage (bridage, intensité de la source de chaleur, vitesse de la torche...) peuvent influencer le phénomène de fissuration par liquation et ce de manière complexe. Par exemple, la source de chaleur joue un double rôle. D'une part, elle crée une zone où la température est suffisamment haute pour que les films liquides intergranulaires puissent se former. D'autre part, elle contribue à la création d'un champ de contraintes suffisamment important pour que les fissures à chaud puissent se produire et se propager dans cette zone.

Les facteurs liés au mode opératoire de soudage qui ont une influence sur le phénomène de FAC par liquation sont :

- La forme du cordon : des expériences montrent qu'une forme convexe du cordon permet d'éviter les fissures à chaud par rapport à une forme concave.
- La vitesse de soudage : elle peut influencer le risque de FAC par liquation. Une augmentation de la vitesse de soudage réduit l'énergie de soudage et diminue donc la zone sensible à la FAC [20]. En revanche, cette augmentation peut créer un gradient de température important et donc augmenter le risque de FAC par liquation.
- L'intensité du bridage : plus le bridage est intense, plus les contraintes de traction lors du refroidissement peuvent être importantes et plus le risque de FAC par liquation est élevé.

I.1.2.2. Facteurs liés au matériau

Le phénomène de FAC par liquation dépend fortement du matériau utilisé (composition chimique, méthode d'élaboration, traitement thermique, comportement thermomécanique...), et plus précisément de :

- La présence d'éléments d'alliage ou d'impuretés tels que S, P qui ségrègent aux joints de grains, abaissant localement le point de fusion ([14]-[16]) ou de composés fusibles ou formant avec la matrice un eutectique à bas point de fusion dans le matériau ([5]-[7], [21]).
- La limite d'élasticité du métal de base : plus elle est élevée, plus les contraintes d'origine thermique de soudage sont importantes et plus le risque de FAC par liquation (mais aussi de solidification) est important.
- La tension superficielle entre grains : de manière générale, plus elle est faible, plus un film liquide entre les grains peut se former facilement et plus le risque de FAC est important. En effet, Frappier et al. [13] montrent que si l'énergie interfaciale entre grain et film liquide est à la moitié de la valeur de l'énergie du joint de grains, le remplacement du joint de grain par un film liquide est énergétiquement favorable.

La composition chimique de l'alliage est certainement le paramètre le plus influent sur le phénomène de FAC par liquation en soudage, la littérature précisant l'influence des éléments chimiques et leurs effets combinés :

- Carbone et niobium

L'influence de ces deux éléments a été étudiée par un grand nombre de chercheurs. Morishige [22] dans une analyse statistique de 40 coulées d'aciers inoxydables austénitiques a proposé la quantité empirique suivante pour caractériser la sensibilité à la FAC par liquation :

$$\Delta H = -700C + 17Cr - 37Ni - 117Nb + 29Mo + 188 \text{ (% mass.)}$$

L'auteur a introduit un seuil de 100 pour cette quantité, au-dessus duquel le matériau a une excellente résistance à la FAC. Cette approche rend bien compte de l'effet individuel de chaque

élément. Ainsi elle confirme les travaux de Suzuki [23] qui indique que le carbone est en général un élément qui affecte défavorablement la FAC. Cependant, cette quantité ne prend pas en compte l'effet combiné des différents éléments. Cullen et Freeman pour l'acier inoxydable 347 [24] puis Ogawa [25] observent ainsi que le carbone augmente considérablement la résistance à la FAC quand la teneur en niobium est élevée en évitant la formation de l'eutectique à bas point de fusion Fe_2Nb -austénite qui se trouve remplacé par l'eutectique NbC -austénite de température de fusion plus élevée. Pour cela, la teneur en carbone doit dépasser le rapport stœchiométrique du composé NbC.

- Titane

Lippold [26], Brooks [33] et Thomas [62] notent un effet négatif du titane vis-à-vis de la fissuration à chaud des aciers inoxydables. Le titane favorise la FAC par liquation suite à la formation de phases intergranulaires à bas point de fusion de type carbonitride de titane et Fe_2Ti . L'effet reste moins prononcé que dans le cas du niobium.

- Soufre, phosphore et bore

Ces éléments sont présents dans les aciers inoxydables austénitiques en quantités très faibles (de quelques dizaines à quelques centaines de ppm). Ils ont un rôle néfaste vis-à-vis de la FAC de manière générale. Des critères empiriques dépendant de la somme de leurs concentrations ont été définis. Par exemple, Kujanpaa et al. [27] affirment que si la somme des teneurs en soufre et en phosphore est inférieure à 0.01% (100 ppm), il n'y a pas de risque de FAC. En 1978, Brooks [28] et ses collègues ont conçu un diagramme permettant de classer les effets de la somme des teneurs en phosphore et en soufre sur la sensibilité à la fissuration des aciers inoxydables. Kujanpaa et al. [29] ont ensuite proposé un diagramme similaire en ajoutant la teneur en bore à celles en phosphore et en soufre sur l'axe des ordonnées (figure I.5). Les effets combinés d'éléments, tels que le manganèse dans la réduction des effets néfastes du soufre, ou le rôle de l'oxygène dans la réduction des effets du bore ont reçu une attention relativement limitée.

Les effets combinés des différents éléments sur le risque de FAC sont donc complexes. Dans ce travail on s'intéresse plus particulièrement aux effets intrinsèques du bore sur le risque de fissuration à chaud par liquation dans les aciers inoxydables austénitiques. Cette influence est donc discutée en détail par la suite.

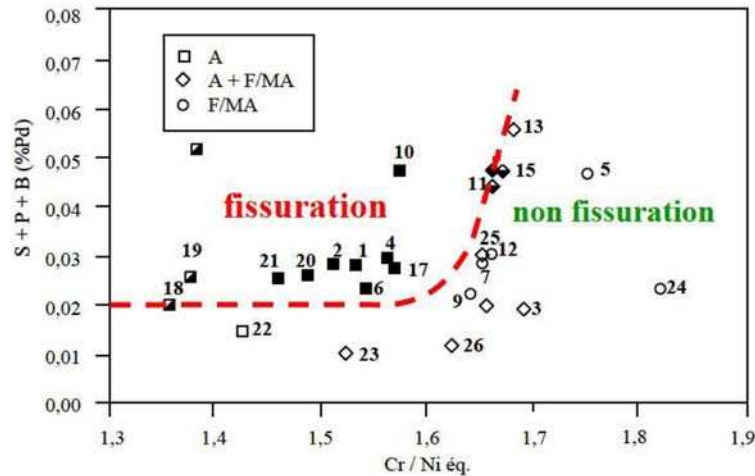


Figure I.5 : Diagramme dit de Suutala. Influence combinée du soufre, du phosphore et du bore sur la FAC d'aciers inoxydables [29]

I.2. Le bore dans les aciers inoxydables austénitiques

I.2.1. Rôle du bore

Le bore est l'élément chimique de numéro atomique 5. Il possède plusieurs isotopes mais seuls deux isotopes ^{10}B et ^{11}B sont stables et présents dans la nature. Comme indiqué précédemment il peut être présent naturellement mais on peut aussi l'ajouter de façon intentionnelle dans les aciers inoxydables austénitiques pour améliorer certaines caractéristiques comme la résistance au fluage, la limite d'élasticité ou la capacité d'absorption des neutrons. La quantité de bore ajoutée dans l'acier est plus ou moins importante selon la propriété visée. Elle peut aller de quelques dizaines de ppm (pour améliorer la résistance au fluage typiquement de 20 à 50 ppm ([30]-[32])) vers quelques pourcents (pour améliorer la capacité d'absorption des neutrons, par exemple dans des piscines de désactivation des centrales nucléaires).

En revanche, la baisse de résistance à la corrosion à haute température et le risque de FAC par liquation au-delà d'une certaine teneur en bore limitent son emploi dans les aciers inoxydables [33]. En particulier, le risque de FAC par liquation est intimement lié à la présence de borures aux joints de grains lorsqu'une quantité excessive du bore est présente dans le matériau. En effet, plusieurs études ([5]-[7]) ont mis en évidence le rôle néfaste du bore sur le phénomène de fissuration à chaud dans les aciers inoxydables (mais aussi dans les Inconels) via la formation au niveau des joints de grains de films enrichis en bore et d'eutectiques austénite / borures à bas point de fusion, la température de palier eutectique étant beaucoup plus faible que la température de solidus de l'acier sans bore. Comme indiqué précédemment, lors du soudage la température dans la ZAT peut atteindre une valeur suffisante pour que la fusion de ces zones intergranulaires ait lieu, conduisant à un risque élevé de fissuration par liquation

lors de l'établissement des contraintes de traction en cours de refroidissement (figure I.6). La solubilité du bore dans la matrice austénitique et les phénomènes de ségrégation du bore aux joints de grains vont jouer un rôle crucial dans la formation de ces zones intergranulaires à bas point de fusion.

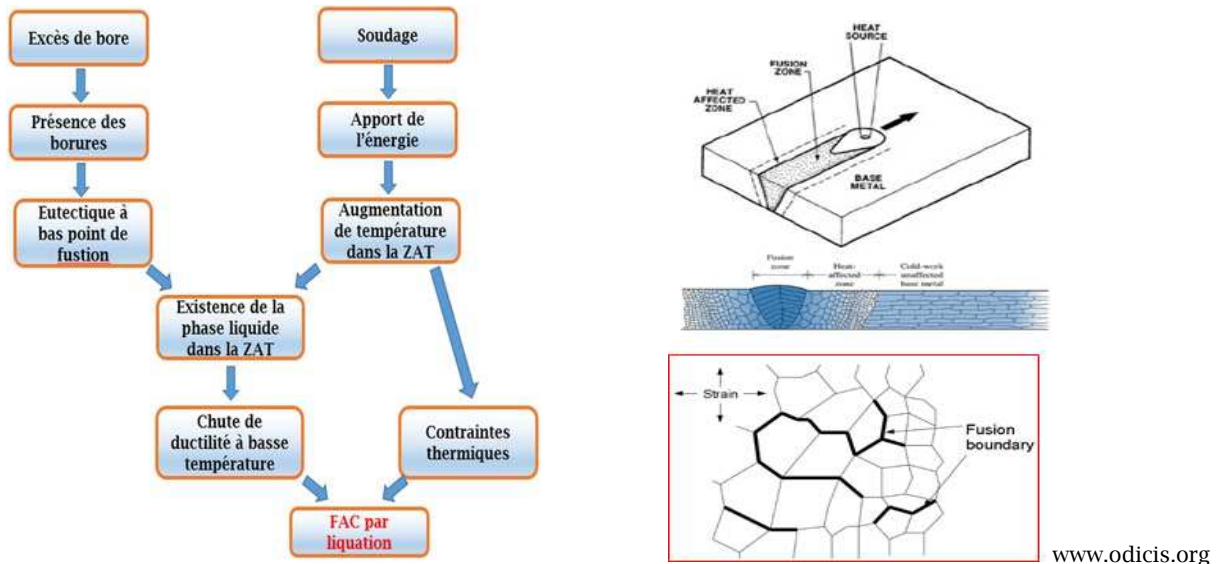


Figure I.6 : Schéma de principe du mécanisme de la FAC par liquation associée à la présence de bore

I.2.2. Solubilité du bore

Goldschmidt [34] a étudié la solubilité du bore dans l'acier inoxydable austénitique de type 18Cr-15Ni. Elle atteint une valeur maximale de l'ordre de 100ppm à la température du palier eutectique d'environ 1120°C et décroît rapidement en fonction de la température (figure I.7). Au-delà de cette limite de solubilité, le borure de type M_2B précipite dans l'acier. Par comparaison H. Ohtani, M. Hasebe et K. Ishida [39] ont déterminé, via des calculs d'énergie libre, une solubilité maximale de 43 ppm pour une température eutectique de 1077°C. Brown et ses collègues [40] ont étudié expérimentalement la solubilité du bore dans du fer pur par autoradiographie, technique qui permet de caractériser la répartition du bore en solution et dans les précipités ainsi que sa ségrégation aux joints de grains. Les auteurs ont observé que la solubilité maximale du bore à la température eutectique de l'ordre de 1150°C est comprise entre 45ppm et 65ppm. Au-delà de cette teneur, des précipités riches en bore et du bore ségrégué aux joints de grains apparaissent.

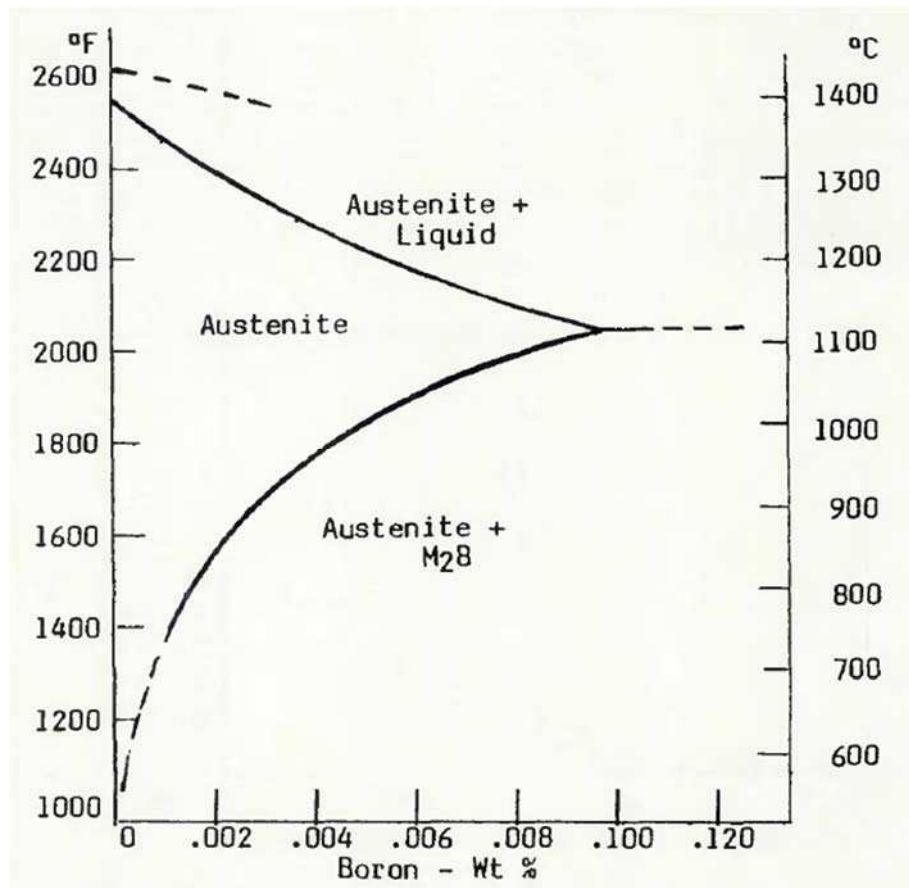


Figure I.7 : Diagramme de phase du bore dans l'acier inoxydable 18Cr-15Ni [34]

Dans les aciers inoxydables, selon la composition chimique, la solubilité du bore peut varier d'une nuance à l'autre mais reste toujours très faible. On pourrait alors penser que, dans ces conditions on peut minimiser le risque de fissuration par liquation en ZAT simplement en limitant la teneur en bore dans l'acier en dessous de cette solubilité. Ainsi Brooks [33] constate que la réduction de la teneur en bore de 60ppm à 20ppm réduit considérablement la tendance à la fissuration à chaud dans la zone affectée thermiquement de l'acier inoxydable de type A286. Cela est en accord avec les exigences du code RCC-M qui impose une teneur maximale en bore de 18ppm dans les aciers inoxydables austénitiques destinés au soudage pour éviter le risque de FAC.

Cependant le problème est plus complexe. En effet Donatti et al. [6] ont observé le phénomène de liquation dans la ZAT dès que la teneur en bore dépasse 10ppm dans l'acier inox 321 (18-10 Ti). Les auteurs ont par ailleurs considéré plusieurs aciers inoxydables de type 316 avec des teneurs en bore variant de 5 à 112ppm. En-dessous de 35ppm, le recuit des tôles maintient le bore en solution ou sous forme de $FeMo_2B_2$ intragranulaire. Dans ces conditions, si le bore peut ensuite être conservé en solution par trempe rapide des tôles avant soudage, le risque de fissuration par liquation est évité. Cela n'a cependant pas été considéré industriellement réalisable car la vitesse de refroidissement exigée est trop élevée. Par la suite, les travaux

réalisés par Boudot et Zacharie [7] ont montré que la teneur maximale en bore pour éviter le risque de FAC par liquation dans l'acier inoxydable de type 316 peut atteindre 45ppm pour les aciers élaborés au four électrique, mais doit être maintenu en dessous de 25ppm pour les aciers élaborés en poches sous vide. La présence d'oxydes dans les aciers élaborés dans le four électrique pouvant emprisonner une partie du bore expliquerait ces observations.

Enfin selon Zacharie [5], même si la teneur en bore est inférieure à sa solubilité à haute température dans l'acier, le risque de FAC n'est pas nul. Son interprétation est que, lors du chauffage rapide associé à l'opération de soudage les borures initialement présents dans l'acier peuvent ne pas avoir eu le temps de se dissoudre, l'équilibre thermodynamique n'étant pas atteint. La réaction eutectique peut donc avoir lieu localement et créer les films liquides aux joints de grains responsables de la chute de ductilité du matériau.

Pour mieux comprendre ces différentes observations il apparaît donc nécessaire de s'intéresser non seulement à la solubilité du bore dans l'acier mais aussi aux mécanismes d'enrichissement en bore par ségrégation aux joints de grains.

I.2.3. Ségrégation intergranulaire du bore

En raison de leur caractère désordonné, les joints de grains de certains alliages sont le lieu de ségrégation intergranulaire d'éléments le plus souvent considérés comme des impuretés tels le phosphore, le soufre, l'oxygène ou dans notre cas le bore. On distingue la ségrégation à l'équilibre et la ségrégation hors-équilibre. La première dépend fortement de la structure du joint de grains et est gouvernée par les paramètres du système joint/cristaux à l'équilibre. La seconde est généralement due aux gradients thermiques de concentration en lacunes qui apparaissent lors de changements brusques de température lors d'une trempe par exemple. Nous allons détailler dans les paragraphes suivant ces deux types de ségrégation.

I.2.3.1. Ségrégation à l'équilibre

Ce phénomène se produit lorsque la ségrégation de l'élément considéré au joint de grains est énergétiquement plus favorable qu'une répartition homogène dans la matrice. Il dépend fortement de la structure du joint de grains et l'épaisseur perturbée au niveau des joints de grains est de l'ordre de quelques couches atomiques. Il se produit lors du refroidissement à partir de températures suffisamment élevées pour que la diffusion du soluté ait lieu.

Plusieurs modèles de ségrégation à l'équilibre ont été proposés. Par exemple, McLean a introduit en 1957 un modèle classique pour rendre compte des cinétiques de ségrégation d'un soluté aux joints de grains. Le joint de grains et la matrice représentent un milieu semi-infini dans lequel une diffusion se produit en direction du joint. Le modèle est basé sur deux hypothèses. La première consiste à supposer que la force motrice de diffusion des atomes de

la matrice vers les joints de grains est le gradient de concentration de soluté. La seconde consiste à supposer que le joint peut accueillir un nombre illimité d'atomes malgré son espace limité.

Notons E_b l'énergie de liaison entre l'atome de soluté et le joint de grains. Quand la concentration des atomes de soluté dans la matrice est faible ($C_m \ll 1$), la concentration des atomes de soluté à l'équilibre thermodynamique au niveau des joints de grains est donnée par :

$$C_b = \frac{C_m e^{E_b/kT}}{1 + e^{E_b/kT}} \quad (1.1)$$

Lorsque la température diminue de façon très lente, on peut facilement vérifier que la concentration des atomes aux joints de grains augmente progressivement, mais avec une concentration du soluté aux joints de grains qui reste toujours inférieure à celle dans la matrice. Si la température baisse brutalement, il faut tenir compte de la dynamique de diffusion du soluté dans le grain, mais la concentration finale du soluté aux joints de grains doit rester toujours inférieure à celle de la matrice. On comprend donc que pour des teneurs inférieures à la limite de solubilité, l'élément devrait rester en solution solide et la ségrégation ne devrait pas avoir lieu.

Or dès les premières observations expérimentales datant des années 1960, la ségrégation du bore aux joints de grains a été détectée même dans un acier contenant moins de 1 ppm de bore [53], c'est-à-dire à une teneur plus faible que la solubilité du bore dans cet acier même à basse température. D'autres auteurs ont par ailleurs montré que la quantité du bore ségrégée est beaucoup plus importante que celle estimée en utilisant le mécanisme de ségrégation à l'équilibre [42], et que la quantité de bore ségrégée dépend de la vitesse de refroidissement [43]. Dans tous les cas, les auteurs ont conclu que la ségrégation du bore ne pourrait pas être complètement expliquée par la ségrégation d'équilibre. Dès 1976, Williams [31] a montré que la ségrégation du bore est essentiellement du type hors équilibre thermodynamique ce qui a été confirmé ultérieurement [35]-[38].

1.2.3.2. Ségrégation hors équilibre

Le mécanisme de la ségrégation hors équilibre est étroitement associé à la présence des lacunes, des atomes de soluté et de complexes lacune-atome de soluté [45]. A une température donnée, ces trois espèces coexistent dans l'équilibre dynamique : lacune + atome de soluté \leftrightarrow complexe. La concentration de chaque espèce est déterminée par différentes énergies libres et énergies de liaison qui dépendent toutes de la température. Si on considère un traitement thermique de recuit suivi d'une trempe, la température initiale de recuit détermine la concentration en lacunes avant trempe. Durant la trempe et/ou pendant un recuit ultérieur, les lacunes en sursaturation dans la matrice migrent vers les joints de grains considérés

comme des puits de lacunes. Si une interaction forte lacune-atome de soluté existe, les atomes de soluté sont drainés vers le joint via la migration de complexes lacune-soluté. L'élimination des lacunes au joint de grains lors du refroidissement déplace l'équilibre dynamique au voisinage des joints (lacune + atome de soluté \leftrightarrow complexe) vers la gauche. Les complexes se décomposent alors en lacunes et atomes de solutés qui sont déposés aux joints de grains. Cette accumulation de soluté affecte une zone qui peut atteindre quelques μm de part et d'autre du joint de grains. Dans ce mécanisme deux diffusions de direction opposées sont à considérer : la diffusion des complexes et des lacunes vers les joints et la diffusion des atomes de soluté vers la matrice selon la loi de Fick. En général, le coefficient de diffusion des complexes étant beaucoup plus élevé que celui des atomes de soluté, le bilan est une ségrégation des atomes de soluté vers des joints de grains. Contrairement au cas de la ségrégation à l'équilibre, la concentration en soluté au niveau du joint peut alors atteindre des valeurs beaucoup plus élevées que la solubilité du soluté. Enfin si l'interaction lacune-atome de soluté est faible les flux de lacunes et de solutés peuvent être en directions opposées et le joint de grain s'appauvrit en soluté.

Cette ségrégation hors équilibre est un phénomène transitoire qui s'arrête dès que l'excès de lacunes en volume a été éliminé. Il existe de plus un certain temps critique t_c au bout duquel le centre du grain est appauvri en complexes et où le déplacement inverse des atomes de soluté du joint vers la matrice se produit. La vitesse de refroidissement est de ce fait un paramètre influençant le phénomène. Si la vitesse de refroidissement est infiniment rapide, aucune diffusion n'a lieu et il n'y a pas de ségrégation. Si cette vitesse est très lente, on atteint le temps critique en cours de refroidissement et les atomes de solutés en sursaturation aux joints de grains rediffusent vers la matrice pour atteindre la concentration d'équilibre.

Un vieillissement ultérieur après trempe permet aussi d'atteindre ce temps critique. Dans ce cas, la ségrégation des solutés peut se produire pendant le recuit isotherme après un refroidissement rapide à partir de températures élevées si les concentrations de lacunes et de complexes lacune-soluté, créés à haute température et partiellement annihilés pendant le refroidissement sont encore supérieures aux concentrations d'équilibre correspondant à la nouvelle température de recuit ([42], [43]). Ce phénomène résulte de l'annihilation des lacunes et des complexes lacune-soluté aux joints de grains pendant le recuit à basse température. La diffusion du soluté à partir des joints de grains commence après la ségrégation des solutés, si la température et le gradient de concentration des atomes de soluté libres entre les joints de grains et la matrice sont suffisamment élevés, et s'achève une fois que les concentrations d'équilibre sont atteintes.

I.2.3.3. Ségrégation du bore dans les aciers inoxydables austénitiques

Karlsson et Norden ([35]-[38]) ont utilisé différentes techniques (microscopie électronique en transmission, microscopie ionique à émission de champ, la spectrométrie de masse d'ions

secondaires, profils atomiques ...) pour étudier la ségrégation intergranulaire dans les aciers inoxydables austénitiques de type 316L contenant 40ppm de bore. Ils ont déterminé les profils de ségrégation pour des vitesses de refroidissement allant de 0,29°C/s à 530°C/s, et pour trois températures de départ : 800°C, 1075°C et 1250°C. La ségrégation intergranulaire du bore a été observée après chaque traitement. La quantité du bore ségrégée aux joints de grains décroît avec la température initiale et la vitesse de refroidissement qui maximise cette quantité est de l'ordre de 10-30°C/s. La ségrégation est de type hors équilibre sauf quand la température de départ est 800°C où la quantité ségrégée est plus faible et la ségrégation est plutôt de type à l'équilibre. Outre la présence de films intergranulaires riches en bore, fer, chrome et molybdène d'épaisseur nanométrique, des borures de structure quadratique de type M_2B , M_3B_3 et M_3B_2 tous riches en Fe, Cr et Mo (avec prédominance de la structure M_3B_2) ont été observés. Dans le cas d'un acier 316L contenant 1ppm de bore subissant un refroidissement depuis 1250°C à une vitesse de refroidissement de 31°C/s, la ségrégation du bore aux joints de grains est aussi mise en évidence mais elle est moins importante que dans le cas précédent. Un autre acier de type 321 (proche d'un 316L mais sans molybdène) contenant 23ppm de bore (acier 321) a été également étudié. Les auteurs ont constaté que la ségrégation du bore aux joints de grains est très faible avec une vitesse de refroidissement de 530°C/s depuis 1250°C et devient de plus en plus importante quand on diminue la vitesse de refroidissement. En particulier, pour la vitesse de refroidissement de 0,29°C/s, de gros précipités contenant du bore (de type borures orthorhombiques M_2B) sont présents aux joints de grains. Une forte concentration intergranulaire en bore a été également observée pour le traitement thermique de trempe depuis 800°C sur cet acier associé à une ségrégation de type à l'équilibre.

Karlsson [37] a aussi proposé un modèle de calcul de ségrégation intergranulaire hors-équilibre appliqué au cas du bore dans les aciers inoxydables austénitiques en faisant les hypothèses suivantes :

- Tous les coefficients du modèle sont indépendants de la concentration en éléments ;
- La précipitation dans la matrice est négligée ;
- La vitesse de refroidissement est constante ;
- Aucun gradient de température ou de contraintes résiduelles qui pourrait jouer sur la diffusion n'est considéré.

Ses résultats de simulation indiquent qu'effectivement une vitesse de refroidissement intermédiaire (de l'ordre de 30°C/s) maximise la quantité du bore ségrégée aux joints de grains. De plus, cette quantité ségrégée augmente avec la température de maintien initial en raison de la plus grande quantité de lacunes formées et trempées. Selon l'auteur, le niveau de ségrégation hors équilibre au joint de grains augmente avec la concentration de soluté. Cependant, la quantité maximale d'enrichissement de soluté est déterminée par la concentration de lacunes et de complexes lacune-soluté, qui est, à son tour, déterminée par

les conditions de trempe. Ces résultats sont cohérents avec l'observation de Williams et ses collègues qui ont étudié la ségrégation du bore aux joints de grains d'un acier de type 316 contenant 18 ppm de bore et recuit à haute température puis trempé [44].

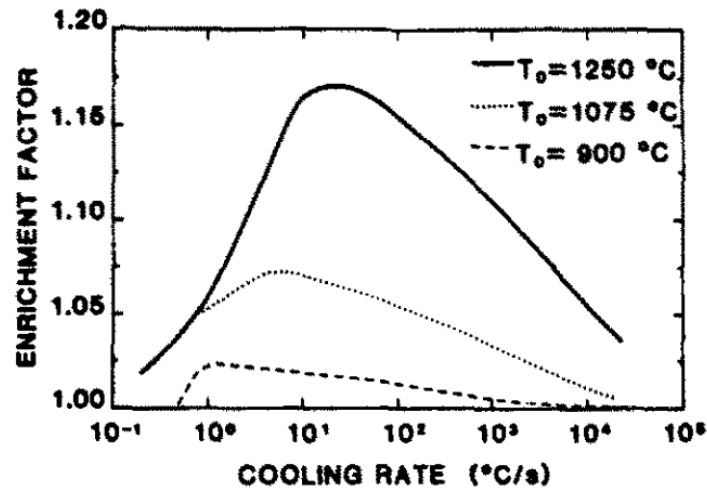


Figure I.8 : Evolution du facteur d'enrichissement intergranulaire du bore d'un acier inoxydable austénitique en fonction de la température de recuit et de la vitesse de refroidissement [37]

Les travaux de Song Shenhua et ses collègues ([47], [48]) ont confirmé les constatations de Karlsson et Norden pour un acier austénitique à 30% de nickel contenant 10ppm de bore. Là encore la quantité de bore ségrégée aux joints de grains sous diverses conditions de recuit et de refroidissement a été estimée. Le temps critique t_c et la vitesse critique ont été calculés en considérant un refroidissement comme une suite infinie des maintiens infinitésimaux consécutifs. Ce temps de maintien critique diminue avec la température et passe de 4,2s à 1200°C à 3,2s à 1250°C. La vitesse de refroidissement critique à partir de 1050°C maximisant la quantité de bore ségrégée aux joints de grains est environ 10°C/s. Cette valeur est du même ordre de grandeur que celle observée par Karlsson et Norden. Dans une publication ultérieure [49] sur le même matériau, grâce à la technique de détection du bore par autoradiographie de suivi de particules (PTA), les auteurs ont mis en évidence la très grande rapidité du processus de ségrégation lors du refroidissement qui ne peut être évité même à une vitesse de refroidissement de 600°C/s. Les auteurs ont par ailleurs montré que la vitesse de refroidissement maximisant la quantité du bore ségrégée aux joints de grains se trouve entre 10°C/s et 20°C/s pour un acier contenant 22ppm de bore.

He et al. [51] ont étudié par PTA la ségrégation et la déségrégation du bore aux joints de grains dans un acier à faible teneur en carbone contenant 33ppm de bore recuit à 1000°C après trempe à l'eau à partir de 1100°C. Ils ont constaté que la ségrégation des solutés s'est produite très rapidement (terminée après quelques secondes), mais que la déségrégation n'a été

terminée qu'au bout de quelques minutes. En plus de la procédure du traitement thermique, le niveau de ségrégation hors équilibre aux joints de grains dépend également du type de soluté et de sa concentration dans le matériau. Mun et ses collègues [50] ont également mis en évidence les phénomènes de ségrégation et déségrégation du bore dans un acier contenant 22ppm de bore lors d'un recuit à 900°C après un refroidissement rapide (50°C/s) à partir de 1200°C. La quantité ségrégée augmente avec le temps de recuit et atteint une valeur maximale entre 30s et 60s, puis diminue ensuite.

I.2.4. Simulation Matcalc

I.2.4.1. Généralités

Nous avons vu dans la littérature que la présence excessive du bore dans un acier inoxydable austénitique peut donner naissance à la formation de borures et/ou de films intergranulaires riches en bore. Si la teneur en bore aux joints de grains dépasse un seuil critique la fusion de ces zones intergranulaires lors d'excursions à haute température est à l'origine du phénomène de FAC par liquation. L'enrichissement en bore aux joints de grains dépend en pratique de la teneur en bore globale de l'alliage mais aussi de la vitesse de refroidissement après mise en solution via le phénomène de ségrégation hors-équilibre. Nous avons également vu que la teneur critique du bore varie d'une étude à l'autre. En particulier, Zacharie [5] a trouvé un seuil de bore qui se trouve entre 35ppm et 45ppm en-dessous duquel il n'y a pas de risque de FAC par liquation. De plus, l'origine de l'exigence de 18ppm de bore pour tous les aciers inoxydables austénitiques n'est pas connue. Enfin la solubilité du bore dans la matrice des aciers inoxydables austénitiques n'est pas très bien précisée dans la littérature. Avant d'aller plus loin dans l'étude du phénomène nous avons donc réalisé une simulation de la solubilité du bore dans les aciers inoxydables austénitiques. Cette simulation est effectuée à l'aide du logiciel Matcalc.

Nous allons commencer par simuler les diagrammes de phases Fe-C à des fins de vérification de la pertinence des données d'entrée dans Matcalc. Puis nous allons construire un diagramme de phase binaire fer-bore. Nous finissons par simuler les diagrammes de phase fer-bore en présence d'autres éléments d'alliages de la nuance 316L, en particulier les aciers utilisés par Zacharie dans son étude [5].

I.2.4.2. Transformations de phase du fer pur

Selon les calculs effectués par le logiciel Matcalc sous la pression atmosphérique, le fer pur peut présenter 4 phases : la phase ferrite α avec la structure cristalline Cubique Centrée (CC) existe de la température ambiante jusqu'à 911.65°C. A cette température, la transformation allotropique se produit, la phase ferrite α se transforme en phase austénite γ dont la structure cristalline est Cubique à Faces Centrée (CFC). Cette transformation se produit à la température fixe 911.65°C. La phase γ présente jusqu'à la température 1394.31°C, où la transformation

allotropique a lieu à nouveau : l'austénite se transforme en ferrite δ de structure CC. Cette transformation se produit aussi à la température fixe 1394.31°C. Le changement de phase solide/liquide se produit à la température de fusion de fer pur 1537.79°C. A cette température, la phase ferrite δ se transforme en fer liquide.

Ces températures de transformation de phase présentes dans le logiciel Matcalc sont cohérentes avec les valeurs caractéristiques du fer.

I.2.4.3. Diagrammes de phase binaire

I.2.4.3.1. Diagramme de phase fer-carbone

Avant de simuler la solubilité du bore dans le fer pur, nous avons commencé par vérifier la cohérence du diagramme fer-carbone issu de Matcalc avec celui connu dans la littérature (figure I.9). Deux cas ont été considérés : avec la présence de la cémentite Fe_3C et sans présence de celle-ci. En effet, la phase cémentite étant une phase métastable, elle peut exister si le temps est suffisamment court, mais elle se décompose en fer et en graphite à une plus longue échelle du temps. Cela est connu dans la littérature et il existe deux diagrammes pour ces deux cas.

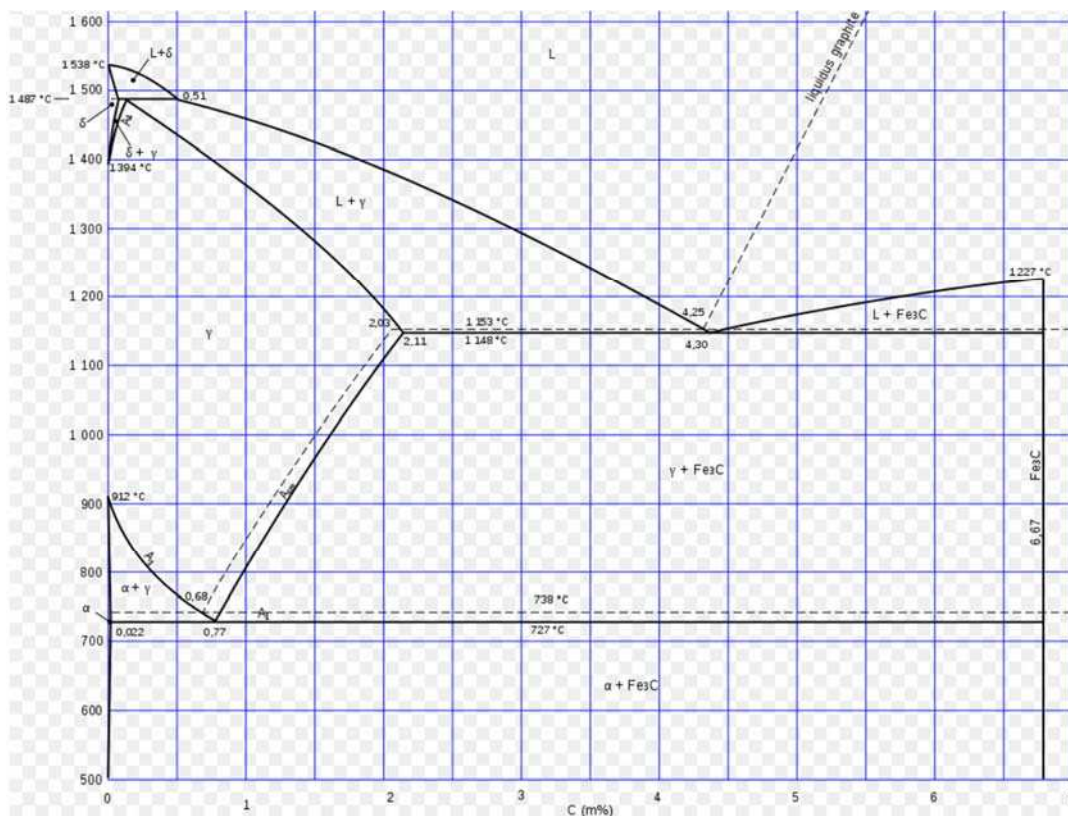


Figure I.9 : traits pleins : diagramme métastable ; traits pointillés : diagramme stable

(a) *Diagramme stable*

Selon le résultat obtenu avec Matcalc, le mélange fer – carbone à faible teneur en carbone peut donner lieu aux phases suivantes : solution solide de carbone dans la ferrite (phase α), solution solide de carbone dans l'austénite (phase γ), solution solide de carbone dans la ferrite haute température (phase δ), phase métastable cémentite FeC_3 de structure orthorhombique, phase graphite stable de structure hexagonale (phase allotropique stable du carbone). Dans un diagramme d'équilibre standard, la phase cémentite n'existe pas car elle est métastable et peut transformer en fer et en graphite comme nous l'avons mentionné ci-dessus. La phase graphite est stable mais le temps de transformation en graphite est long.

Le diagramme de phase stable fer-carbone est montré dans la figure I.10. Il y a 5 phases : ferrite alpha, austénite, ferrite delta, graphite et liquide. Comme nous pouvons le voir sur la figure, il y a une proportion eutectique austénite + graphite qui est d'environ 4.34% de carbone en masse. La température eutectique correspondante est environ 1153.43°C. Cet eutectique commence à apparaître dans l'austénite à une teneur en carbone de 2.03%, au-delà de laquelle la phase liquide commence à se présenter dans l'austénite si la température dépasse la température eutectique. Dans le cas du diagramme fer-bore, cette teneur sera appelée la teneur critique car elle correspond à la teneur où la réaction eutectique commence à se produire faisant apparaître la phase liquide qui provoque une baisse de ductilité du matériau.

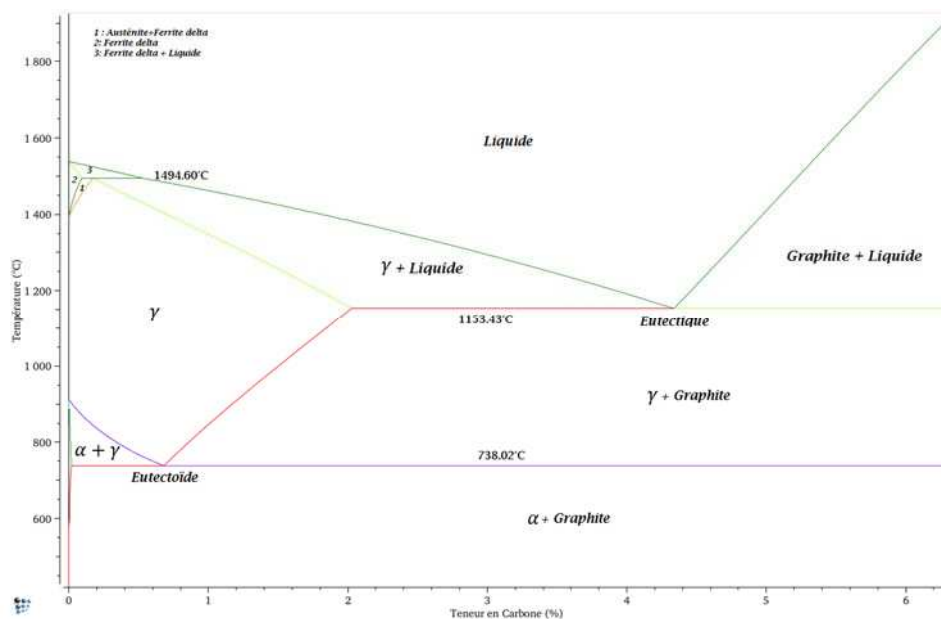


Figure I.10. Diagramme de phase stable fer-carbone

On constate aussi une proportion eutectoïde ferrite alpha + graphite, qui est d'environ 0.68% de carbone en masse. Cet eutectoïde commence à apparaître dans la ferrite alpha dès 0.018% de carbone au-delà de laquelle la phase graphite apparaît. C'est aussi la solubilité maximale

du carbone dans la ferrite alpha qui est assez faible. En revanche, la solubilité de carbone dans l'austénite est assez élevée (2.03% à la température eutectique).

Ce diagramme obtenu par le logiciel Matcalc est très proche du diagramme fer-carbone que l'on peut trouver dans plusieurs sources, pour cet exemple ce logiciel donne donc des résultats pertinents.

(b) *Diagramme métastable*

En désactivant la phase graphite qui a un temps de formation très long (quelques années à 700°C), on peut obtenir un diagramme métastable avec la présence de phase cémentite. Le diagramme métastable est donné dans la figure I.11.

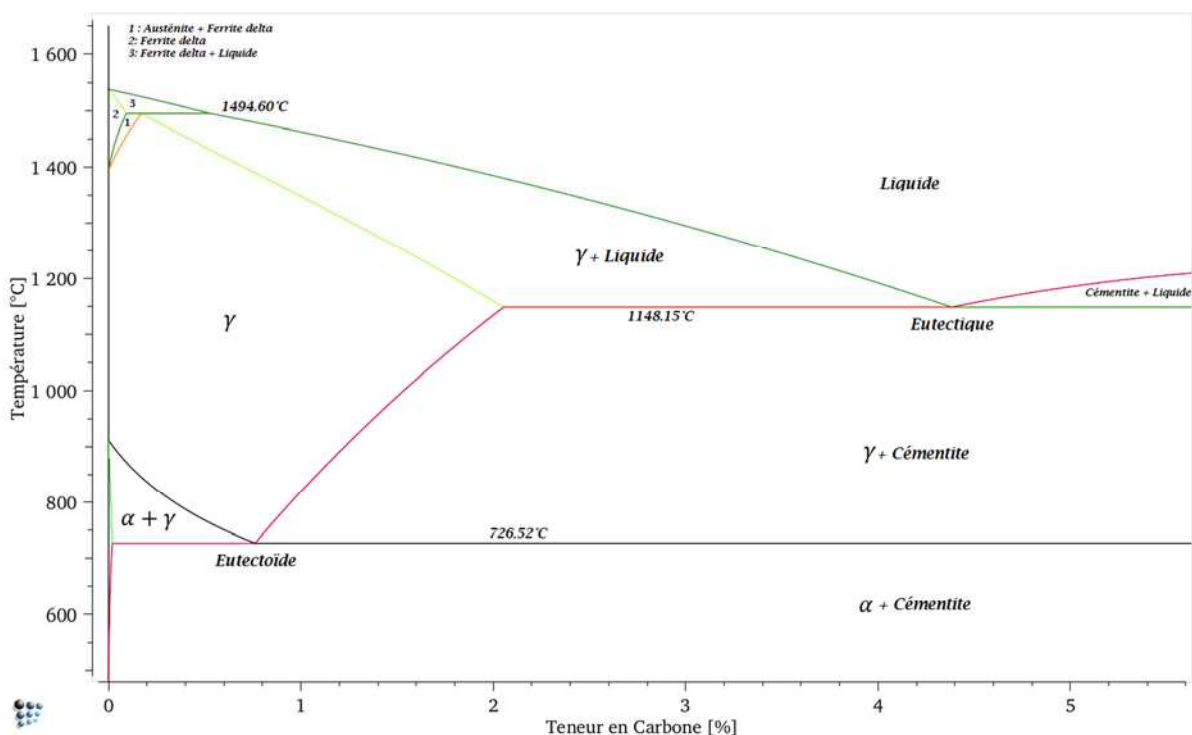


Figure I.11 : Diagramme de phase métastable fer-carbone

On peut constater qu'il y a un léger décalage entre les températures et les proportions eutectiques et eutectoïdes par rapport au diagramme fer-carbone stable. La différence importante est que la courbe liquidus de la cémentite se trouve beaucoup plus basse que la courbe liquidus du graphite. La solubilité maximale du carbone dans la ferrite est de 0.019% à la température eutectoïde 726.52°C. La proportion eutectoïde est de 0.76% de carbone. La solubilité maximale du carbone dans l'austénite est de 2.05% à la température eutectique (teneur critique). La proportion eutectique est de 4.38% de carbone. Ces valeurs sont assez proches des valeurs correspondantes que l'on peut trouver dans beaucoup de sources. Ce diagramme obtenu par le logiciel Matcalc est très proche également de celui trouvé dans la littérature.

I.2.4.3.2. Diagramme de phase fer-bore

Nous avons vérifié la cohérence entre le résultat de simulation par Matcalc et les résultats de la littérature pour le diagramme de phase fer - carbone. Nous allons maintenant réaliser la simulation pour construire le diagramme de phase fer - bore avec Matcalc.

On ne s'intéresse qu'à la teneur en bore inférieure à 8.825% en masse, qui est la teneur en bore dans Fe_2B .

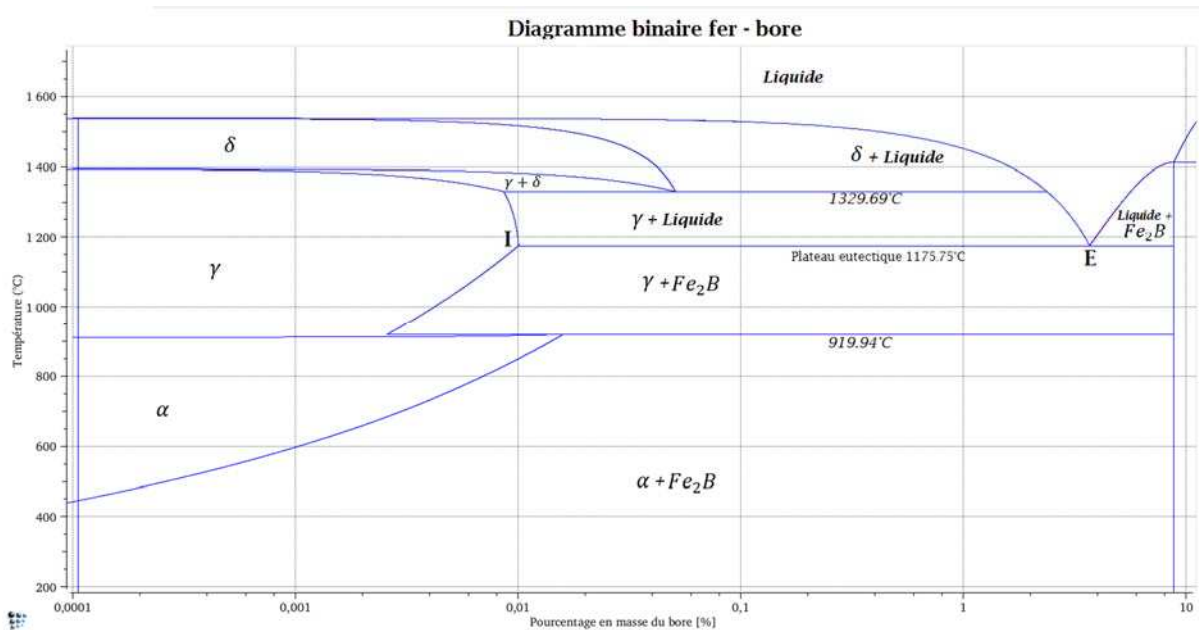


Figure I.12 : Diagramme de phase fer-bore, échelle log-lin

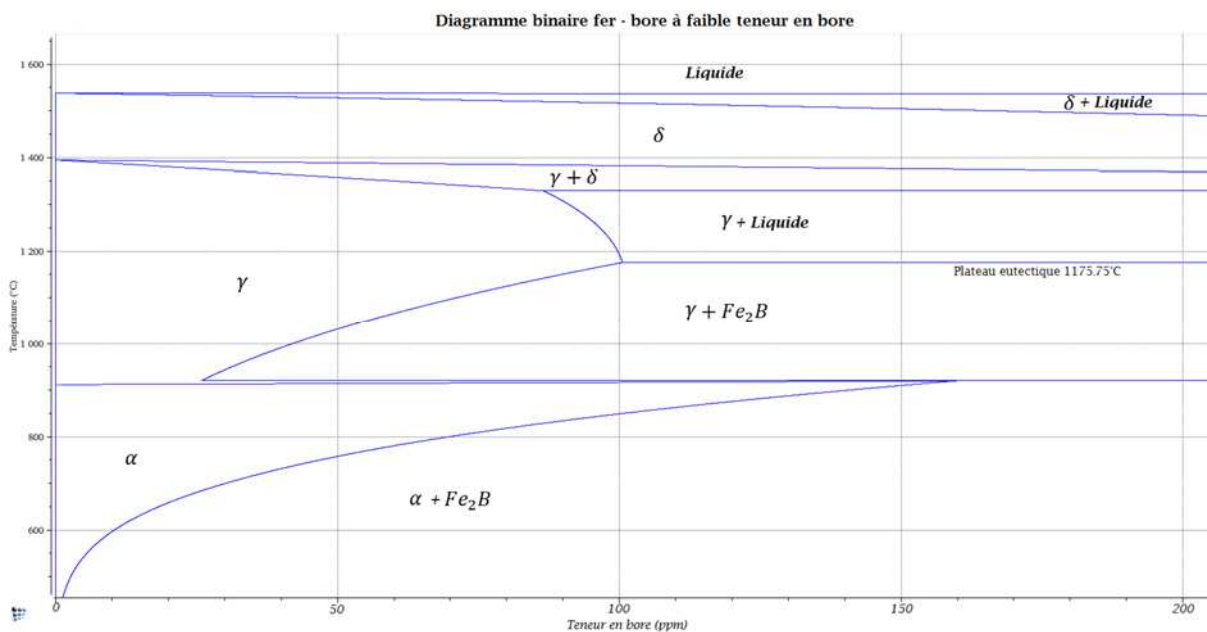


Figure I.13. Diagramme de phase fer-bore à très faible teneur en bore échelle lin-lin

Le diagramme de phase fer - bore obtenu par Matcalc est montré dans les figures I.12 et I.13. La figure I.12 présente le diagramme binaire fer-bore jusqu'à 8.825% de bore en masse. Comme plusieurs ordres de grandeur de la teneur en bore nous intéressent, l'abscisse est présentée en échelle logarithmique. La figure I.13 présente le diagramme binaire fer-bore à très faible teneur en bore (jusqu'à quelques centaines de ppm de bore en masse). Sur la figure I.12, on voit apparaître un point eutectique (point E) où le mélange solide $\gamma + Fe_2B$ se transforme totalement en liquide à une température fixe. La teneur en bore et la température correspondantes à ce point sont appelées respectivement la teneur eutectique et la température critique. Selon Matcalc, la température eutectique vaut 1175.75°C et la teneur eutectique vaut 3.69%.

On constate aussi que la réaction eutectique commence à se produire à partir du point I (que l'on appelle le point critique). La teneur en bore correspondante à ce point est appelée la teneur critique puisqu'il y a une fraction de liquide non nulle à la température critique à partir de cette teneur, qui fragilise le matériau. Selon Matcalc, cette teneur critique vaut 100.5 ppm. Le liquide existe au-delà de la teneur critique (à la température eutectique) à cause de la présence de la phase borure Fe_2B . En effet, la solubilité de bore dans l'austénite augmente de 25.8 ppm à 920°C jusqu'à la teneur critique 100.5 ppm à la température eutectique. La phase borure apparaît à une température si la teneur en bore dans le mélange dépasse la solubilité à cette température. A la température eutectique, si la phase borure est présente dans le mélange, la réaction eutectique aura lieu pour produire du liquide. Notons aussi que la solubilité du bore dans l'austénite est beaucoup plus faible que celle dans la ferrite α et dans la ferrite δ . Par exemple, lors d'une transformation allotropique ferrite/austénite à 920°C, la solubilité du bore chute de 159.8 ppm jusqu'à 25.8 ppm. De même, la solubilité de bore dans la ferrite δ peut dépasser 500 ppm à 1329.69°C.

La température eutectique trouvée par la simulation est en cohérence avec celle citée par plusieurs études. Yilmaz et Ekiri [59] montrent que la réaction eutectique austénite/borure de fer se produit dans l'intervalle 1174°C-1177°C qui inclut la valeur 1175.75°C que l'on a trouvée par Matcalc. H. Ohtani et ses collègues [39] ont trouvé la température eutectique de 1077°C en utilisant des calculs de l'énergie libre. Brown et ses collègues [40] ont trouvé par la voie expérimentale, une température de l'ordre de 1150°C. Zacharie [5] à l'aide des essais Gleeble, a trouvé une chute de ductilité à une température d'environ 1180°C pour les aciers 18-10 Ti (321) et 17-13 Mo (316). En revanche, quant à la teneur eutectique, la littérature diffère. H. Ohtani, et ses collègues [39] ont trouvé une valeur de 43 ppm. Brown et ses collègues [40] ont trouvé par la voie expérimentale, une valeur entre 45ppm et 65ppm. Zacharie a trouvé un seuil critique du bore entre 35-45 ppm. Néanmoins, toutes ces valeurs ont été trouvées pour les aciers inoxydables austénitiques et non pas sur le fer pur. Cela nous suggère d'étudier un diagramme de phase des aciers inoxydables austénitiques en faisant varier la teneur en bore et en laissant la teneur en d'autres composants d'alliage invariable.

I.2.4.4. Diagramme de phase fer-bore des aciers inoxydables austénitiques contenant du bore

En présence de plusieurs éléments d'alliage, le diagramme est beaucoup plus compliqué que le diagramme binaire. Donc, nous nous contentons d'accepter les simplifications suivantes :

- La teneur en bore se limite à une centaine de ppm en masse, pour ne pas avoir d'autres phases contenant du bore.
- Toutes les phases possibles proposées par Matcalc seront choisies pour la prise en compte mais ne seront pas indiquées sur le diagramme de phases si elles ne contiennent pas de bore.

Le diagramme de phase des aciers inoxydables austénitiques que l'on veut construire a pour but de mieux comprendre le rôle du bore dans l'acier et d'expliquer les résultats des essais de fissuration à chaud par liquation. Ces essais ont été réalisés sur les matériaux 18-10 Ti (321) et 17-13 Mo (316L) contenant du bore par Zacharie. Il constate qu'il y a des traces eutectiques sur les faciès de rupture contenant des borures si la teneur en bore de ces matériaux dépasse le seuil 35-40 ppm. Dans le cas des aciers 18-10 Ti, il s'agit de l'eutectique $\gamma/(Fe, Cr)_2B$, alors que dans le cas des aciers 17-13 Mo, il s'agit de l'eutectique $\gamma/FeMo_2B_2$.

Dans la suite, nous commençons par simuler un acier inoxydable austénitique simple pour étudier l'influence de la tendance ferritique sur la solubilité du bore. Nous allons ensuite simuler les différents aciers utilisés par Zacharie [5] lors de sa thèse. Nous allons finir par simuler un de nos matériaux de l'étude.

I.2.4.4.1. Diagramme de phase d'un acier inoxydable austénitique simple

(a) Acier à faible tendance ferritique

Nous allons rétablir le diagramme de phase d'un acier inoxydable austénitique simple qui contient 0.03% de Carbone, 12% de Nickel, 17% de Chrome, 1.5% de Manganèse, 0.5% de Silicium et de 0 jusqu'à 100 ppm de bore. Ces proportions correspondent à des proportions pour un acier inoxydable austénitique de type 316L (mais sans molybdène). Comme nous l'avons expliqué précédemment, on s'intéresse seulement aux composés contenant du bore, d'autres phases seront prises en compte dans la simulation mais ne seront pas indiquées sur le diagramme de phase. Dans un premier temps, nous prenons en compte toutes les phases possibles proposées par Matcalc. En particulier, nous prenons en compte les borures suivants : CrB (orthorhombique), Cr_2B (orthorhombique), Cr_3B_3 , FeB (orthorhombique),

M_2B (quadratique), MnB_2 (hexagonal), Mn_2B (orthorhombique), Mn_3B_4 (orthorhombique),

M_5B_6 (orthorhombique), $M_{23}(B, C)_6$ (cubique à faces centrées)

Le diagramme de phase pseudo-binaire est présenté dans la figure I.14.

On constate que seul le borure Cr_2B existe à haute température à l'équilibre et forme avec l'austénite un eutectique dont le point de fusion est $1313^\circ C$. La teneur critique en bore est d'environ 38 ppm. On voit bien que la solubilité maximale du bore dans cette austénite est beaucoup plus faible que celle dans l'austénite du binaire Fe-B qui est de plus de 100ppm. En revanche, la température eutectique est beaucoup plus élevée, $1313.50^\circ C$ au lieu de $1175.76^\circ C$. Cette température dépasse la plage de température de fissuration à chaud par liquation $1150-1280^\circ C$ communément admise dans la littérature.

Le point important à noter dans cette section est que la solubilité du bore dans l'austénite peut baisser considérablement en présence des éléments d'alliage. Les borures peuvent donc apparaître dans l'acier à une teneur en bore beaucoup plus faible que 100 ppm mais la température eutectique dépasse la plage de liquation en absence des éléments sensibles.

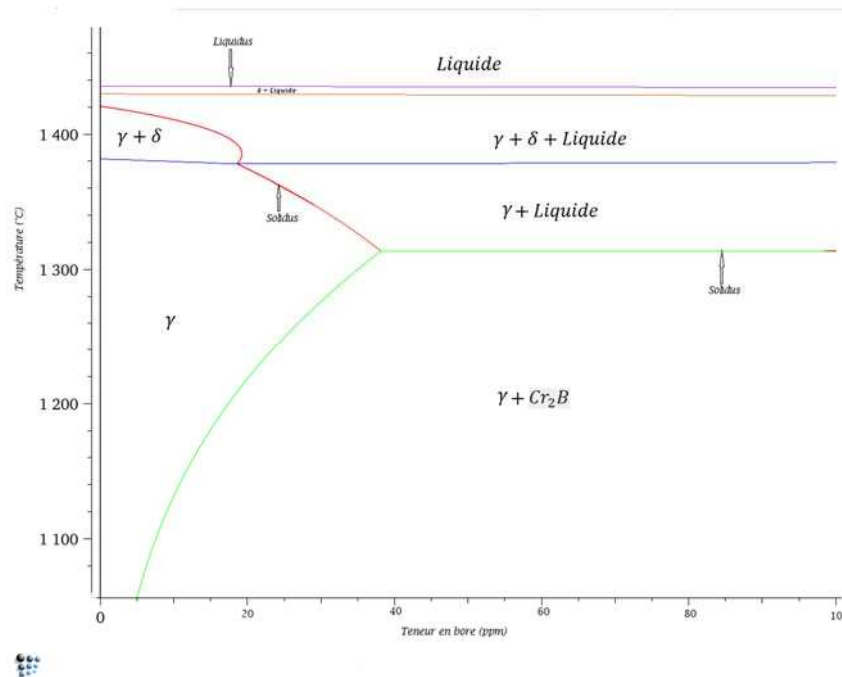


Figure I.14. Diagramme de phase acier-bore à très faible teneur en bore avec faible tendance ferritique

(b) Acier à haute tendance ferritique

Plusieurs études montrent que la présence de la ferrite peut baisser le risque de fissuration à chaud par liquation en augmentant la solubilité des impuretés. Pour étudier le rôle de ferrite, nous allons augmenter la teneur en ferrite en augmentant la teneur en chrome et en diminuant la teneur en nickel, la teneur en d'autres éléments reste invariable.

Plus concrètement, le matériau étudié contient 0.03% de carbone, 10% de nickel, 19% de chrome, 0.5% de silicium, 1.5% de manganèse et de 0 à 100 ppm de bore. Le diagramme de phase est montré dans la figure I.15.

Nous constatons que dans ce cas, la phase ferrite delta apparaît à une température plus faible que la température eutectique faisant augmenter la solubilité du bore dans l'acier. Sur le diagramme, on peut voir clairement une rupture de pente de la courbe de solubilité du bore dans l'acier à la température d'apparition de la ferrite delta. La teneur critique en bore dans ce cas est de 78ppm. On voit bien qu'une augmentation du taux de ferrite peut impliquer une augmentation de la solubilité du bore dans l'acier, donc une baisse de risque de fissuration à chaud par liquation.

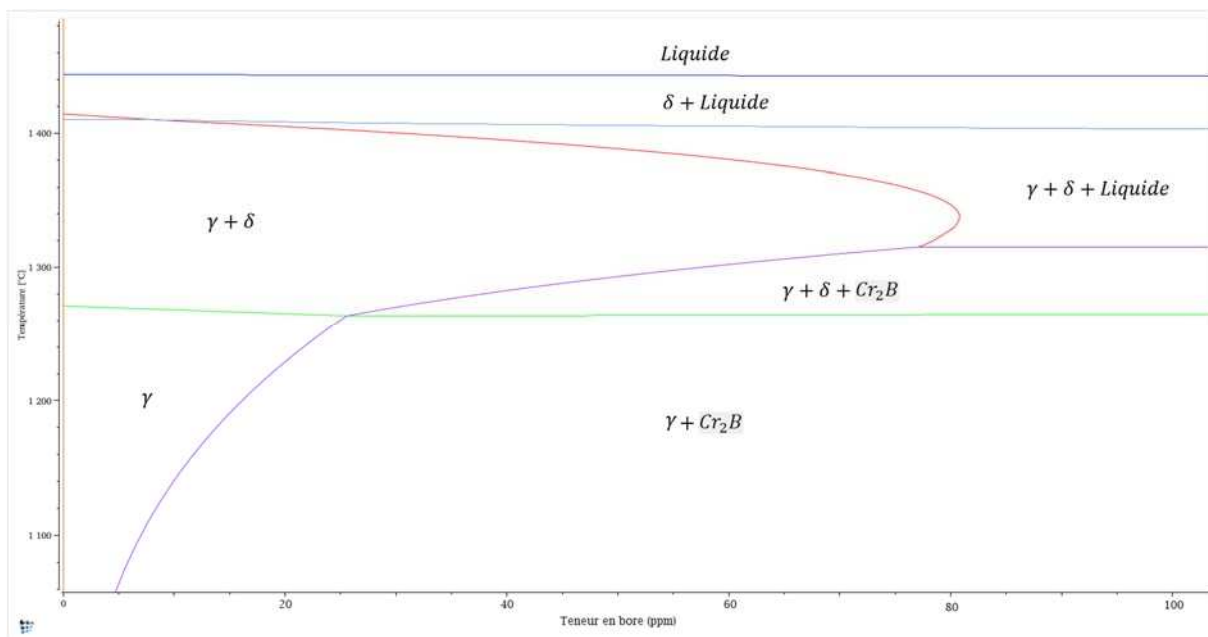


Figure I.15. Diagramme de phase acier-bore à très faible teneur en bore avec haute tendance ferritique

Ce résultat confirme que la tendance ferritique favorise la solution du bore dans l'acier. Elle a donc un effet positif sur le phénomène de FAC par liquation.

I.2.4.4.2. Acier 18-10 Ti (321 de Zacharie)

Passons maintenant sur les 10 aciers 18-10 Ti utilisés par Zacharie (voir plus loin tableau I.3). On constate que la composition des éléments chimiques autre que le bore varie d'un acier à l'autre. En faisant une analyse de sensibilité du diagramme de phase par rapport à chaque élément chimique, on a constaté que seule la teneur en titane influence significativement le diagramme de phase dans la limite de la variation entre ces 10 aciers. Ainsi, nous prenons une composition chimique moyenne (sur les 10 aciers de Zacharie) de tous les éléments chimiques autres que le bore et le titane. La teneur en bore est une variable. Quant à la teneur en titane,

elle varie entre 0.26% à 0.49% dans les 10 aciers. Nous avons donc réalisé des simulations avec 0.2% et 0.5% de titane, en comparaison avec le cas sans titane. La composition des éléments chimiques de l'acier 18-10 Ti simulé est dans le tableau I.1.

Élément chimique	B (ppm)	C (%)	Mn (%)	Si (%)	Cr (%)	Ni (%)	Ti (%)	Mo (%)	N (%)
Proportion	Variable	0.055	1.50	0.50	17.5	11.0	0.40	0.20	0.01

Tableau I.1: Composition chimique du matériau 18-10 Ti simulé

Il y a plusieurs types de borure qui sont proposés par Matcalc : CrB (orthorhombique), M_2B (quadratique), $Mo_2M_1B_2$ (quadratique), MoB , Cr_2B (orthorhombique), Cr_5B_3 (quadratique), $Fe_3Nb_3B_4$, FeB (orthorhombique), $FeNbB$, graphite de bore (hexagonal), M_5B_6 (orthorhombique), Mn_3B_4 (orthorhombique), MnB_2 (hexagonal), MoB_2 , Nb_3B_2 , NbB , Mn_2B (orthorhombique), Ti_3B_4 (orthorhombique), TiB (orthorhombique), TiB_2 (hexagonal).

Pour l'instant, on tient compte de tous ces borures. Notons qu'il y aura un seul type de borure à l'équilibre thermodynamique. En revanche, les études micrographiques ont montré qu'il peut y avoir dans l'acier plusieurs types de borures. Par exemple, Karlsson et Norden [38] ont trouvé les borures de type M_2B , M_3B_2 , M_5B_3 de structure quadratique dans l'acier 316L contenant du molybdène avec un traitement thermique, et avec un autre traitement thermique, ils n'ont trouvé que le borure M_3B_2 . Les mêmes auteurs n'ont trouvé que le borure M_2B de structure cristalline orthorhombique pour l'acier 316L sans molybdène. En fait, comme le refroidissement d'un traitement thermique est plus ou moins rapide, différentes phases métastables peuvent exister (comme la phase cémentite pour le diagramme de phase fer-carbone). De plus, la ségrégation hors-équilibre augmente considérablement la teneur en bore aux joints de grains (jusqu'à quelques pourcents en masse) ce qui peut favoriser l'apparition de plusieurs borures. Dans le cas de l'acier stabilisé au titane contenant du bore, il pourrait y avoir des borures contenant du titane. Ainsi, nous allons étudier tous les types de borures possibles dans l'acier qui peuvent former avec l'austénite un eutectique dont le point de fusion est plus bas que la température de solidus. Pour simplifier le diagramme, nous ne présentons sur le diagramme que la courbe solidus correspondant à chaque borure, les courbes de changement de phase solide/solide ne seront pas présentées. Les courbes solidus sont présentées dans la figure I.16.

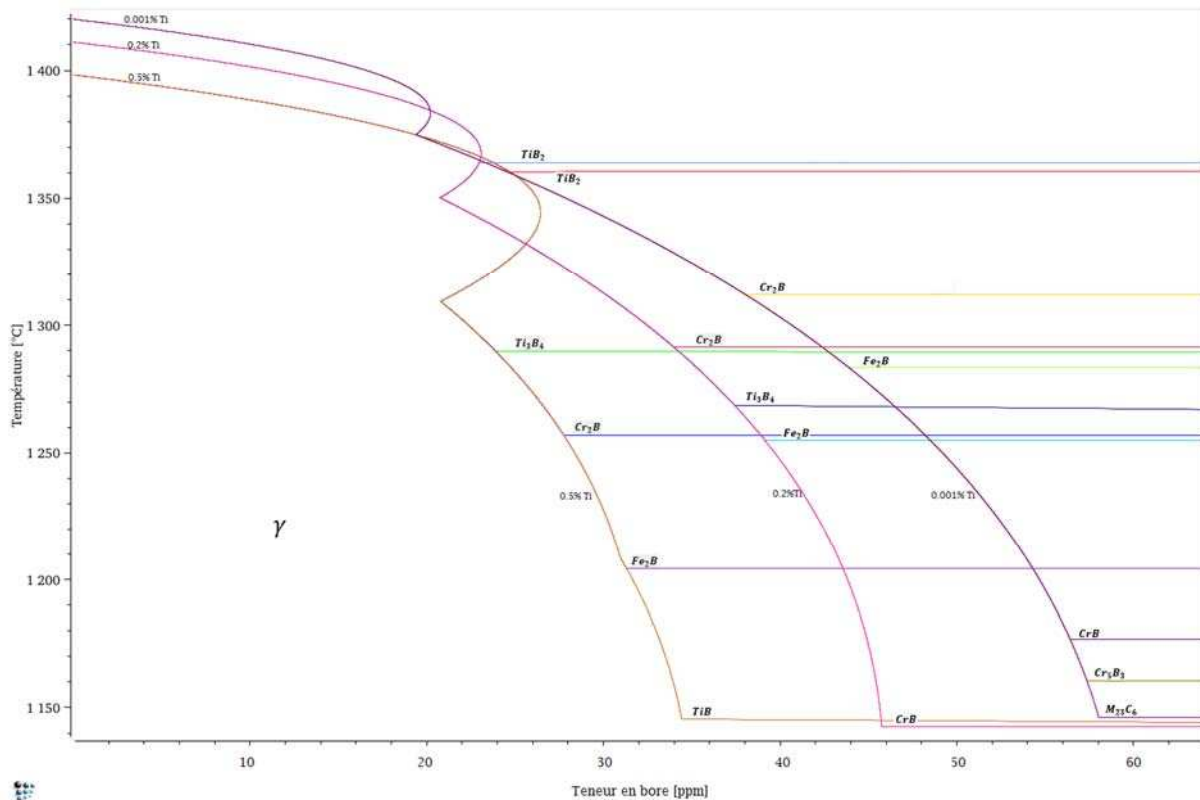


Figure 1.16 Les courbes solidus pour différentes teneurs en titane dans l'acier 18-10 Ti

On voit bien que pour la composition contenant 0.001% de Ti, il n'y a pas de borure contenant du titane, le seul borure stable est le borure de chrome Cr_2B de structure quadratique qui forme avec l'austénite un eutectique dont la température de fusion est $1312^\circ C$ et la teneur critique en bore est 38ppm. En désactivant ce borure, on voit apparaître le borure de fer M_2B de structure orthorhombique (contient aussi du chrome) qui forme avec l'austénite un eutectique dont la température de fusion est $1283^\circ C$ et la teneur critique en bore est 44 ppm. En désactivant encore cette phase, on obtient le borure CrB , puis Cr_5B_3 , puis $M_{23}(B, C)_6$. En présence de 0.5% de titane, le borure stable n'est plus Cr_2B mais TiB_2 qui forme avec l'austénite un eutectique à haute température de fusion ($1360^\circ C$) qui dépasse la plage de liquation. En revanche, la présence de titane fait apparaître le borure de titane Ti_3B_4 qui forme avec l'austénite un eutectique dont la température de fusion est $1290^\circ C$ à partir de 24ppm de bore. La température eutectique et la teneur critique des borures Cr_2B et Fe_2B sont aussi diminuées de manière importante en présence de titane. Par exemple, la présence de 0.5% de titane fait baisser la température eutectique et la teneur critique correspondant à Fe_2B de $1284^\circ C$ jusqu'à $1204^\circ C$ et de 44 ppm jusqu'à 31 ppm. Notons que dans sa thèse, à l'aide des essais Gleeble, Zacharie a constaté une chute de ductilité dans la zone de température de liquation pour un acier qui ne contient que 9 ppm de bore et 0.45% de titane. Il a aussi constaté qu'un maintien de 3s permet d'augmenter un peu la température de chute de ductilité. Il s'est douté que la forte teneur en titane joue un rôle dans ce phénomène et la mise en solution du titane permet d'augmenter la température de fusion.

Ainsi, les teneurs en bore critiques se trouvent en général entre 30ppm et 50ppm selon la teneur en titane. Cela est en cohérence avec la teneur en bore critique déterminée expérimentalement par Zacharie qui se trouve entre 35ppm et 45ppm [5]. Concernant le type de borure qui forme un eutectique avec l'austénite responsable à la chute de ductilité vers 1180°C, Zacharie a déterminé que c'est Fe_2B de structure quadratique dans lequel certains atomes de Cr remplacent ceux de Fe. D'après notre résultat de simulation, ce type de borure correspond à une température eutectique de l'ordre de 1200°C si la teneur en titane est élevée.

I.2.4.4.3. Acier stabilisé au Molybdène (17-13 Mo de Zacharie)

Passons maintenant sur les 7 aciers 17-13 Mo utilisés par Zacharie (voir plus loin tableau I.4). Nous avons réalisé différentes simulations en variant la teneur en bore pour une teneur en molybdène de 2.5% en comparaison avec le cas sans molybdène. La composition en éléments chimiques de l'acier 17-13 Mo simulé est dans le tableau I.4. Les courbes solidus sont montrées à la figure I.17.

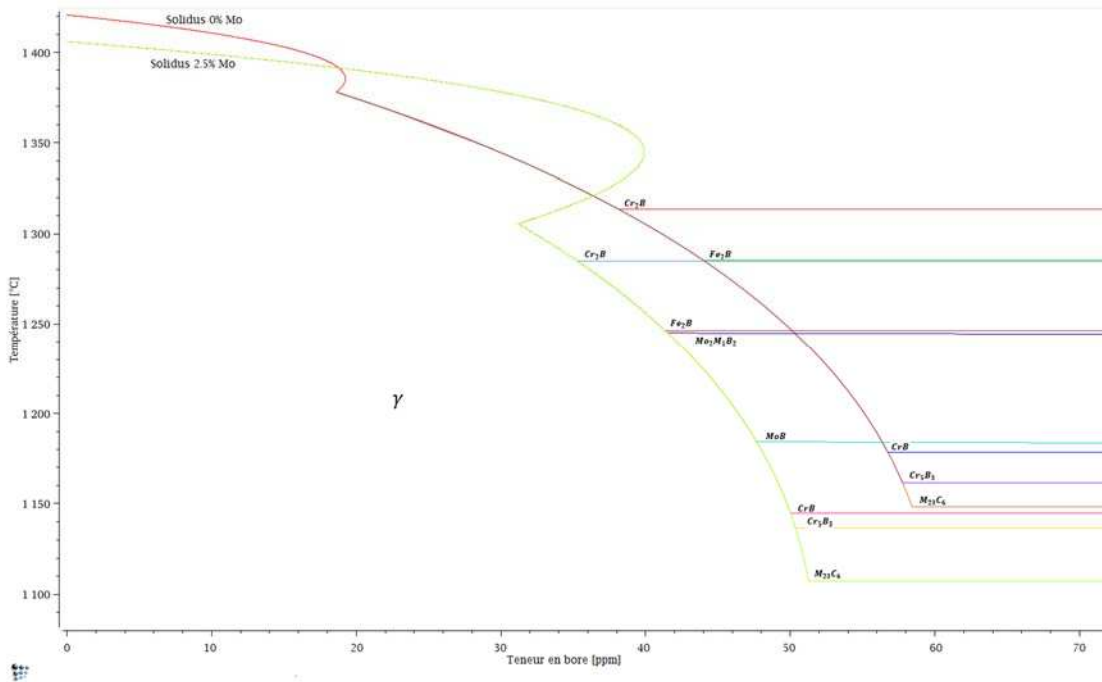


Figure I.17. Courbes solidus correspondants à différents borures dans l'acier 17-13 Mo

Nous constatons que la présence du molybdène fait intervenir les borures de molybdène $Mo_2M_1B_2$ (M est principalement le fer et le chrome) et MoB qui forment avec l'austénite des eutectiques dont la température de fusion tombe dans la plage de liquation. Elle baisse aussi la température eutectique et la teneur critique pour les autres borures comme Cr_2B, Fe_2B, Cr_5B_3 etc.

Rappelons que Karlsson et Norden [38] ont observé les borures de type M_2B, M_3B_2, M_5B_3 riches en Fe, Cr et Mo, de structure quadratique, dans l'acier 316L contenant 40ppm de bore après

un traitement thermique qui comporte un maintien à 1250°C pendant 15 minutes suivi d'un refroidissement à 13°C/s. Alors qu'un maintien à une température plus faible ou un refroidissement à une vitesse plus faible donne seul le borure M_3B_2 . Le borure de structure quadratique M_2B pourrait correspondre à Fe_2B (quelques atomes de fer sont remplacés par les atomes de chrome et de molybdène). Le borure de structure quadratique M_3B_2 pourrait correspondre à $Mo_2M_1B_2$ (ou $FeMo_2B_2$ observé par Zacharie [5]). Alors que le borure de type M_5B_3 pourrait correspondre à Cr_5B_3 . Notons que Karlsson et Norden [38] n'ont pas observé le borure de type M_2B de structure orthorhombique (Cr_2B) dans l'acier contenant du molybdène bien que ce borure existe d'après le diagramme d'équilibre. Il se peut que le temps de formation de ce borure soit trop long en présence du molybdène, et/ou la taille de ces précipités soit trop petite pour qu'ils puissent être identifiés.

Nous constatons que les borures apparaissent lorsque la teneur en bore se trouve entre 35ppm et 50ppm. Ces borures peuvent engendrer des eutectiques dont la température de fusion varie de 1150°C jusqu'à 1280°C, ce qui est bien la plage de température de liquation présentée dans la littérature. Notons que ces teneurs en bore critiques peuvent diminuer car la teneur en bore aux joints de grains est souvent plus élevée que celle dans la matrice par l'effet de ségrégation hors équilibre. Un temps de maintien permettrait d'homogénéiser le bore dans la matrice et donc diminuer la teneur en bore aux joints de grains.

Concernant nos aciers 316L, ils ont une composition chimique proche de celle de l'acier dans cette simulation sauf la teneur en molybdène qui est plus faible (2.1% contre 2.5%). Nos matériaux seraient donc légèrement moins sensibles à la FAC par liquation.

I.2.5. Bilan

- Le bore est ajouté intentionnellement dans les aciers inoxydables austénitiques pour améliorer la résistance au fluage et/ou l'absorption des neutrons.
- Cet élément est peu soluble dans l'austénite ce qui favorise la formation de borures à bas point de fusion aux joints de grains.
- De plus le phénomène de ségrégation hors équilibre favorise la formation de films intergranulaires enrichis en bore à bas point de fusion à des vitesses de refroidissement intermédiaires (10-30°C/s).
- Le traitement thermique d'hypertrempe après mise en solution des aciers inoxydables austénitiques tend à limiter la formation des composés à bas points de fusion mais ne peut l'éliminer compte tenu de l'épaisseur des pièces limitant la vitesse de refroidissement à cœur.
- La simulation des diagrammes de phases de type 316L sur Matcalc montre que la limite de solubilité du bore dans l'austénite se situe entre 35 et 50ppm selon la teneur en molybdène. A des teneurs supérieures des borures peuvent précipiter et former des

eutectiques borures / austénite de température de fusion comprises entre 1150 et 1280°C.

Compte tenu de ces différents points il faut donc s'attendre à l'existence d'une teneur critique en bore entre 30 et 50ppm au-delà de laquelle le risque de FAC par liquation peut être élevée. Cependant à des teneurs en bore plus faibles, il n'est pas exclu qu'un enrichissement local aux joints de grains par ségrégation hors équilibre puisse quand même conduire au même phénomène. Le domaine de température de fusion des eutectiques borures / austénite est entre 1150 et 1280°C. La suite du chapitre va étudier les essais de FAC mettant en évidence ce phénomène.

I.3. Influence du bore - Essais de FAC par liquation

I.3.1. Généralités

Le phénomène de FAC est un problème majeur menant au rebut de nombreuses pièces lors de procédés industriels tels que le soudage ou la coulée continue. Or, ce défaut rédhibitoire lié aux procédés de moulage ou de soudage est difficilement prévisible sur la base de la composition des matériaux. Pour cette raison, de nombreux essais ont été développés dans l'optique de pouvoir classer et/ou évaluer des matériaux suivant leur sensibilité à la FAC. Au cours de ces essais, le matériau évalué est exposé à des sollicitations semblables aux sollicitations thermomécaniques rencontrées lors du procédé ainsi simulé.

À ce jour, plus de 150 essais de soudabilité existent [52]. Certains essais ont été développés pour évaluer un type spécifique de fissures et de prédire l'état "fissurant" ou "non-fissurant" des matériaux et ce pour un matériau donné et une géométrie donnée. Certains fournissent une comparaison de la susceptibilité relative d'alliages similaires, ceux-ci sont souvent quantitatifs et sont conçus pour donner une indication de la susceptibilité, tandis que d'autres permettent de prédire l'apparition des fissures à chaud dans une situation réelle. Certains des essais sont principalement utilisés pour l'optimisation de la composition de l'alliage, pour l'ajout ou non d'un produit d'apport. D'autres sont utilisés pour développer et optimiser des conditions opératoires de soudage (énergie déposée, bridage...). Ils permettent de suivre l'histoire thermomécanique d'un matériau pendant le soudage. Toutefois, il est possible de regrouper les différents essais en deux familles :

a. *Les essais sur éprouvettes auto-bridées n'impliquant aucune sollicitation mécanique extérieure.* Les sollicitations sont simplement dues au retrait de solidification, aux contraintes d'origine thermique du soudage et aux conditions de bridage des pièces. Exemples : les essais Houldcroft, JWRI, en éventail . . .

b. Les essais à chargement extérieur qui incluent l'application d'un chargement extérieur sur l'objet de l'étude en vue de provoquer les fissures. Exemples : essai Varestraint, Gleeble, PVR...

Les essais à charge externe se distinguent des essais auto-bridés par l'application d'un chargement extérieur en vue de produire des fissures et évaluer la sensibilité face aux 3 types de FAC. On peut remarquer que seuls les essais à chargement extérieur sont utilisés dans le cas de FAC par liquation, du fait que ce type de fissure a des dimensions petites et se produit plus difficilement

Certains essais de fissuration à chaud sont normalisés et les applications associées ainsi que les types de fissures correspondantes sont cités dans le tableau I.2 :

Type d'essai	Type de fissure	Type de chargement	Chargement
Varestraint	Solidification	Externe	Taux déformation constant ou variable
	Liquation		
	Chute de ductilité		
TransVarestraint	Solidification	Externe	Taux de déformation constant ou variable
JWRI	Solidification	Auto-bridé	Taux de déformation constant ou variable
CTW	Solidification	Externe	Taux de déformation constant ou variable
PVR	Solidification	Externe	Taux de déformation croissant
	Liquation		
	Chute de ductilité		
Gleeble	Solidification	Externe	Taux de déformation constant ou variable
	Liquation		
	Chute de ductilité		

Tableau I.2 : Quelques essais de fissuration à chaud

Par la suite, nous ne nous intéressons qu'aux essais effectués dans le cadre de ce travail (Gleeble, Varestraint et PVR).

I.3.2. Essai Gleeble

I.3.2.1. Présentation de l'essai Gleeble de ductilité à chaud

Il a été déjà montré dans la littérature que les fusions à basse température faisant chuter la ductilité et les efforts liés au retrait thermique lors du soudage sont des causes de fissuration à chaud par liquation. Comme on l'a déjà mentionné précédemment, la chute de ductilité et les contraintes d'origine thermique contribuent à créer les fissures à chaud. Or, l'étude de tous ces facteurs en même temps semble compliquée. Dans certains cas, on veut seulement savoir si un matériau présente une chute de ductilité dans la plage de température de liquation, et donc présente un risque de FAC par liquation. L'essai Gleeble est très utile dans ce cas. Il permet de déterminer la température des premières fusions sans considérer les efforts

mécaniques liés au soudage. Autrement dit, cet essai sépare en quelque sorte « le matériau » et « les efforts mécaniques » dans le phénomène de FAC. Cet essai sert donc à détecter indirectement la présence de la phase liquide via la ductilité à la rupture (la présence de la phase liquide diminue la ductilité du matériau).

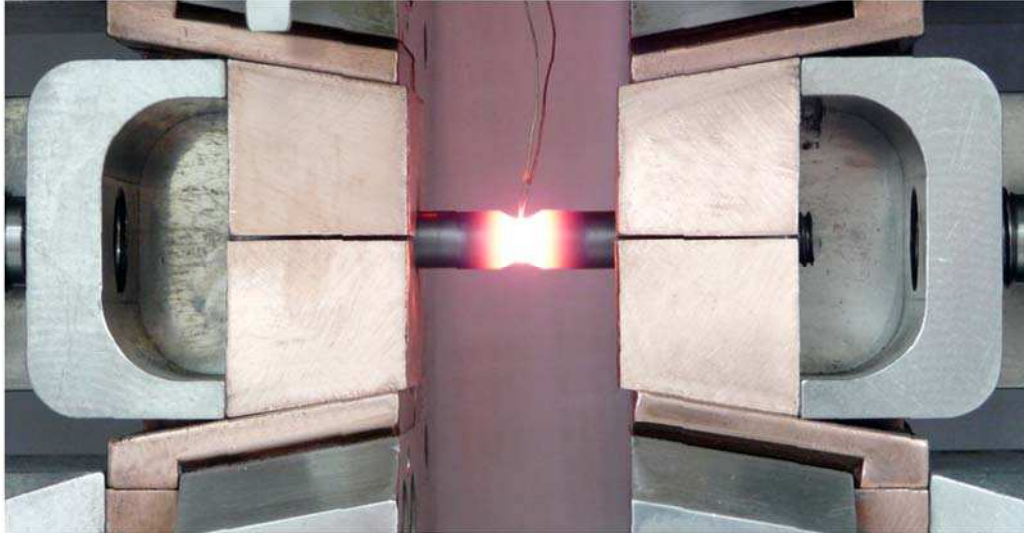


Figure I.18 : Un essai Gleeble en cours de réalisation (Frank Schweizer, Fraunhofer Institute for Mechanics of Materials IWM)

L'essai consiste à réaliser un cycle thermique sur une éprouvette proche de celui engendré par la torche de soudage en un point de la ZAT jusqu'à une certaine température, via l'effet Joule et à l'aide d'un thermocouple de contrôle, puis tirer l'éprouvette jusqu'à la rupture. L'essai est réalisé dans une chambre sous vide secondaire ou sous gaz inerte pour éviter l'oxydation. La traction peut s'effectuer soit en cours de chauffage (essai au chauffage), soit en cours de refroidissement depuis une température maximale (essai au refroidissement). La température de l'essai visée varie entre 1100°C à 1350°C pour l'acier inoxydable austénitique. A chaque température, l'éprouvette est tirée rapidement jusqu'à la rupture. La ductilité est estimée en comparant l'aire de la section finale et celle de la section initiale via cette formule :

$$\text{Ductilité } (T) = \frac{S_0 - S(T)}{S_0} \times 100\% \quad (1.2)$$

Avec : S_0 l'aire de la section initiale de l'éprouvette

$S(T)$ L'aire de la section de l'éprouvette à la rupture à la température T

Principe de l'analyse

Les tests sur simulateur Gleeble au chauffage et au refroidissement peuvent être utilisés pour évaluer la susceptibilité à la fissuration par liquation de la ZAT [9]. L'essai au chauffage consiste à porter l'éprouvette jusqu'à une température prédéterminée, à la maintenir à cette

température pendant un certain temps et à rompre l'éprouvette en appliquant une charge de traction avec une vitesse de déplacement des mors constante. Lorsque la température d'essai est élevée, la ductilité peut augmenter légèrement puis chuter soudainement jusqu'à atteindre une valeur quasi nulle à la température de ductilité nulle (NDT pour Nil Ductility Temperature en anglais). Si des eutectiques à bas point de fusion sont présents sous forme de précipités aux joints de grains ou si la ségrégation des impuretés aux joints de grains réduit la température de fusion des joints par rapport à celle de la matrice, l'augmentation de la température entraîne la fusion des joints de grains et la chute soudaine de la ductilité se produit à une température plus basse. Dans ce cas, la température de chute de la ductilité est représentative de la dégradation métallurgique associée à la fusion des joints de grains et la NDT correspond à la température à laquelle un film liquide mince et continu recouvre la surface des joints de grains. A mesure que la température d'essai augmente, le matériau atteint la température de résistance nulle (NST pour Nil Strength Temperature en anglais). A ce stade, la quantité de liquide est trop importante pour que les joints de grains s'accommodent à toute contrainte.

Les essais de ductilité au refroidissement sont généralement réalisés avec une température pic située entre NDT et NST. La température de restauration de ductilité (DRT pour Ductility Recovery Temperature en anglais) est déterminée lorsque l'alliage recouvre une ductilité mesurable après solidification suffisante du liquide formé pendant le passage aux plus hautes températures (voir figure I.19). Différents critères existent pour rendre compte de la chute de ductilité à chaud et ainsi évaluer la sensibilité à la fissuration par liquation de la ZAT. La plage de température NST-DRT appelé également BTR (pour Brittle Temperature Range en anglais) est le critère le plus largement utilisé. Toutefois, Lin et al. [63] ayant remarqué que ce critère peut ne pas être représentatif de la fissuration de la ZAT à proximité de la ligne de fusion, suggère une autre description pour quantifier une région sensible à cette forme de fissuration (CSR pour Crack Susceptible Region). A la sensibilité d'ordre métallurgique (film liquide au joint de grains) traduite par des essais de ductilité, les auteurs proposent de considérer l'état en traction de la matière en ZAT qui est mieux décrit par des essais de soudabilité. Lors du chauffage, la CSR peut être déterminée par la plage de température comprise entre la température NDT et la température du liquidus et au refroidissement par la plage de température située entre la température pic et la température DRT comme l'illustre la figure I.20.

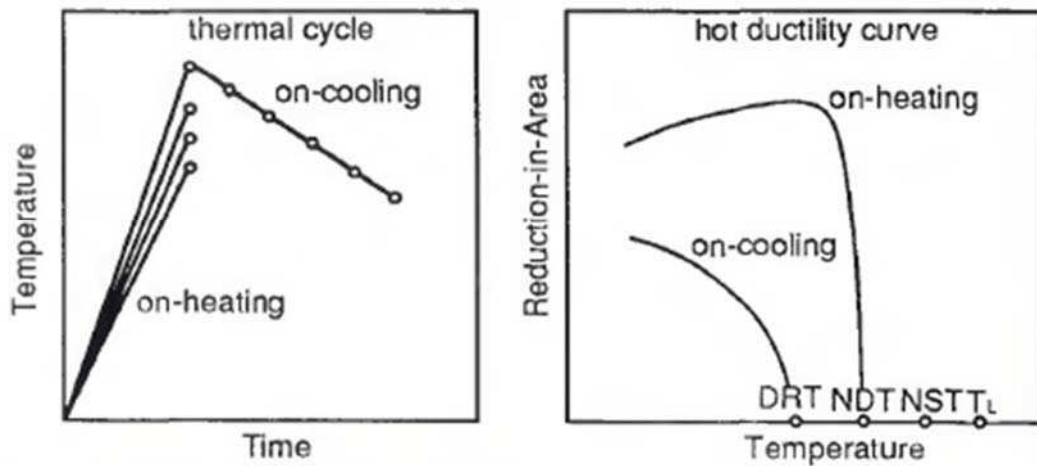


Figure I.19 : Définition des différentes températures critiques par rapport à la température de Liquidus T_L [63]

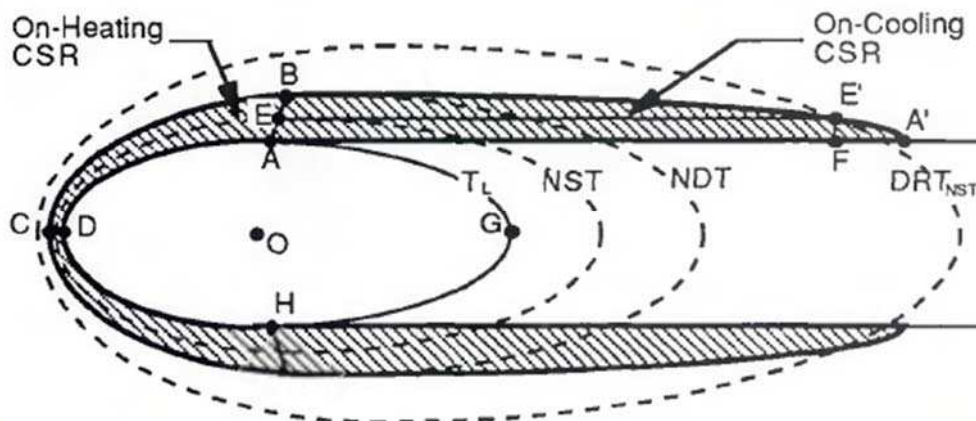


Figure I.20 : Définition des zones sensibles à la fissuration par liquation dans un cas réel de soudage comparativement à des essais de ductilité à chaud [63]

En général, si un acier inoxydable austénitique ne contient pas d'éléments sensibles, le début de fusion a lieu lorsque la température du matériau atteint celle de solidus. En présence des éléments sensibles, des phases à bas point de fusion apparaissent aux joints de grains ou dans la matrice et peuvent diminuer plus ou moins la température de fusion locale du matériau et le fragiliser. D'après Zacharie [5], si la phase liquide apparaît dans un acier inoxydable austénitique à une température supérieure ou égale à 1300°C , il n'y a pas de risque de FAC par liquation. En revanche, si elle est inférieure ou égale à 1280°C , le risque de FAC par liquation est non nul. Plus cette température est basse, plus le risque de FAC par liquation est élevé. L'essai Gleeble permet de détecter de façon simple, ce type de fusion via une de ses propriétés macroscopiques : la chute de ductilité. En effet, des essais Gleeble (au chauffage ou au refroidissement) sont réalisés à différentes températures. Grâce à la formule (1.2), la ductilité peut être déterminée à chaque température. L'évolution de la ductilité en fonction de la

température permet de déterminer la température de chute de ductilité et donc la sensibilité à la FAC par liquation du matériau. Cet essai est particulièrement utile dans l'étude de l'influence d'un élément sensible sur le phénomène de FAC par liquation. Par exemple, Zacharie dans son étude de l'influence du bore sur la FAC par liquation [5], a utilisé cet essai pour évaluer la sensibilité pour différents teneurs en bore. Des observations des faciès de rupture au MEB pourraient dans certains cas, confirmer la présence de la phase liquide.

Notons que l'essai Gleeble simplifie l'ordre chronologique entre le moment d'apparition de la phase liquide et le moment d'application du chargement mécanique (ces derniers sont également simplifiés par une traction rapide et à vitesse constante). En effet, lors de l'essai Gleeble, la traction mécanique ne s'applique que si la température atteint la température de l'essai. Alors que dans une vraie soudure, la température et les contraintes d'origine thermique varient simultanément de façon complexe. En général, sauf le cas où le chargement externe est important, les contraintes ne deviennent en traction qu'au refroidissement. Il est donc raisonnable lors de l'essai Gleeble, d'ajouter un certain temps de maintien à la température d'essai avant la traction pour être plus proche des conditions de soudage.

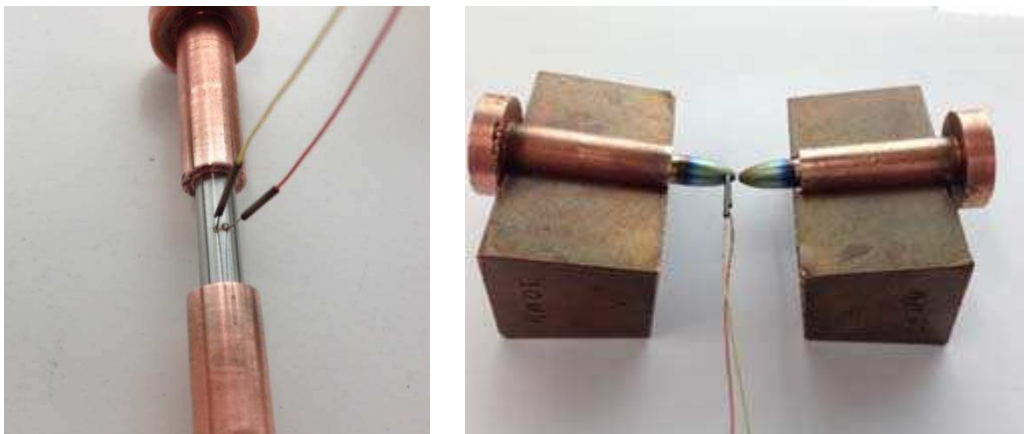


Figure 1.21 : Eprouvette Gleeble avant (gauche) et après (droit) l'essai

Selon Zacharie [5], même si la teneur en bore est inférieure à sa solubilité dans l'acier, le risque de FAC n'est pas nul car les contraintes d'origine thermique pourraient agir avant que l'équilibre thermodynamique soit établi. En effet, les borures initialement présents dans l'acier, qui devraient se dissoudre totalement lors d'une montée lente en température, peuvent ne pas se dissoudre assez rapidement lors du soudage. La réaction eutectique peut donc avoir lieu localement et créer des films liquides prématurés aux joints de grains, entraînant une chute de ductilité du matériau. Zacharie a mis en évidence ce phénomène de fusion prématurée, grâce à des essais Gleeble de traction isotherme après chauffe rapide. De plus, la température du début de fusion prématurée est de l'ordre de 1180°C , ce qui correspond à la température de fusion de l'eutectique austénite/borure de fer. En revanche, en imposant un court temps de maintien (par exemple 3s) entre la fin de montée en température et le début

de la traction, l'auteur a constaté que pour les aciers contenant une teneur en bore élevée, la chute de ductilité a lieu à une température nettement plus élevée. Zacharie considère que dans ces conditions, les borures ont assez de temps pour se dissoudre avant la traction mécanique, la réaction eutectique n'a donc pas lieu.

I.3.2.2. Résultats expérimentaux des essais Gleeble dans la littérature

Des essais Gleeble de ductilité à chaud ont été effectués sur divers types de matériaux : les aciers, les alliages base nickel, les alliages cuivreux, les alliages d'aluminium ... Dans notre étude bibliographique, on ne présentera que les résultats des essais Gleeble sur les aciers inoxydables austénitiques en lien avec la teneur en bore.

Zacharie [5] a effectué les essais Gleeble sur 10 aciers de la nuance 18-10 Ti (321) dont la composition est donnée dans le tableau I.3 et 7 aciers de la nuance 17-13 Mo (316L) dont la composition est donnée dans le tableau I.4. Ces matériaux contiennent différentes teneurs en bore.

		C	S	P	Mn	Si	Cr	Ni	Ti	Mo	N	B (ppm)	Tendance ferritique (%)	Traitement thermique d'hypertempe (°C)
Tube	1	0,061	0,013	0,012	1,55	0,67	17,2	11,5	0,26	0,27	0,013	75	1	1110 - 1150
	2	0,059	0,013	0,014	1,57	0,45	17,4	11,4	0,29	0,13	0,016	63	1	1110 - 1150
	3	0,060	0,012	0,010	1,58	0,55	17,3	11,4	0,33	0,17	0,014	46	1	1100 - 1130
	4	0,056	0,014	0,009	1,50	0,61	17,5	11,3	0,31	0,15	0,014	36	2	1100 - 1130
	5	0,056	0,009	0,031	1,71	0,46	17,1	11,2	0,43	0,18	0,013	14	2	Non communiqué
Tôle	6	0,045	0,033	0,028	1,50	0,37	17,6	11,9	0,46	0,27	0,008	7	4	1100
	7	0,043	0,024	0,031	1,16	0,49	17,6	10,3	0,30	-	0,011	3	7	1025 – 1h
	8	0,057	0,016	0,021	1,90	0,73	17,5	11,8	0,49	-	0,008	45	4	1100 – 50 min
Tube	9	0,053	0,014	0,028	1,63	0,47	17,4	11,1	0,39	-	0,013	23	2	1090
Tôle	10	0,053	0,020	0,027	1,57	0,64	17,7	10,9	0,45	-	0,006	9	8	Non communiqué

Tableau I.3 : Composition chimique des 10 aciers 18-10 Ti (321) [5]

Les résultats de ces essais sont montrés dans la figure I.22. On constate que les courbes ont la même allure : la ductilité reste élevée jusqu'à une certaine température puis chute brutalement à 0. En revanche, la température pour laquelle la chute de ductilité a lieu n'est pas identique pour toutes les nuances. En effet, on peut bien classer ces courbes en deux groupes : les courbes dont la chute de ductilité apparaissent à basse température (1, 2, 3 et 8) et les courbes dont la chute de ductilité a lieu à haute température (4, 5, 6, 7, 9, 10). Or, en regardant la teneur en bore des nuances de ces deux groupes, on peut constater que le premier groupe correspond aux nuances contenant beaucoup de bore et le second correspond aux nuances contenant peu de bore. Précisément, pour les nuances de type 18-10 Ti, la courbe de ductilité voit sa chute à basse température si la teneur en bore est supérieure à 45 ppm et à haute température si la teneur en bore est inférieure à 36ppm. Le seuil du bore correspondant à cette transition se trouve entre 36ppm et 45ppm. On remarque également que les aciers 5

et 10 ont des températures de chute de ductilité plus basses que l'acier 9 même si ces deux premiers contiennent moins de bore que le dernier. Il se peut que les aciers 5 et 10 n'aient pas été hypertrempés pour homogénéiser des borures.

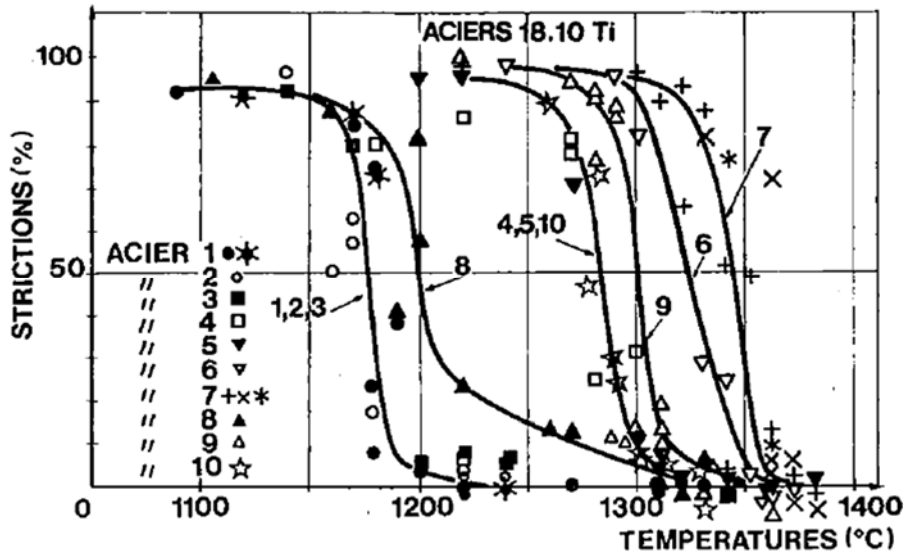


Figure I.22 : Courbes de chute de ductilité des aciers 18-10 Ti (321) [5]

Afin de déterminer le rôle du temps de maintien sur l'homogénéisation du bore, Zacharie a réalisé des essais Gleeble au chauffage avec maintien de 3s sur certains de ses matériaux. Le résultat est présenté dans la figure I.23. Il observe qu'un temps de maintien même de 3s permet d'augmenter considérablement la température de chute de ductilité pour les hautes teneurs en bore (acier 2, 3 et 8). Cet effet semble se stabiliser avec le temps de maintien. En effet, il constate qu'un temps de maintien de 300s n'augmente pas beaucoup la température de chute de ductilité de l'acier 2 par rapport à un temps de maintien de 3s. Il constate également qu'un temps de maintien de 3s n'a pas d'effet sur la courbe de ductilité des aciers 4 et 5. En revanche, il peut augmenter légèrement la température de chute de ductilité de l'acier 10, ce dont l'origine est attribuée à l'homogénéisation du titane.

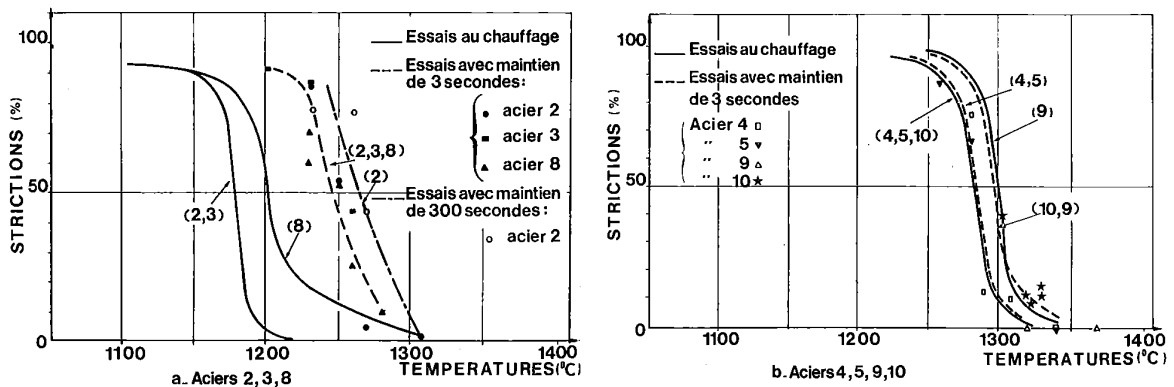


Figure I.23 : Courbes de chute de ductilité des aciers 18.10Ti (321) [5]

Selon l'auteur, les borures initialement présents dans le matériau (formés aux joints de grains à cause de la ségrégation du bore lors de la fabrication du matériau) génèrent des zones à leurs alentours dont la teneur en bore est supérieure à la valeur moyenne. Ils ne peuvent donc pas être totalement mis en solution de façon instantanée même si la teneur en bore moyenne reste inférieure à la solubilité du bore dans l'acier. Le temps de maintien permet de mettre en solution le bore, d'éviter la formation d'eutectiques et donc d'augmenter la température de chute de ductilité.

Pour les nuances 17-13 Mo (316L), l'auteur a observé le même phénomène. En effet, il peut aussi classer les courbes de ductilité en deux groupes mais la valeur du seuil de transition vaut maintenant 36-37 ppm (figure I.24)

		C	S	P	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	N	B (ppm)	Tendance ferritique (%)	Traitement thermique d'hypertrempe (°C)
Tôle	1	0,021	0,018	0,018	1,49	0,40	16,8	13,7	2,2	0,032	18	4	1100
	2	0,022	0,020	0,021	1,80	0,38	17,0	13,3	2,2	0,032	14	5	1100
	3	0,032	0,017	0,027	1,52	0,72	17,4	12,0	2,5	0,056	5	11	1100
	4	0,035	0,019	0,018	1,66	0,71	17,8	12,0	2,6	0,086	37	10	1100
	5	0,052	0,014	0,010	1,82	0,73	16,3	12,5	2,1	0,070	36	1	1050
	6	0,021	0,018	0,013	1,64	0,59	16,9	13,0	2,2	0,040	66	7	1100
	7	0,023	0,018	0,016	1,66	0,63	16,9	13,0	2,2	0,046	112	7	1100

Tableau I.4 : Composition chimique des aciers 17-13 Mo (316L)

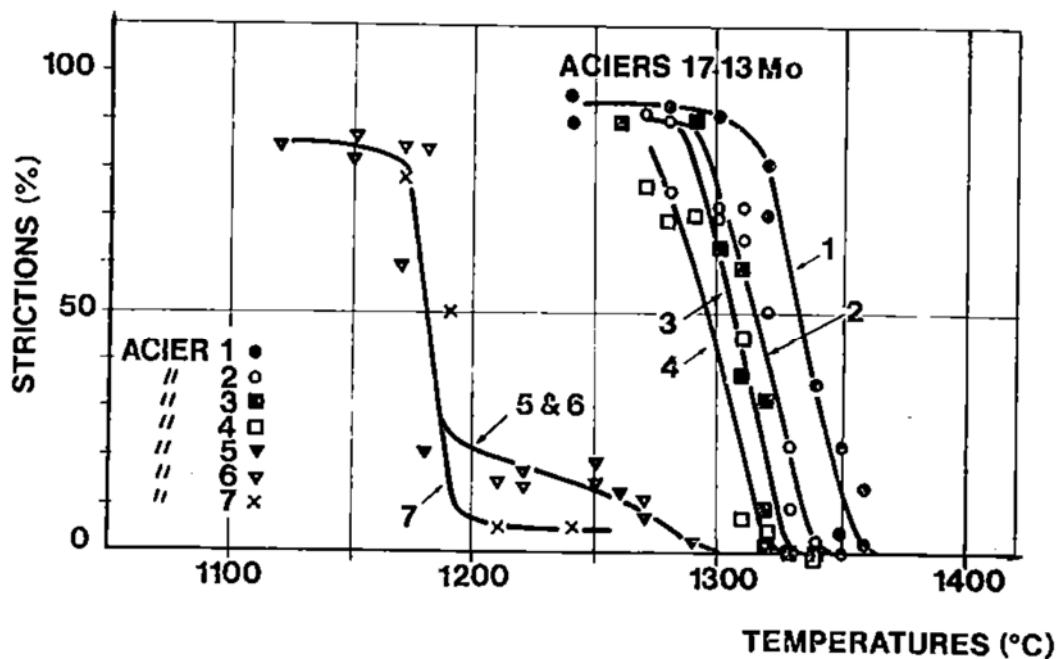


Figure I.24 : Courbes de chute de ductilité des aciers 17-13 Mo (316L) [5]

Ainsi, les essais Gleeble de Zacharie montrent que le bore, même à quelques dizaines de ppm, peut provoquer un risque de FAC par liquation et que pour chaque type de matériau, il y a un seuil à ne pas dépasser pour éviter ce risque.

Keown [11] a aussi effectué des essais Gleeble sur les aciers 316. Il constate que la chute de ductilité a lieu à basse température seulement si la teneur en bore dépasse 90 ppm. Sur la figure I.25, on peut voir que les courbes de ductilité des nuances contenant 9ppm, 40 ppm et 90 ppm de bore voient leur chute de ductilité à haute température (plus de 1280°C) alors que la courbe de ductilité de la nuance contenant 170 ppm voit sa chute de ductilité à basse température (vers 1150°C). Le seuil de bore est dans ce cas supérieur à 90 ppm. Cependant, l'auteur ne précise pas dans son article les teneurs en autres éléments et la procédure de fabrication de ces matériaux. C'est donc difficile de comparer ses résultats avec ceux de Zacharie.

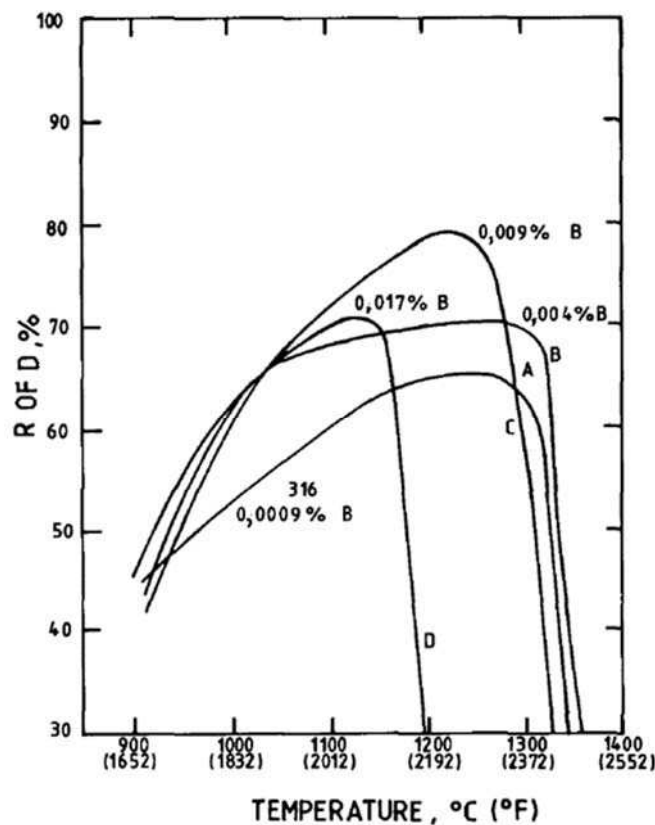


Figure I.25 : Courbes de ductilité pour les aciers 316 contenant différentes teneurs en bore [52]

I.3.3. Essai Varestraint

I.3.3.1. Présentation de l'essai Varestraint

L'essai Varestraint est un essai de soudage couramment utilisé dans des études de FAC. Il permet de comparer la susceptibilité relative à la FAC de différents matériaux. Le principe de

L'essai Varestraint consiste à appliquer une certaine déformation à un certain moment du soudage, sur une éprouvette parallélépipédique de soudage maintenue sur un sabot de pliage. Le procédé est en général du soudage TIG, des lignes de fusion sont réalisées sans ou avec métal d'apport. Le pliage s'effectue dans la direction longitudinale, c'est-à-dire dans le sens du soudage et engendre des fissures à chaud de solidification et de liquation dans la ZAT qu'il est parfois difficile de différencier. La vitesse de pliage est généralement assez élevée. La valeur de la déformation imposée peut être modifiée en faisant varier le rayon du sabot de pliage selon la formule suivante :

$$\epsilon = \frac{e}{e+2r} \quad (1.3)$$

où e désigne l'épaisseur de l'éprouvette et r le rayon de la forme cylindrique du sabot.

L'examen de la zone fondue et de la ZAT permet d'identifier les éventuelles fissures, de déterminer leur type, leur nombre, leur longueur totale cumulée et la longueur de la plus grande fissure. Les fissures, le plus souvent de différente nature, sont parfois difficiles à discerner.

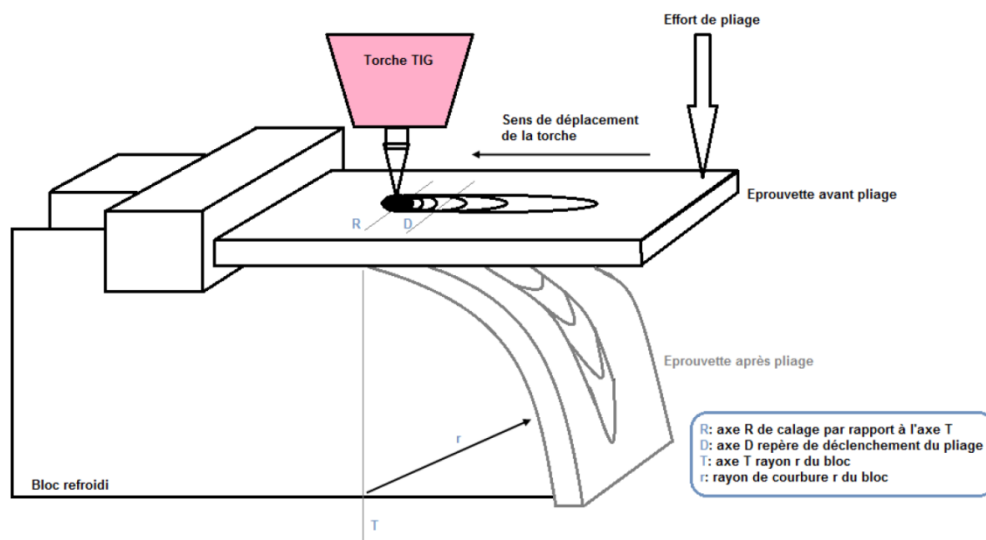


Figure I.26 : Schéma de l'essai Varestraint

L'essai Varestraint est adaptable à différents procédés de soudage tels que le soudage TIG, le soudage laser et le soudage hybride, et ceux avec ou sans métal d'apport. Il a été standardisé dans la norme ISO 17641.

Pour privilégier l'étude de la FAC de solidification, une variante de ce test, l'essai TransVarestraint, a été développée. Le pliage dans ce cas, effectué dans le sens transverse à la

direction de soudage, sollicite très fortement la zone fondue et très peu de déformations sont générées en zone affectée thermiquement.

L'intérêt de l'essai est que l'on utilise une vraie soudure et donc un vrai champ de température et de contraintes d'origine thermique. En revanche, comme c'est un essai à chargement extérieur, le champ de contraintes d'origine thermique dû au soudage n'est pas le seul champ qui provoque des fissures car les efforts de pliage y contribuent aussi. Donc, l'apparition de fissures après l'essai ne signifie pas que le matériau est sensible à la FAC. Cet essai sert plutôt à comparer la susceptibilité à la FAC entre différents matériaux.

Quant à la modélisation numérique, la difficulté particulière de cet essai est liée à la convergence du problème de contact entre l'éprouvette et le sabot. Ce problème exige un traitement de contact délicat.

I.3.3.2. Résultats expérimentaux des essais Varestraint dans la littérature

Comme pour les essais Gleeble, on ne présentera ici que les essais Varestraint sur les aciers inoxydables austénitiques en lien avec la teneur en bore.

Zacharie, dans ses travaux de thèse, a mené des essais Varestraint sur des aciers 316 et 321 avec différentes teneurs en bore. Le tableau I.5 montre la composition chimique de ses matériaux :

	Nuance	C	S	P	Mn	Si	Cr	Ni	Ti	Nb	Mo	N	B
A	18-10 Ti (321)	0.043	0.024	0.031	1.16	0.49	17.6	10.3	0.30	0.003	0.35	0.011	3
B	18-10 Ti (321)	0.061	0.013	0.012	1.55	0.67	17.2	11.5	0.26	0.010	0.27	0.013	75
C	17-13Mo (316)	0.021	0.018	0.018	1.49	0.40	16.8	13.7	0.01	0.010	2.18	0.032	18
D	18-10 Ti (321)	0.053	0.020	0.027	1.57	0.64	17.7	10.9	0.45	0.020	0.46	0.006	9
E	18-10 Ti (321)	0.057	0.016	0.021	1.90	0.73	17.5	11.8	0.49	0.001	0.08	0.008	45
F	17-13 Mo (316)	0.059	0.017	0.022	1.89	0.65	17.2	12.9	0.50		2.50	0.011	38
G	18-10 Ti (321)	0.063	0.023	0.019	1.73	0.71	17.9	11.8		0.82		0.055	53
H	17-13 Mo (316)	0.064	0.017	0.018	1.60	0.74	16.8	13.5		0.77	2.49	0.058	42
I	18-10 (321)	0.051	0.017	0.021	1.81	0.68	18.4	9.6			0.06	0.062	3

Tableau I.5 : Composition chimique des matériaux d'essais (teneur en bore en ppm) [5]

Les essais Varestraint ont été effectués avec 4 niveaux de déformation : 1.5%, 3%, 5% et 7%. Le tableau I.6 montre la largeur de la ZAT fissurée en surface des éprouvettes.

Nous constatons que pour les nuances dont la teneur en bore est faible : A (<3ppm), D (9 ppm), I (< 3ppm), les fissures à chaud ne se produisent pas à faible niveau de déformation (1.5% et 3%) et des très petites fissures apparaissent à partir de 5%, voire 7% de déformation. En revanche, pour les nuances contenant plus de bore : E (45 ppm), F (38 ppm), G (53 ppm), H (42 ppm), les fissures apparaissent mêmes avec la plus faible déformation et la largeur de la ZAT

fissurée de ces nuances semble tendre vers une valeur fixe quand le niveau de déformation augmente. Concernant l'acier C contenant 18ppm de bore, la largeur de la ZAT fissurée augmente en fonction du niveau de déformation, de 0.04mm à 1.5% de déformation jusqu'à 0.32mm à 7% de déformation. Ainsi, on peut conclure que la sensibilité à la FAC augmente en fonction de la teneur en bore. Rappelons que les sollicitations par l'extérieur dans l'essai Varestraint sont en général beaucoup plus importantes que celles dues à l'effet thermique et au bridage lors du vrai soudage.

Repère	Déformation en pourcentage			
	1.5	3	5	7
A	-	0	0	0.12
B	Essai non effectué			
C	0.04	0.28	0.28	0.32
D	-	0	0.18	0.28
E	0.28	0.48	0.44	0.56
F	0.24	0.44	0.60	0.60
G	0.24	0.44	0.60	0.60
H	0.40	0.60	0.68	0.60
I	-	0	0.08	0.20

Tableau I.6 : Largeur de la ZAT fissurée (en mm) pour différents niveaux de déformation

Les essais Varestraint ont également été effectués en 2012 dans le cadre du projet COMAT (département MMC - EDF R&D) [8] dans un but de comparaison de la sensibilité à la FAC par liquation de deux coulées de la nuance 321 : l'une des années 1970 et l'autre des années 2000. Pour cela, deux tôles ont été retenues pour mener l'étude :

Tôle T28 : utilisée dans les années 70 au laboratoire Soudabilité des Matériaux (EDF) comme tôle étalon pour calibration des essais Varestraint. Cette tôle contient 51 ppm de bore.

Tôle T258 : approvisionnée en 2011 au département MMC (EDF) qui a été retenue pour sa teneur en bore proche de la tôle T28. Cette tôle contient 43 ppm de bore.

Les compositions chimiques des deux tôles apparaissent dans le tableau I.7 :

Réf. MMC	C	Cr	Cu	Mn	N	Ni	P	S	Si	Ti	Mo	B (ppm)	Cr _{eq}	Ni _{eq}
T28	0,057	17,5	0,06	1,90	0,008	11,80	0,021	0,016	0,73	0,49	-	51	17,50	13,97
T258	0,020	16,7	0,42	1,20	-	10,20	0,033	<0,001	0,36	-	2,00	43	18,70	11,00

Tableau I.7 : Composition chimique des deux tôles T28 et T258 [8]

Les essais Varestraint ont été menés dans les mêmes conditions pour les deux tôles (énergie de soudage, vitesse du soudage, déformation identiques). La figure I.27 montre l'état des deux éprouvettes Varestraint après l'essai. On constate que des fissures apparaissent dans la ZAT

dans les deux cas mais avec différentes dimensions : les fissures de l'éprouvette T28 sont beaucoup plus longues que celles de l'éprouvette T258. Cependant, les auteurs n'ont pas réalisé d'autres examens pour vérifier que ces fissures en ZAT sont bien de type liquation et que l'origine de ces fissures est à cause du bore. Néanmoins, en étudiant la répartition du bore dans ces matériaux, ils ont constaté que le bore semble assez bien mis en solution dans la tôle T258 alors que les borures semblent exister dans la tôle T28. La méthode de fabrication pourrait être la raison principale de la différente sensibilité à la FAC dans la ZAT. Malheureusement, si la méthode de fabrication de l'ancienne tôle T28 est connue (élaboration au four à l'air, la procédure de laminage ...), la procédure de fabrication de la tôle T258 n'est pas communiquée. Concernant la zone fondue, des fissures à chaud de solidification se produisent seulement sur l'éprouvette T28.

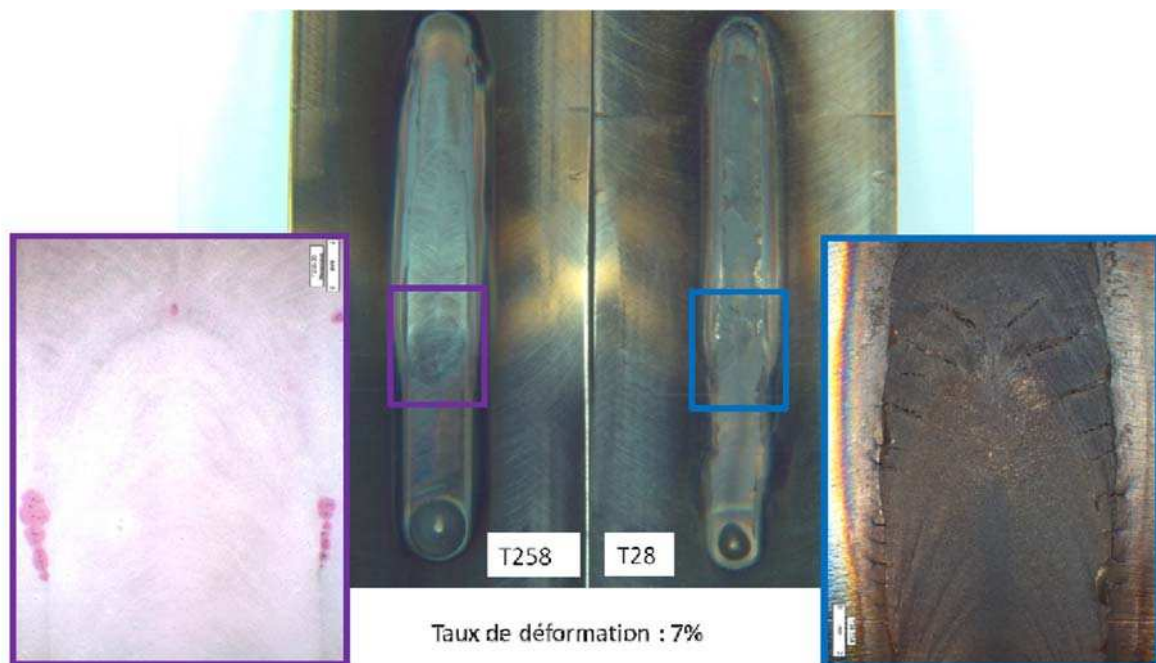


Figure I.27 : Fissuration à chaud après essai Varestreint [8]

I.3.4. Essai PVR

L'essai PVR est un test de fissuration à chaud sous sollicitation extérieure de traction longitudinale qui a été développé par la société Boehler en Autriche dans les années 70 (figure I.28) [12]. Sa particularité est que l'application de l'effort, simultanément au soudage, est réalisée avec une vitesse croissante. Un seul essai suffit donc pour évaluer la sensibilité à la FAC des trois types. L'examen de surface de l'éprouvette permet de localiser la première fissure, et ainsi déterminer les vitesses de traction critique au point de cette première fissure. Il permet également de distinguer des fissures par liquation des deux autres types. En effet,

les fissures par liquation se trouvent dans la ZAT, aux joints de grains et sont perpendiculaires au sens de soudure.

L'essai PVR a un fort intérêt par rapport à l'essai Varestraint car il règle diverses difficultés souvent rencontrées avec l'essai Varestraint. En effet, il permet de modifier progressivement le niveau de déformation de manière contrôlée au cours de soudage, il évite le problème de vitesse de déformation extrême lors du pliage dans l'essai Varestraint, il facilite la simulation du problème mécanique en évitant le contact, il permet une large zone où l'on peut installer des thermocouples sur les faces endroit et envers.

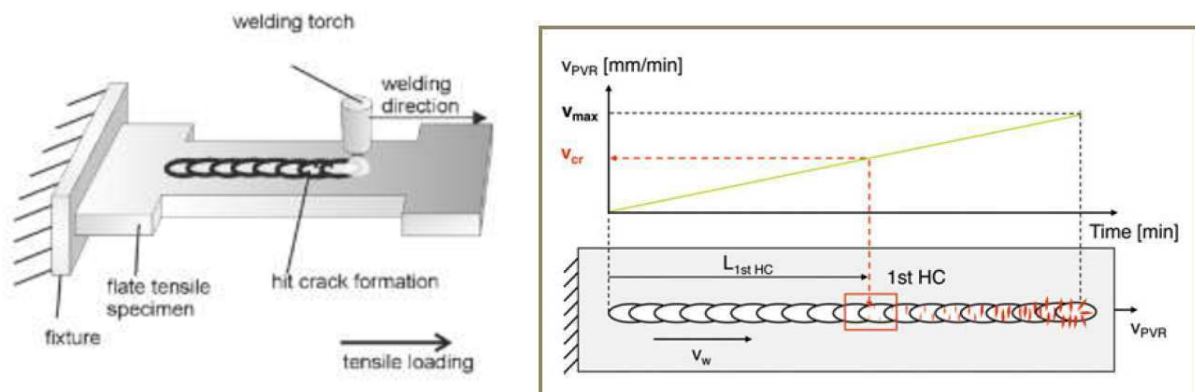


Figure I.28: Essai PVR [12]

Cependant à notre connaissance la littérature ne mentionne pas l'utilisation de cet essai pour l'étude de l'influence du bore sur la résistance à la Fissuration A Chaud par liquation.

I.4. Conclusions de l'analyse bibliographique

Cette étude bibliographique a permis d'effectuer un bilan des différents travaux de recherche publiés dans la littérature sur le phénomène de fissuration à chaud par liquation en général et sur l'influence du bore en particulier. Le principe du phénomène de fissuration à chaud par liquation en présence du bore, communément accepté dans la communauté scientifique est le suivant : les températures de fusion peu élevées des eutectiques austénite/borures présents aux joints de grains associées aux chargements en traction rencontrés lors du soudage conduisent à une fissuration se produisant lors du refroidissement en bordure de ZAT. La teneur en bore initiale de la tôle est donc un facteur de premier ordre sur la sensibilité à la FAC par liquation. De plus dans les tôles à l'état de réception la ségrégation hors équilibre du bore lors de la trempe suivant le traitement de mise en solution du bore est souvent décrite comme un facteur qui contribue à l'enrichissement local en bore aux joints de grains. Ce phénomène, qui favorise la formation de films intergranulaires riches en bore et de borures, contribue aussi au risque de FAC par liquation. Un domaine critique de teneurs en bore comprises entre 35 et 50ppm, confirmée par une simulation sur Matcalc, se dégage en

conformité avec les résultats des essais de fissuration à chaud présents dans la littérature : si la teneur est inférieure à 35 ppm le risque semble réduit. Si elle est supérieure à 50 ppm le risque est nettement plus élevé. Le domaine de température associé au phénomène de liquation des eutectiques borures / austénite est défini par l'intervalle 1050 - 1280°C. Les essais de FAC permettant d'étudier le rôle du bore dans les aciers inoxydables austénitiques apparaissant dans la littérature sont essentiellement des essais de ductilité au chauffage et au refroidissement effectués sur machine Gleeble. La composition de l'acier (teneur en titane notamment) et sa microstructure (teneur en ferrite), influent sur le comportement en ductilité à chaud mais une température de chute de ductilité voisine de 1180°C se dégage pour les nuances à teneur en bore élevée. Pour les aciers de type 321 (18-10 Ti) la température de chute de ductilité baisse à 1180°C pour des teneurs comprises entre 36 et 45 ppm de bore. Pour les aciers de type 316L (17-13 Mo), le seuil de transition semble plus proche de 36-37 ppm mais on note des écarts parfois importants selon les auteurs. Le temps de maintien à la température d'essai est un paramètre à prendre en compte. Les essais de fissuration à chaud en soudage décrits dans la littérature et mettant en évidence le rôle du bore sur la FAC des aciers inoxydables austénitiques sont peu nombreux et limités à des essais Varestraint, qui sont assez difficiles à modéliser. Malgré son intérêt évident pour évaluer la sensibilité à la fissuration à chaud et sa plus grande facilité à simuler numériquement, la littérature ne mentionne pas l'utilisation de l'essai PVR pour l'étude de l'influence du bore sur la résistance à la fissuration à chaud par liquation. Toutes ces constatations vont être exploitées dans les chapitres suivants pour la caractérisation des matériaux de l'étude, les essais de ductilité à chaud et de fissuration à chaud en soudage réalisés ainsi que les simulations numériques conduisant à la détermination d'un critère de fissuration par liquation associé à la teneur en bore.

Chapitre II : Caractérisation des matériaux de l'étude - Essais Gleeble

Le but des essais et des expériences présentés dans ce chapitre est de déterminer des caractéristiques de différents matériaux de l'étude contenant une teneur en bore allant de 2 ppm à 50 ppm.

Afin de vérifier que nos matériaux industriels et issus de coulées synthétiques appartiennent tous à la nuance de type 316L, une analyse de composition chimique est effectuée à l'état de réception. Ensuite, les caractéristiques métallurgiques qui pourraient avoir une influence sur le phénomène de fissuration à chaud par liquation sont étudiées : mesure du taux de ferrite, analyse de la microstructure du matériau. Enfin, une analyse de la teneur en bore des différents matériaux de l'étude est effectuée en utilisant la méthode ICP-MS (spectrométrie de masse à plasma à couple inductif), qui permet de détecter le bore à des concentrations très faibles et avec une bonne précision (quelques ppm).

La suite de ce chapitre est consacrée à la réalisation et l'analyse des différents essais de ductilité à chaud effectués au chauffage et au refroidissement sur machine Gleeble dans le cadre de cette étude. Ces essais permettent d'étudier la sensibilité à la fissuration à chaud du matériau à différentes températures via la ductilité définie par une grandeur macroscopique qui est la réduction d'aire de section. L'influence du temps de maintien à la température d'essai est étudiée. Des examens complémentaires de caractérisation du caractère ductile ou fragile de la rupture par fractographie sont effectués. La spectrométrie de masse d'ions secondaires est utilisée pour tenter de corréliser les variations de ductilité à la distribution du bore aux joints de grains.

II.1. Matériaux de l'étude

II.1.1. Conditions d'élaboration et composition chimique

Sept aciers inoxydables austénitiques de type AISI 316L ont été utilisés dans cette étude. Leur procédé de fabrication et les dimensions des tôles et barres à l'état de réception sont présentés dans le tableau II.1. Leur composition chimique est indiquée dans le tableau II.2.

Alliage (teneur en bore)	Procédé d'élaboration	Laminage / Etirage	Traitement thermique	Dimensions à l'état de réception (mm)
A (2 ppm)	Sous vide	Non communiqué	Hypertrempe	Barre $\Phi 200 \times 700$
B (19 ppm)	Sous vide	Non communiqué	Hypertrempe	Barre $\Phi 100 \times 700$
C (31 ppm)	Sous vide	T = 1250°C	Hypertrempe	Tôle 400 × 265 × 10
D (20 ppm)	Sous vide	T = 1250°C	Hypertrempe	Tôle 400 × 100 × 11
E (35 ppm)	Sous vide	T = 1250°C	Hypertrempe	Tôle 400 × 100 × 11
F (39-44 ppm)	Sous vide	T = 1220°C	Hypertrempe	Tôle 400 × 100 × 11
G (50 ppm)	Sous vide	T = 1220°C	Hypertrempe	Tôle 400 × 100 × 11

Tableau II.1: Procédés de fabrication et dimensions des matériaux de l'étude

Acier	B (ppm)	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Co	Cu	Al	N
A	2±1	0.020	1.40	0.510	0.040	0.026	16.90	10.20	2.0	0.340	0.410	<0.004	0.074
B	19±2	0.014	1.40	0.400	0.030	0.029	16.70	10.10	2.0	0.130	0.480	0.010	0.042
C	31±2	0.018	1.58	0.513	0.027	0.001	16.95	10.05	2.06	0.084	0.105	-	0.048
D	20±2	0.019	1.56	0.540	0.031	0.0015	16.97	10.07	2.06	0.087	0.106	0.033	0.043
E	35±3	0.017	1.54	0.550	0.026	0.0014	16.87	10.04	2.06	0.082	0.108	0.033	0.051
F1	39±4	0.016	1.59	0.540	0.027	0.0011	17.25	10.03	2.05	0.080	0.106	0.043	0.052
F2	44±4												
G	50±4	0.016	1.61	0.540	0.027	0.0017	17.03	10.08	2.06	0.082	0.107	0.035	0.050
RCCM	< 18	< 0.03	< 2	< 1	< 0.03	< 0.015	16-19	10-14	2-2.5		< 1		

Tableau II.2: Composition chimique des aciers et impositions du RCCM pour aciers 316L soudables (% mass. sauf pour la teneur en bore en ppm)

Tous ces matériaux ont été élaborés sous vide puis laminés ou étirés à chaud et ont subi un traitement thermique d'hypertrempe couramment utilisé pour ces aciers.

Trois d'entre eux, désignés par les lettres A, B et C, ont été fabriqués industriellement. Les aciers A et B sont disponibles sous forme de barre de 200 et 100mm de diamètre respectivement, et l'acier C sous forme de tôle d'épaisseur 10mm.

Les quatre autres aciers, désignés par les lettres D, E, F et G, sont issus de coulées synthétiques de composition chimique identique à celle de l'alliage C mis à part la teneur en bore. Ils ont été coulés en lingots d'environ 75 kg par UGITECH (Ugine, France) en utilisant le procédé de fusion par induction sous vide. Les lingots ont été ensuite étirés, tranchés et laminés à chaud à 1250°C ou 1220°C pour former des plaques de 11 mm d'épaisseur. 18 plaques sont ainsi obtenues par lingot (voir figures II.1 et II.2). Les alliages expérimentaux ont alors subi un traitement de mise en solution à 1050°C pendant 50 minutes (identique à celui subi par l'acier C) puis une trempe à l'eau (hypertrempe).

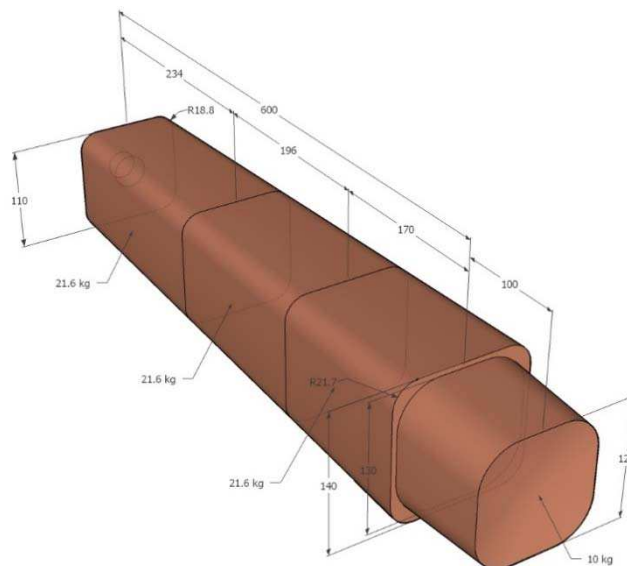


Figure II.1 : Dimensions des lingots élaborés par UGITECH avant découpe

L'analyse chimique des coulées synthétiques a été effectuée par UGITECH par prélèvement sur les lingots. Les techniques employées sont la fluorescence X pour les éléments métalliques lourds, la spectrométrie d'émission optique à étincelles pour l'aluminium et l'analyse des gaz (LECO) libérés après fusion sous gaz inerte pour les éléments O (détection infra-rouge) et N (mesure de conductivité thermique) et après combustion pour les éléments C et S (détection infra-rouge). Un premier dosage du bore a été effectué sur les lingots par spectrométrie de masse à décharge lumineuse (GDMS).

Pour les alliages industriels, les compositions chimiques fournies par les certificats matière sont issues de mesures effectuées à l'issue de la coulée continue. Pour vérifier que le procédé

de fabrication n'ait donné lieu à des phénomènes de ségrégation, la composition chimique des tôles et barres à notre disposition a été re-déterminée par le laboratoire MMC d'EdF (site des Renardières). Pour tous les éléments sauf le bore, les techniques d'analyse sont identiques à celles employées par UGITECH.

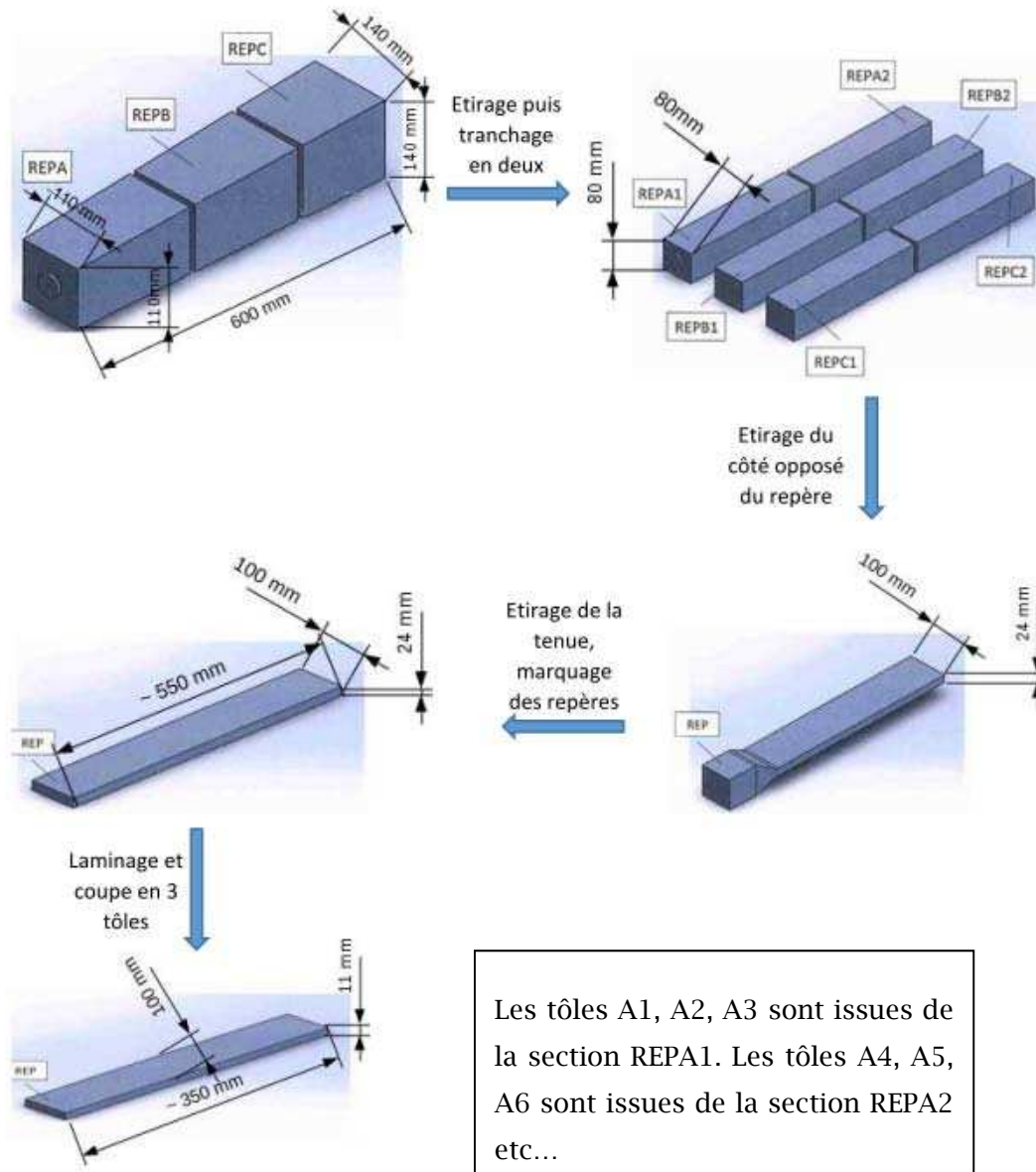


Figure II.2 : Etirage, découpe et laminage des lingots par UGITECH

Enfin pour tous les aciers, la teneur en bore a été finalement mesurée sur les matériaux à l'état de réception par spectrométrie de masse à plasma couplé par induction (ICP-MS, appareil Varian 820MS, laboratoire LesCA-EdF) sur quatre échantillons prélevés à quelques mm de la surface des tôles ou des barres. 0,5 grammes de copeaux non oxydés ont été utilisés pour chaque analyse. Des précautions opératoires, dont le nettoyage des outils de prélèvement, ont été prises pour éviter toute contamination.

Compte tenu du grand nombre de tôles disponibles pour les aciers synthétiques D à G, il n'était pas envisageable d'effectuer une analyse de la teneur en bore de chacune d'entre elles. Il a donc été choisi de privilégier les mesures des teneurs en bore sur tôles issues du même groupe de 3 tôles (même section REP, voir figure II.2) que celles qui seront utilisées pour les caractérisations microstructurales, les essais de ductilité à chaud sur machine Gleeble, les essais Varestraint et les essais PVR.

Les tôles en aciers industriels A, B et C ont une teneur en bore de 2 ± 1 ppm, 19 ± 2 ppm et 31 ± 2 ppm respectivement. Les quatre aciers expérimentaux C, D, E et F ont une teneur en bore de 20 ± 2 ppm, 35 ± 3 ppm, 39 ± 4 ppm et 50 ± 4 ppm respectivement. La précision indiquée intègre une incertitude maximale de 5% et la dispersion expérimentale constatée. Les tôles en acier F extraites des deux extrémités du lingot (repères A et C) présentent des teneurs en bore différentes de 39 ± 3 ppm (acier F1) et 44 ± 4 ppm (acier F2).

Acier (teneur en bore)	Repère tôle	N° Tôle
D (20 ppm)	D - REPB1	B2
E (35 ppm)	E - REPA2	A4
F1 (39 ppm)	F - REPA2	A5
F2 (44 ppm)	F - REPC1	C3
G (50 ppm)	G - REPB1	B2

Tableau II.3 : Référence des tôles utilisées pour la détermination de la teneur en bore des aciers synthétiques

Globalement pour tous les aciers les compositions chimiques mesurées sont très proches de celles indiquées sur les certificats matière. Les compositions des aciers étudiés satisfont par ailleurs globalement aux impositions du RCCM, mis à part pour la teneur en bore. En particulier les teneurs en soufre et phosphore, éléments connus pour leur influence sur la résistance à la fissuration à chaud, des alliages expérimentaux sont inférieures ou restent proches (aciers A et B) de ces impositions. Parmi les aciers A, B et C, l'acier C contient les plus faibles teneurs en S et P. Il a donc été choisi comme matériau modèle pour l'élaboration des coulées synthétiques (D à G). De sorte tous les alliages de teneur en bore supérieure à 20 ppm ont une composition chimique (hors teneur en bore) très proche et pourront donc être comparés au niveau de leur résistance à la FAC en lien avec la teneur en bore.

II.1.2. Caractérisation des matériaux à l'état de réception

II.1.2.1. Mesure du taux de ferrite

La littérature ([5], [8], [64]) montre que la résistance à la FAC des aciers inoxydables austénitiques est dépendante du taux de ferrite δ résiduelle. En effet, la ferrite peut dissoudre plus de bore (jusque 0,5% mass.) que l'austénite ce qui diminue donc le risque de FAC par liquation lié au bore. D'autres raisons liées au mode de solidification, à la diminution de taille de grain austénitique en présence de ferrite etc. sont aussi avancées pour justifier cette influence sur la FAC. Plusieurs études ([5]-[7]) montrent qu'un taux de ferrite de l'ordre de 10% peut diminuer le risque de FAC par liquation par rapport à un taux de ferrite de l'ordre de 1%, lorsque la teneur en bore dépasse à peine le seuil de FAC. D'autres auteurs précisent qu'une teneur de 4% en ferrite suffit pour améliorer significativement cette résistance à la FAC [65]. Il est donc important de déterminer le taux de ferrite dans chacun de nos matériaux. Nous avons donc utilisé un ferritoscope (FISCHERSCOPE® MMS, module PERMASCOPE®) pour déterminer la teneur en ferrite de nos matériaux à l'état de réception par la méthode d'induction magnétique (norme DIN EN ISO 2178). Les résultats des mesures sont présentés dans le tableau II.4.

Acier (teneur en bore)	A (2 ppm)	B (19 ppm)	C (31 ppm)	D (20 ppm)	E (35 ppm)	F (44ppm)	G (50 ppm)
Mesure 1	0.43%	0.52%	1.37%	1.15%	1.62%	1.05%	1.26%
Mesure 2	0.71%	0.65%	1.15%	1.42%	1.23%	1.35%	1.14%
Mesure 3	0.35%	0.56%	0.98%	1.25%	1.22%	1.17%	0.97%
Mesure 4	1.03%	0.62%	1.25%	1.32%	1.45%	1.37%	1.32%
Moyenne	0.63%	0.59%	1.19%	1.29%	1.38%	1.24%	1.17%

Tableau II.4 : Mesure de la teneur en ferrite des matériaux de l'étude

Nous constatons que pour tous les alliages le taux de ferrite est proche et reste aux alentours de 1.0 ± 0.4 %, ce qui n'est pas suffisant pour diminuer le risque de FAC par liquation. La résistance à la FAC des alliages pourra donc être comparée sans se préoccuper de ce facteur.

II.1.2.2. Microstructure à l'état de réception

La microstructure des aciers à l'état de réception a été caractérisée par microscopie électronique à balayage (MEB) à l'aide des microscopes FEG Zeiss Supra 55 (MMC, EDF R&D) et JEOL JSM 6460-LV (IRDL, UBS) opérant à 10-15 kV et 20 kV respectivement, en utilisant le

signal produit par l'émission d'électrons secondaires et rétrodiffusés qui sont sensibles au micro-relief et à la composition chimique de la surface respectivement. Ces MEB sont aussi couplés à un système de microanalyse par spectrométrie X à dispersion d'énergie (EDX) de marque Oxford pour EDF R&D et Inca pour l'IRDL. Cette technique se base sur la détection des rayons X (raies $K\alpha$, $L\alpha$...) ré-émis par l'échantillon suite à l'excitation des atomes du matériau par le flux d'électrons arrivant sur sa surface. Leur énergie est spécifique de l'élément émetteur. L'erreur de mesure associée à cette analyse est typiquement d'1% massique pour les éléments lourds, mais elle est beaucoup plus importante pour les éléments légers tels que le bore. Le résultat ne sera donc que qualitatif pour ce dernier élément. Cette analyse permet de déterminer si des borures ou des précipités contenant du bore sont présents aux joints de grains. Les micrographies obtenues au MEB permettent d'autre part d'estimer la taille moyenne des grains. Des échantillons ont été prélevés dans les différents matériaux à l'état de réception et polis jusqu'à un niveau de rugosité de 250 nm.

En complément, pour une détermination plus précise de la taille de grains, une analyse EBSD au microscope électronique à balayage d'EDF R&D a été également effectuée. Les échantillons découpés ont été enrobés dans du métal de Wood (cf. figure II.3), puis polis jusqu'à un niveau de rugosité de 250nm. La caractérisation a été réalisée avec un pas d'analyse de 1 micron sur une zone de taille $300 \times 300 \mu\text{m}^2$ ou $700 \times 700 \mu\text{m}^2$.



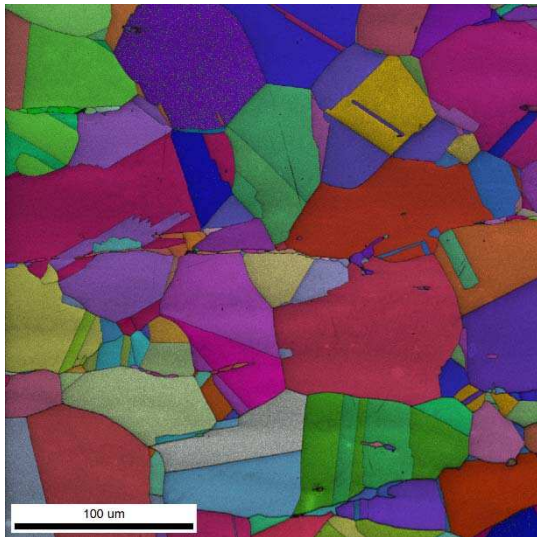
Figure II.3 : Enrobage des échantillons dans du métal de Wood pour l'EBSD

Taille de grain

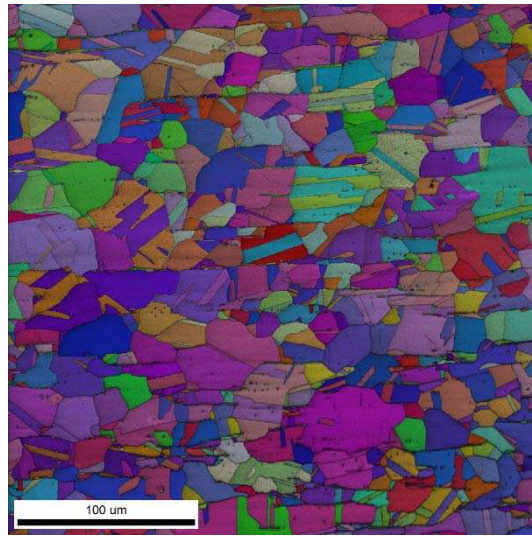
Le tableau II.5 présente la taille moyenne des grains à l'état de réception des aciers étudiés déterminée par EBSD (aciers A, C, E et F, cf. figure II.4) ou estimée par imagerie MEB conventionnelle (aciers B et G) ou à l'aide d'un microscope optique (acier D).

Acier (teneur en bore)	A (2 ppm)	B (19 ppm)	C (31 ppm)	D (32 ppm)	E (35 ppm)	F (44 ppm)	G (50 ppm)
Taille moyenne	48 ± 4	37 ± 3	11 ± 2	45 ± 5	42 ± 4	44 ± 4	43 ± 3

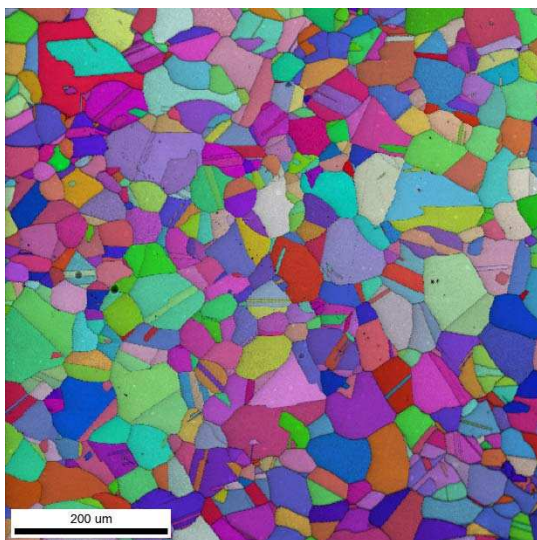
Tableau II.5 : Taille moyenne des grains des aciers à l'état de réception



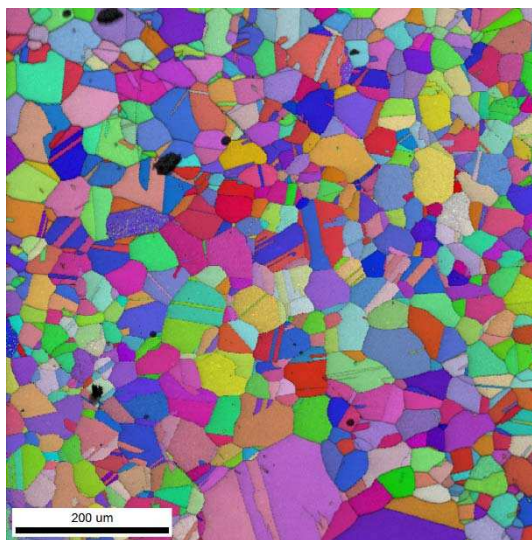
A (2ppm B)



C (31 ppm B)



E (35 ppm B)



F (39 ppm B)

Figure II.4 : Images EBSD sur aciers A, C, E et F à l'état de réception

Nous constatons que la taille moyenne des grains à l'état de réception est de l'ordre de 40 à 50 μm pour toutes les nuances sauf pour l'acier C où elle est de l'ordre de 10 μm (sans doute lié aux conditions d'élaboration de l'acier). Il est généralement accepté dans la littérature [62] que la diminution de taille de grain à l'état de réception favorise la résistance à fissuration par liquation. Cependant Donati [6] indique que pour les aciers de type 321 au bore la température de chute de ductilité n'est liée qu'à la teneur en bore et semble non affectée par la taille de grain. La teneur en bore des alliages C et D étant très proche nous pourrions étudier l'effet de la taille de grain en comparant la résistance à la FAC des aciers C (taille de grain 10 μm) et D (taille de grain 40-50 μm).

Précipitation intergranulaire de borures

Les images MEB en électrons secondaires et rétrodiffusés ainsi que les microanalyses EDX associées ont permis de mettre en évidence la présence de précipités intergranulaires riches en Fe et Cr et contenant du bore. La figure II.5 présente un exemple de ces précipités dans l'acier synthétique G (50 ppm de bore), avec en figure II.6 les cartographies EDX correspondantes. On retrouve la forme spécifique « en lanières » décrite par Zacharie [5] des précipités intergranulaires de type $(\text{Fe,Cr})_2\text{B}$ observés dans des aciers 18-10Ti à forte teneur en bore (entre 46 et 75 ppm). Des précipités similaires moins nombreux et plus dispersés ont été observés dans les aciers F (39 à 44 ppm de bore, cf. figure II.7) et plus rarement dans les aciers E (32 ppm B) et C (31 ppm B, cf. figure II.8). Des précipités riches en Mo, plus pauvre en Cr et contenant aussi du bore ont été observés au voisinage de ces borures dans les aciers F et G. La présence de borures intergranulaires n'a pas été observée dans les aciers A (2ppm B), B (19 ppm B) et D (20 ppm B).

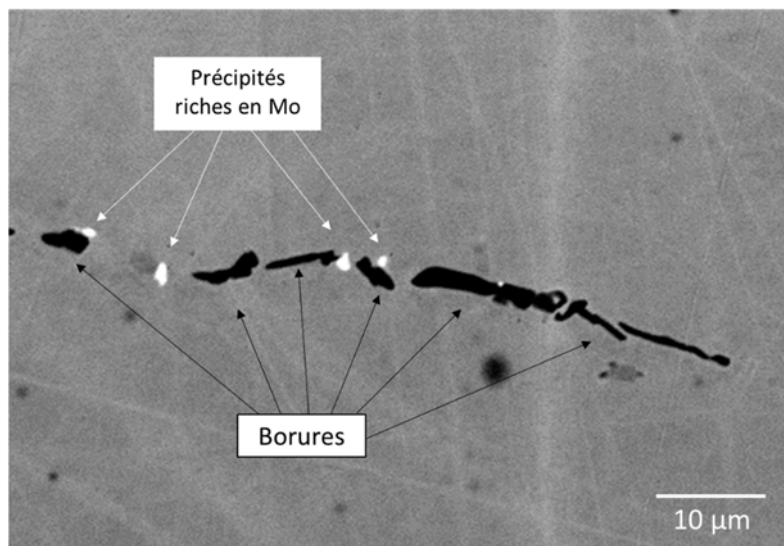


Figure II.5 : Micrographie MEB en électrons rétrodiffusés - alliage G (50 ppm B) à l'état de réception, borures en « lanières »

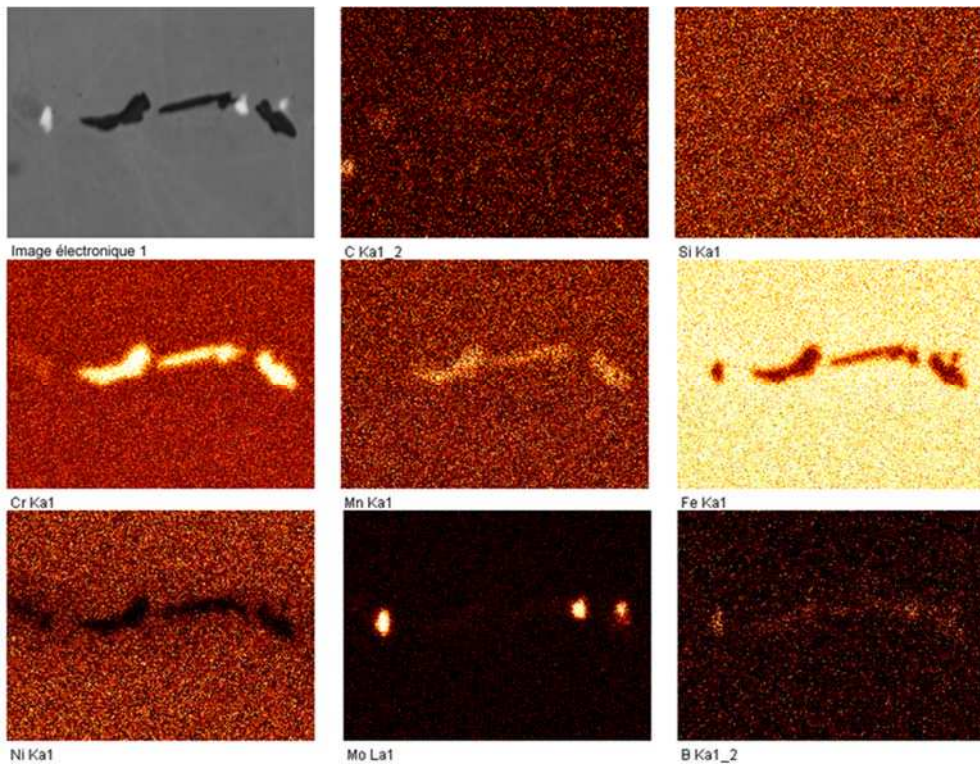
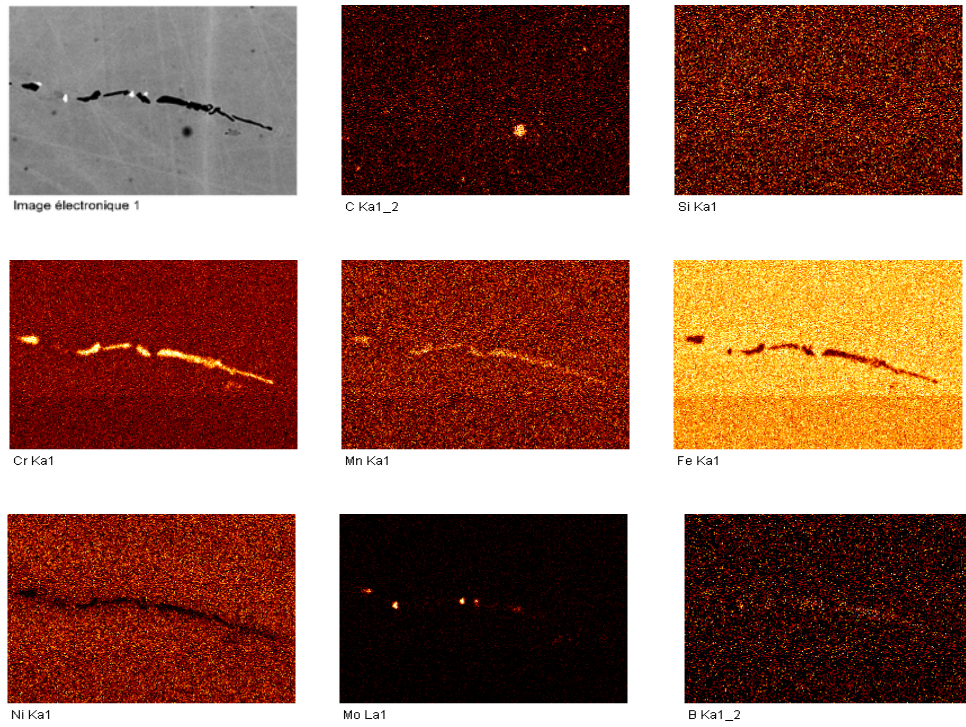


Figure II.6 : Cartographies EDX - alliage G (50 ppm B) à l'état de réception

(Ka : raies Ka , La : raies La)

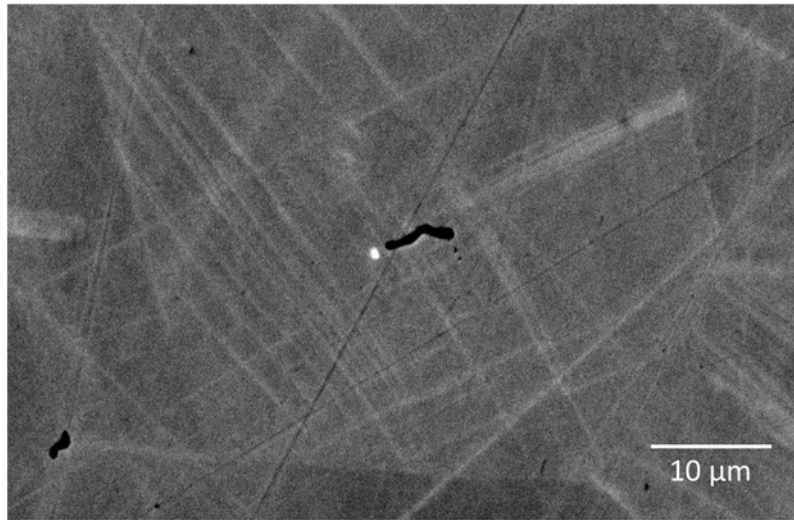


Figure II.7 : Micrographie MEB en électrons rétrodiffusés
- alliage F1 (39 ppm B) à l'état de réception

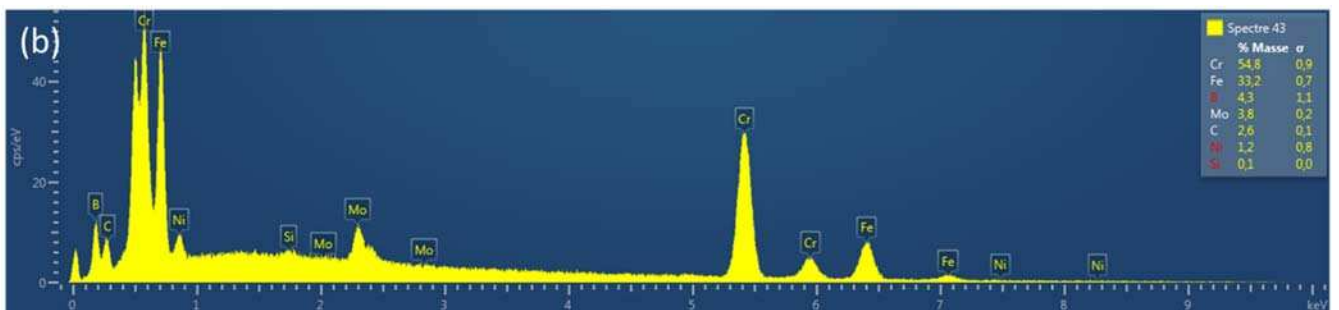
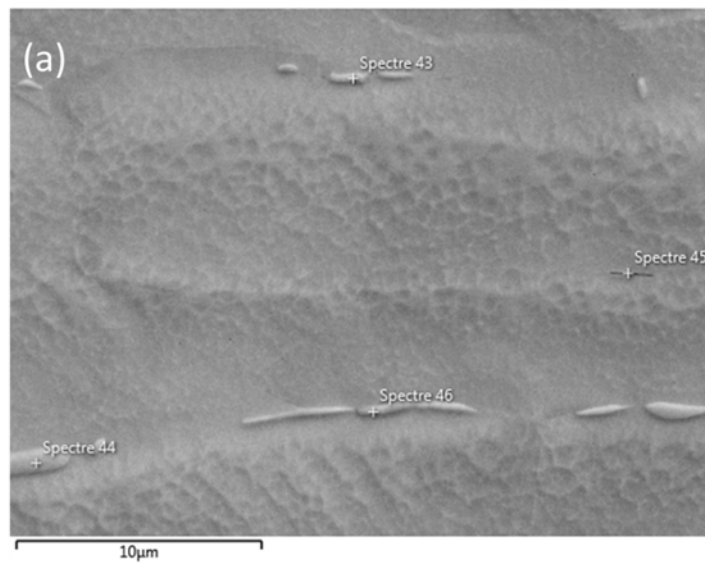


Figure II.8 : (a) Micrographie MEB en électrons secondaires et (b) spectre EDX d'un borure
- alliage C (31 ppm B) à l'état de réception

Les compositions de quelques borures de taille suffisantes pour être analysés en EDX sont présentées dans le tableau II.6. Les éléments majoritaires sont Cr et Fe. Les compositions en éléments métalliques sont assez proches de celles déterminées pour des précipités intergranulaires de type M_2B et de morphologie similaire à celle rencontrés dans cette étude, mis en évidence par Karlsson et al. dans un acier 316L trempé depuis 1250°C ([35]-[38]) et par Sourmail et al. dans un acier 310 modifié trempé depuis 1660°C [66]. De même Yao [54] fait état d'une précipitation intergranulaire de type $(Fe, Cr)_2B$ dans un acier de type 304 à 33 ppm de bore hypertrempé puis vieilli entre 750°C et 1050°C. Des précipités de type M_3B_2 et M_3B_3 riches en Fe et Cr ont aussi été observés par Karlsson mais avec des teneurs en Mo plus élevées.

Acier (teneur en bore)	Fe	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	C	B
G (50 ppm)	28.1	58.6	0.3	4.8	1.4	-	4.7	2.1
	27.9	56.5	0.8	4.6	1.5	-	4.2	5.0
F1 (39 ppm)	37.4	44.7	3.6	3.9	1.8	0.2	4.6	3.9
C (31 ppm)	33.2	54.8	1.2	3.8	-	0.1	2.6	4.3
	34.6	54.5	2.2	4.0		0.2	2.2	2.2

Tableau II.6: Composition chimique des borures analysés (% mass., teneurs en bore indicatives car mesure EDX qualitative) - aciers à l'état de réception

Les précipités riches en Mo détectés dans les aciers F et G, peuvent être des borures de Fer et Mo de type $FeMo_2B_2$ observés également par Donati dans des aciers type 316L à l'état de réception [67] mais qui ne sont pas jugés responsable de la FAC quand ils sont intragranulaires [62]. A noter que Donati a aussi observé des précipités intergranulaires de type $(Fe, Cr)_2B$ mais essentiellement dans des aciers 18-10Ti. Dans tous les cas la chute de ductilité associée à la fusion des eutectiques borures / austénite a lieu vers 1180°C quand la teneur en bore est élevée.

Enrichissement en bore aux joints de grains (analyse SIMS)

Pour étudier l'influence du bore sur le phénomène de FAC par liquation, il est nécessaire d'étudier la localisation du bore dans le matériau et en particulier son enrichissement aux joints de grains. En effet, d'après la littérature, le bore se ségrège fréquemment aux joints de grains en fonction du traitement thermique subi par l'acier ([35]-[38]) et la présence de borures ou de films enrichis en bore aux joints de grains augmente le risque de FAC par liquation [5][7]. Pour étudier cette localisation du bore dans les aciers à l'état de réception, nous avons utilisé l'analyse SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry, soit spectrométrie de masse des ions secondaires en français). Cette technique sera utilisée dans la suite de l'étude pour étudier

l'influence de différents traitements thermiques sur la distribution du bore et donc sur la sensibilité à la FAC par liquation.

La technique SIMS permet d'obtenir des détections limite d'éléments trace très faible (10^{12} - 10^{16} atomes/cm³) [68]. Elle consiste à bombarder la surface de l'échantillon à analyser avec un faisceau d'ions pour la pulvériser et l'ioniser en partie. Ces ions secondaires sont alors accélérés vers un spectromètre de masse qui permettra d'analyser la composition de la surface de l'échantillon. Le SIMS est une technique d'analyse de surface très sensible, mais présente plus de difficultés dans l'interprétation quantitative précise que d'autres techniques. Cette technique est très efficace pour détecter des éléments légers à faible concentration tels que le bore dans nos aciers pour lequel l'analyse EDX n'a pas assez de résolution. En revanche, elle est qualitative au sens que l'on ne peut pas estimer la concentration du bore à partir d'une image SIMS mais on peut seulement comparer la concentration du bore à différents endroits d'un échantillon (matrice/joints de grains).

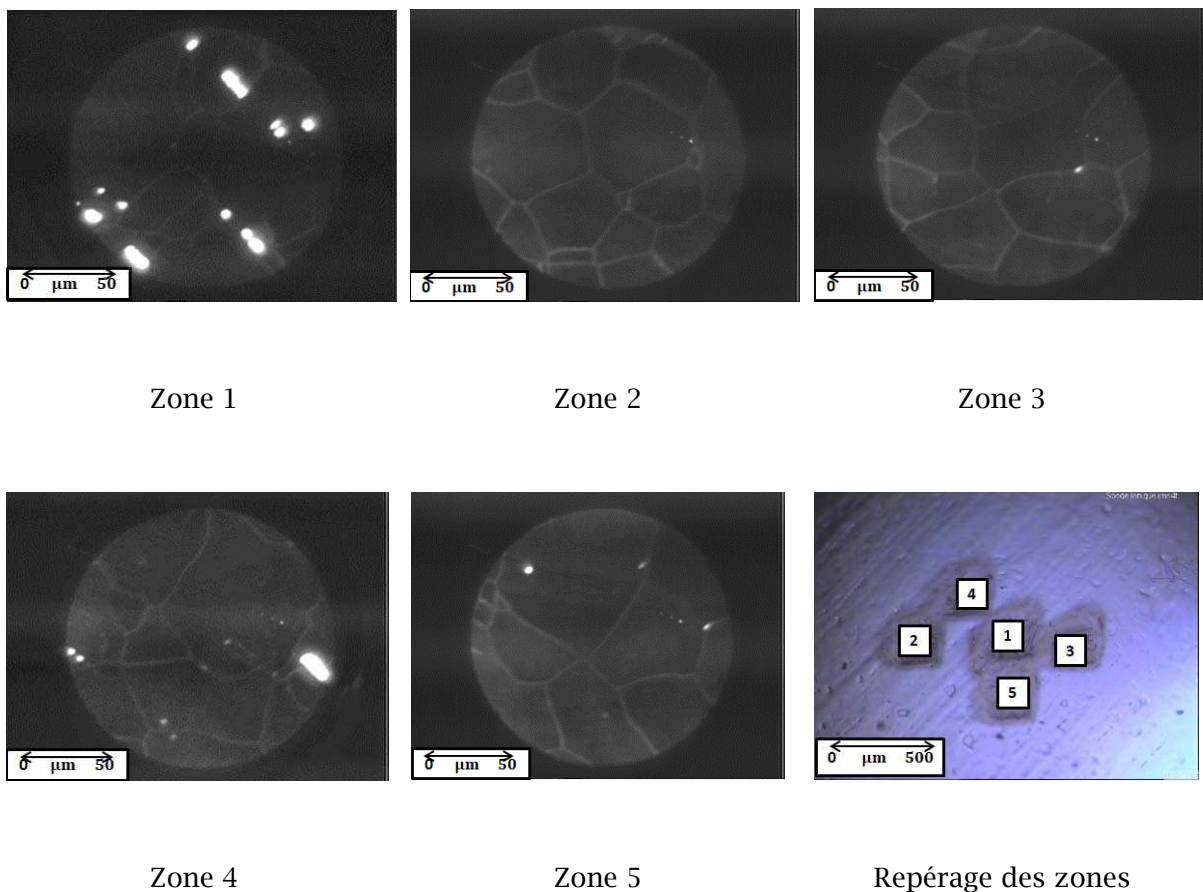


Figure II.9 : Images SIMS sur acier E (35 ppm) à l'état de réception - même échelle pour toutes les images SIMS

Deux échantillons des aciers E (35 ppm B) et F2 (44 ppm B) à l'état de réception ont été polis électrolytiquement dans une solution aqueuse d'acide oxalique à 10%. L'analyse SIMS a été

effectuée sur un microscope ionique CAMECA IMS5F du laboratoire Géosciences de l'Université de Montpellier. Le faisceau ionique primaire est constitué d'ions O_2^+ accélérés à une tension de 15kV avec un courant de faisceau de 1 μ A. Les ions secondaires émis par la surface sont des ions BO_2^- . L'optique ionique de cet appareil permet de reproduire directement par projection des ions secondaires sur un écran transducteur ions-photons, l'image chimique de la surface de l'échantillon avec un grandissement de 100 à 1000. Les figures II.9 et II.10 présentent les images SIMS obtenues sur les matériaux E et F à l'état de réception.

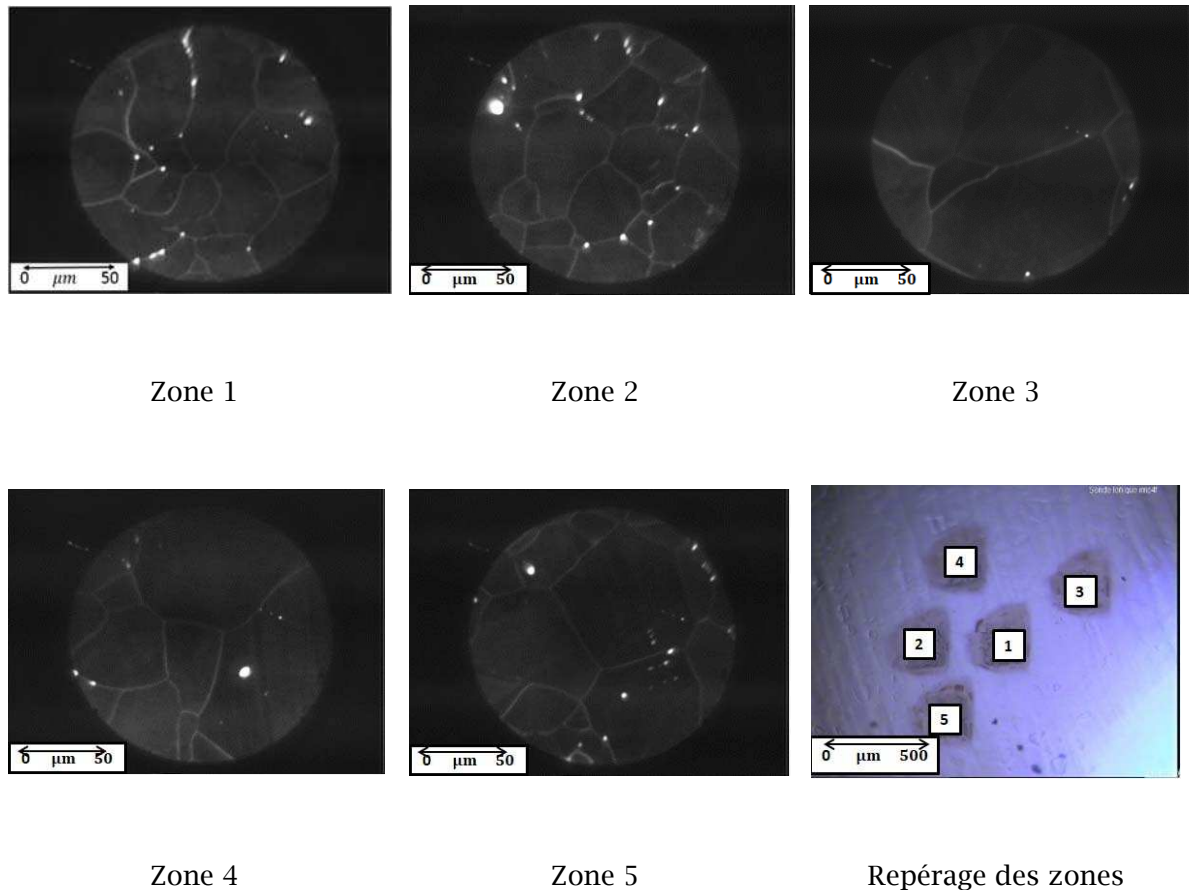


Figure II.10 : Images SIMS sur acier F2 (44 ppm) à l'état de réception - même échelle pour toutes les images SIMS

Les images obtenues sur l'acier E et F2 font apparaître des précipités intergranulaires, mais aussi parfois intragranulaires, riches en bore. Leur taille est variable de 1 à 10 μ m (figure II.10). La ségrégation de bore aux joints de grains est aussi clairement visible. Les précipités semblent plus nombreux et plus dispersés dans l'alliage F2 à 44 ppm de bore. Cela est cohérent avec les observations de Karlsson et al. qui font état de la présence de films enrichis en bore par ségrégation hors-équilibre aux joints de grains d'aciers 316L hypertrempés à 40 et 23 ppm de bore. Les auteurs indiquent aussi que des précipités riches en bore sont répartis avec des densités similaires sur tous les joints de grains pour les teneurs en bore les plus élevées ([35]-

[38]), Sourmail [66] montre que la germination des précipités devient de plus en plus dépendante du degré de désorientation des joints de grains au fur et à mesure que la teneur en bore diminue et que par conséquent la distribution des précipités aux joints de grains devient plus irrégulière pour les teneurs en bore plus faibles.

II.1.2.3. Bilan

L'analyse de la microstructure à l'état de réception des aciers a conduit aux observations suivantes :

- les aciers possèdent tous une teneur en ferrite très faible de l'ordre de 1% qui est insuffisante pour limiter le risque de FAC par liquation.
- la taille moyenne des grains austénitiques est de l'ordre de 40 à 50 μm pour toutes les nuances sauf pour l'acier C (matériau industriel à 31 ppm B) où elle est de l'ordre de 10 μm .
- des précipités intergranulaires de composition chimique (déterminées par EDX) compatibles avec celle de borures de type $(Fe, Cr)_2B$ ont été observés dans les aciers à des teneurs en bore supérieures ou égales à 31 ppm. Des précipités intergranulaires riches en bore pouvant être de type $FeMo_2B_2$ ont aussi été observés. L'analyse SIMS conduite sur les alliages à 39 et 44 ppm de bore a confirmé la présence de précipités intergranulaires (et parfois intragranulaires) riches en bore ainsi que la ségrégation du bore aux joints de grains. Ces observations sont cohérentes avec celles reportées de la littérature et notamment celles de Zacharie et Karlsson pour des aciers 316L (17-13 Mo) et 321 (18-10 Ti) hypertrempés.

II.2. Présentation des essais Gleeble de ductilité à chaud

II.2.1. Présentation de la machine Gleeble 3500

Le simulateur thermo-mécanique Gleeble 3500 de l'Université Bretagne-Sud est une machine d'essais permettant de reproduire sur une éprouvette métallique, via un système de contrôle entièrement intégré en boucle fermée, des sollicitations thermiques et mécaniques imposées. La machine permet de reproduire des chargements sévères associés à des procédés de mise en forme ou d'assemblage (ex : trempe, soudage, laminage) ou de réaliser des essais mécaniques et dilatométriques conventionnels. Les chargements thermiques et mécaniques sont pilotés de manière indépendante. La machine est fournie avec le logiciel QuickSim, qui permet une programmation simple via une interface graphique ou par script. L'installation est constituée d'un système de commande (PC et armoire de commande) et d'un banc d'essais relié à un groupe hydraulique (figure II.11). Le vérin est en position horizontale. Une enceinte couplée à un système de pompe primaire et secondaire permet la réalisation d'essais sous air, sous vide ou gaz neutre (argon).

Les caractéristiques de la machine sont les suivantes :

- Vitesse maximale de chauffage (non contrôlée) : 10 000°C/s
- Force maximale : 100kN (traction/compression)
- Vitesse de déplacement maximale du mors mobile : 2000mm/s
- Types de contrôle : force, déplacement, contraintes, déformation



Figure II.11 : Machine Gleeble

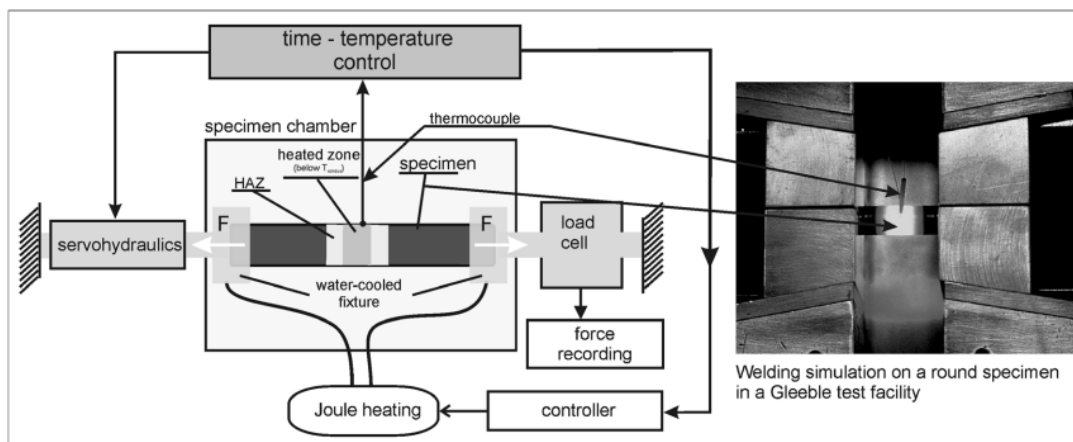


Figure II.12: Schéma de principe de la machine Gleeble [64]

Le chauffage des éprouvettes maintenues dans les mors de la machine s'effectue par effet Joule (dissipation d'énergie électrique sous forme de chaleur) via la transmission de courant alternatif dans les mors (figure II.12). Le système de refroidissement s'effectue aussi par les mors qui sont maintenus à la température de 20°C en continu par circulation d'eau dans les

« mâchoires » où ils sont insérés. Un refroidissement complémentaire peut être assuré par aspersion d'eau ou de gaz (air comprimé, argon). Pour permettre le pilotage thermique de l'essai, un thermocouple (TC1) central de régulation est soudé ou serti à mi-longueur de l'éprouvette. Des thermocouples supplémentaires peuvent être ajoutés pour l'appréciation du gradient thermique axial imposé par les mors refroidis. Du fait de ce gradient thermique axial, une réduction de section centrale n'est pas indispensable pour concentrer les déformations en zone utile comme habituellement sur les machines de traction conventionnelles. Durant un essai la machine fait l'acquisition dans un fichier informatique des températures enregistrées par le(s) thermocouple(s), de la force, du déplacement du vérin hydraulique et des signaux provenant des extensomètres axiaux ou diamétraux pouvant être utilisés pour mesurer les déformations ou piloter le chargement mécanique durant l'essai. Les cycles thermiques et mécaniques imposés sont aussi enregistrés dans le fichier d'essai.

II.2.2. Principe des essais et géométrie des éprouvettes

II.2.2.1. Principe des essais

L'analyse bibliographique a montré que les tests sur simulateur Gleeble au chauffage et au refroidissement peuvent être utilisés pour évaluer la susceptibilité à la fissuration par liquation de la ZAT ([9], [63]). L'essai au chauffage consiste à porter l'éprouvette jusqu'à une température prédéterminée, à la maintenir à cette température pendant un certain temps et à rompre l'éprouvette en appliquant une charge de traction avec une vitesse de déplacement du vérin constante. Connaissant la ductilité à la rupture pour chaque température de traction (déterminée en termes de réduction de surface en comparant la section finale et la section initiale de l'échantillon rompu), on peut tracer une courbe d'évolution de la ductilité en fonction de la température. Dans ce travail on considère l'effet du bore sur le risque de fissuration par liquation de la ZAT.

Dans les aciers inoxydables austénitiques au bore, il est connu que la courbe d'évolution de la ductilité au chauffage avec la température présente une chute à une certaine température comprise entre 1150°C et 1280°C (plage de liquation) au-delà d'une certaine teneur critique en bore. L'étude bibliographique montre que la teneur en bore peut influencer considérablement la température de chute de ductilité et par voie de conséquence la sensibilité à la fissuration à chaud de l'acier. Des essais de ductilité à chaud au chauffage sur des aciers à différentes teneurs en bore sont ainsi réalisés dans le cadre de ce travail pour étudier ce phénomène. Des essais de ductilité au refroidissement sont aussi effectués pour compléter les essais au chauffage et tenir compte de l'effet d'une excursion à plus haute température avant remise en tension de la matière comme ce peut être le cas dans une ZAT lors du soudage.

II.2.2.2. Géométrie des éprouvettes

La figure II.13 présente la géométrie d'une éprouvette Gleeble utilisée pour les essais de ductilité à chaud.

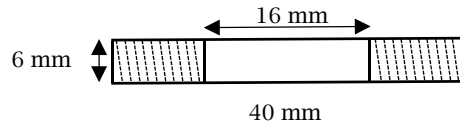


Figure II.13 : Géométrie de l'éprouvette Gleeble

L'éprouvette de forme cylindrique a un diamètre de 6mm et une longueur de 40mm. Elle est filetée aux extrémités sur une longueur d'environ 11 à 12 mm avec pas de filetage de 1mm. L'usinage des éprouvettes s'effectue à partir d'ébauches parallélépipèdes de dimensions $55 \times 8 \times 8$ mm. Des rallonges cylindriques filetées en cuivre vissés aux extrémités de l'éprouvette permettent l'insertion de celle-ci dans les mors en cuivre refroidis (figure II.14). Ce montage particulier permet une économie matière conséquente par rapport aux formats d'éprouvettes classiques de longueur 100 mm pour une même zone utile de 16 mm.

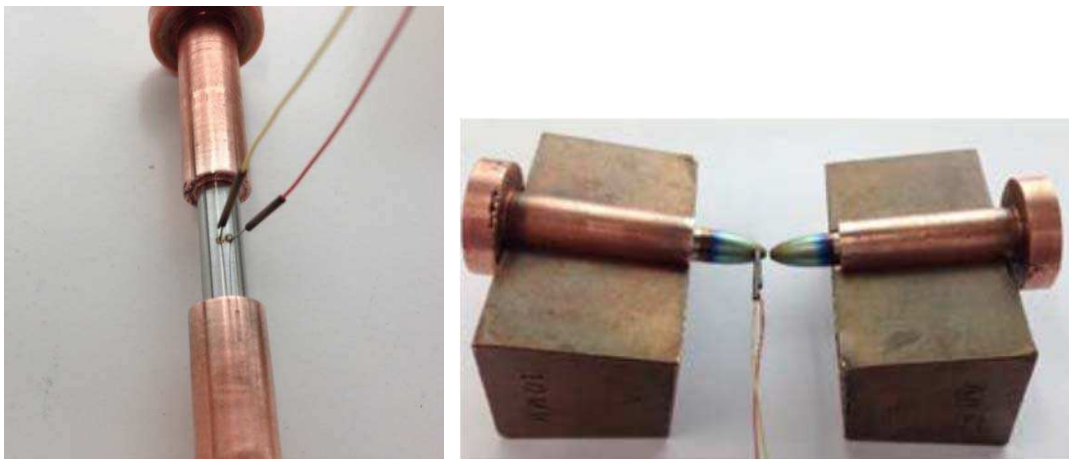


Figure II.14 : Éprouvette instrumentée d'un TC dans les rallonges en cuivre avant (gauche) et après essai (droite).

Chaque éprouvette est équipée d'un thermocouple central TC1 de type K (Chromel - Alumel) soudé à mi-longueur par décharge de condensateurs en mode soudage par percussion. Les fils des thermocouples sont protégés par une gaine d'alumine. Les thermocouples de type K permettent de mesurer des températures jusque 1370°C mais pour des durées de maintien très brèves de façon à minimiser le risque de diffusion des éléments chimiques constitutifs des fils (cf. tableau II.7). Les essais sont effectués sous vide secondaire.

Dans ce travail un grand nombre d'essais de rupture en traction à chaud a été effectué à l'aide de la machine Gleeble 3500. Lors de l'essai sont enregistrées les évolutions temporelles de la température, de la force, du déplacement du vérin et du courant électrique injecté dans

l'éprouvette. Après l'essai, les faciès de rupture sont examinés à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) JEOL JSM 6460-LV, le but étant d'identifier les modes de rupture (ductile, fragile) et si possible de mettre en évidence des traces de fusion de composés intergranulaires.

Température	Temps de maintien maximum à cette température
1350°C	1 seconde
1300°C	3 secondes
1250°C	30 secondes

Tableau II.7: Recommandations d'utilisation des thermocouples de type K (gleeble.com)

La ductilité, déterminée en termes de réduction de surface est définie par la formule suivante :

$$D(T) = \left[1 - \frac{S(T)}{S_0} \right] \times 100\% \quad (2.1)$$

où D(T) est la ductilité à la température de traction T, S(T) est l'aire du faciès de rupture, S₀ est l'aire de section initiale de l'éprouvette. La température T à la rupture est mesurée par le thermocouple de pilotage TC1. La section initiale est déterminée grâce à la mesure du diamètre initial de l'éprouvette au pied à coulisse. L'aire du faciès de rupture est mesurée à l'aide d'une loupe binoculaire et d'un logiciel associé (détermination de la surface par délimitation du contour de la section rompue).

II.2.3. Nombre d'éprouvettes testées

Pour chaque nuance, le nombre d'éprouvettes est calculé en fonction du phénomène que l'on veut étudier. Selon les nuances, il y a des essais préliminaires de mise au point, des essais au chauffage et des essais au refroidissement. Par exemple, l'établissement de la courbe d'évolution de la ductilité avec la température au chauffage, pour une nuance donnée à un temps de maintien donné, est déterminé en réalisant des essais pour 5 à 10 températures différentes dans la plage 1110°C-1400°C. Il faut aussi prévoir des éventuels échecs qui arrivent assez souvent à cause du décrochement du thermocouple, ou d'un dépassement de consigne lors d'une montée à une température élevée. De plus, certains essais ont besoin d'être doublés ce qui peut porter au final le nombre d'essais jusqu'à une vingtaine.

Le tableau II.8 présente le nombre total d'éprouvettes testées dans cette étude et les types d'essai réalisés pour chacune des 7 nuances d'acier disponibles.

Nuances	Nombre	Types d'essais
A (2 ppm)	40	Essais préliminaires (25) + Essais au chauffage (15)
B (19 ppm)	40	Essais préliminaires (25) + Essais au chauffage (15)
C (31ppm)	40	Essais préliminaires (25) + Essais au chauffage (15)
D (20 ppm)	40	Essais au chauffage (25) + Essais au refroidissement (15)
E (35ppm)	40	Essais au chauffage (25) + Essais au refroidissement (15)
F (39 et 44 ppm)	96	Essais au chauffage (40) + Essais au refroidissement (56)
G (50 ppm)	40	Essais au chauffage (40)

Tableau II.8: Nombre total d'éprouvettes Gleeble utilisés pour l'étude

II.3. Essais préliminaires de ductilité à chaud

Comme nous pouvons le constater dans le tableau II.8, les trois aciers industriels A, B et C, disponibles dès le début de l'étude, ont été utilisés pour les essais préliminaires de mise au point. Ces essais préliminaires consistent à étudier l'influence de différents paramètres sur le résultat d'un essai Gleeble tels que la vitesse de montée en température, la vitesse de traction, le temps de maintien avant traction...etc. A partir des résultats de ces essais, nous déterminons les paramètres à utiliser pour les prochains essais. Ils servent également à identifier des difficultés techniques à surmonter lors de la réalisation d'un essai.

II.3.1. Choix des paramètres

Il a été choisi de réaliser des essais de ductilité à chaud au chauffage pour ces essais préliminaires. Les paramètres d'un tel essai sont : la vitesse de chauffage, la température d'essai, le temps de maintien isotherme avant traction et la vitesse de traction (vitesse de déplacement vérin).

La vitesse de chauffage doit être représentative du soudage et, en accord avec la littérature, une vitesse de 100°C/s a été choisie et sera conservée pour l'ensemble des essais de cette étude. Les températures d'essai varient dans le domaine 1100-1400°C. Le temps de maintien avant traction est un paramètre dont l'influence sera étudiée plus précisément par la suite mais dans le cas de ces essais préliminaires il est fixé à 1s. En ce qui concerne la vitesse de traction, les travaux issus de la littérature emploient le plus souvent une vitesse d'environ 50 mm/s ([9], [63], [69]) avec quelques variations (63.5+13 mm/s soit 2.5±0.5 in./s) mais Zacharie a employé une vitesse de traction de 110 mm/s [5]. L'influence de ce paramètre est étudiée dans le cadre de ces essais préliminaires. Le choix de laisser ou pas le courant électrique circuler dans l'éprouvette jusqu'à la rupture est aussi discuté.

II.3.2. Influence de la vitesse de traction sur la ductilité

Pour débiter les essais Gleeble, une vitesse de traction très élevée de 500mm/s a été choisie afin d'éviter d'éventuelles étincelles lors de la rupture, qui pourraient conduire à des fusions locales au niveau des surfaces de rupture perturbant ainsi leur observation au MEB. Une vitesse minimale de déplacement vérin de 50 mm/s, classiquement employée dans la littérature, a par ailleurs été considérée. Le premier test consiste à réaliser deux séries d'essais au chauffage à différentes températures de traction avec ces deux vitesses de traction de 50 et 500mm/s sur chacune des trois nuances industrielles (2, 19 et 31 ppm de bore), les autres paramètres étant identiques. Le second test consiste à réaliser des essais à une température donnée à différentes vitesses de traction entre 50 mm/s et 500mm/s.

II.3.2.1. Premier test

Les paramètres de ces essais sont les suivants :

- Type d'essai : essai au chauffage
- Nuances : 2ppm, 19ppm et 31ppm de bore
- Vitesse de chauffage : 100°C/s
- Temps de maintien : 1s
- Vitesse de traction : 50mm/s et 500mm/s
- Le courant reste activé pendant la traction

La figure II.15 montre l'évolution des consignes en température centrale (TC1) et en déplacement du vérin pour les essais à une vitesse de traction de 50 mm/s. La figure II.16 présente les résultats de ces essais en termes d'évolution de la ductilité avec la température.

Premièrement, on constate que dans tous les cas, la ductilité chute ou diminue progressivement à partir d'une certaine température. Pour les nuances à 2ppm et 19ppm de bore, cette chute a lieu à une température supérieure à 1300°C. Pour la nuance à 31ppm de bore, une chute a lieu à une température supérieure à 1300°C pour la vitesse de traction de 50mm/s alors que pour la vitesse de traction de 500mm/s, la ductilité baisse plus progressivement à partir de 1250°C avec une dispersion relativement importante à haute température. Pour chaque nuance à partir de 1330-1340°C les courbes obtenues pour les deux vitesses de traction se rejoignent.

Deuxièmement, on constate que pour une température donnée, l'augmentation de la vitesse de traction entraîne la diminution de la ductilité et ce pour chacune des trois nuances.

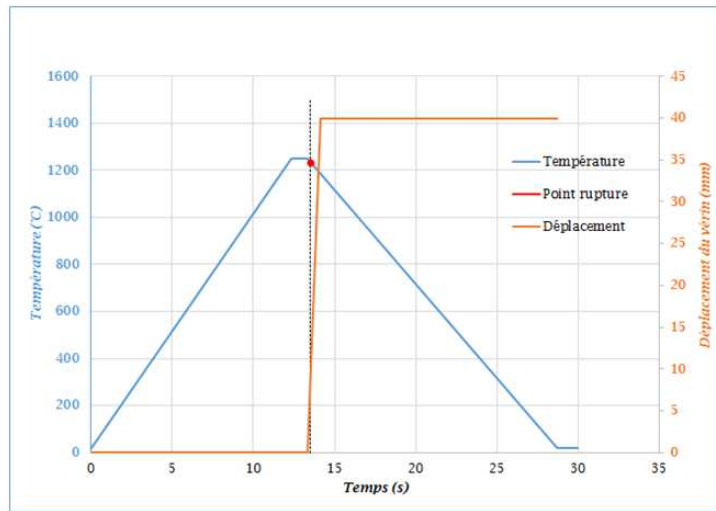
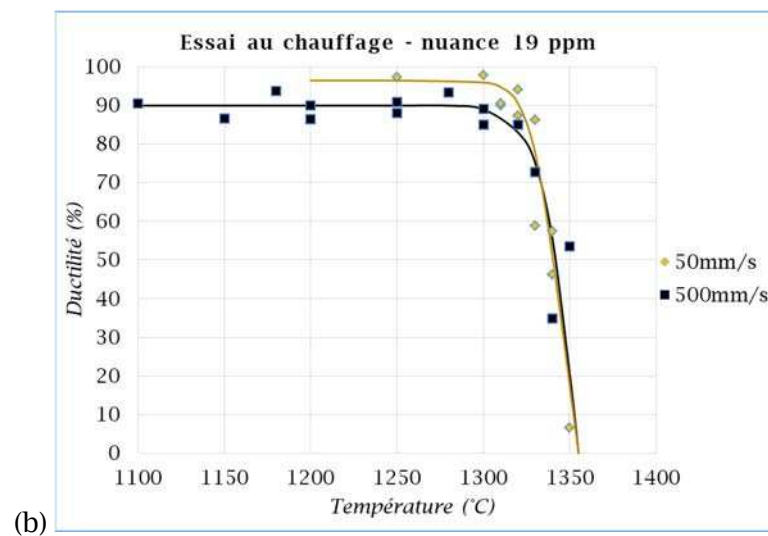
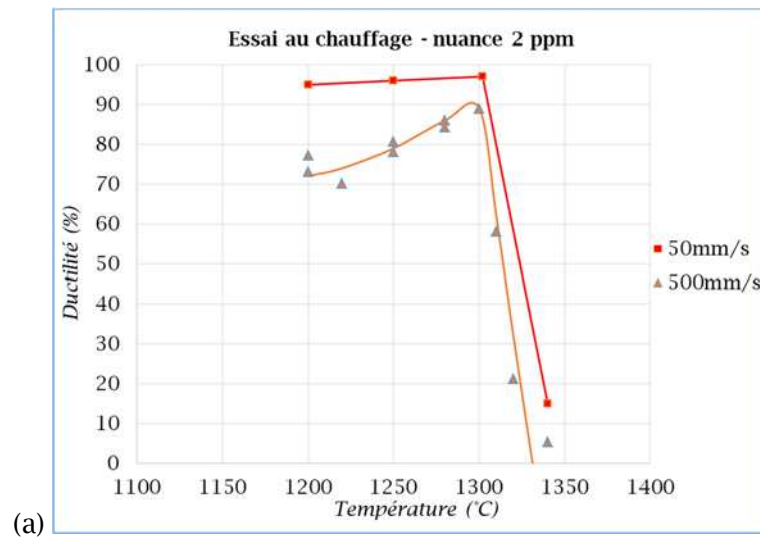


Figure II.15 : Evolution des consignes en température centrale (TC1) et en déplacement du vérin



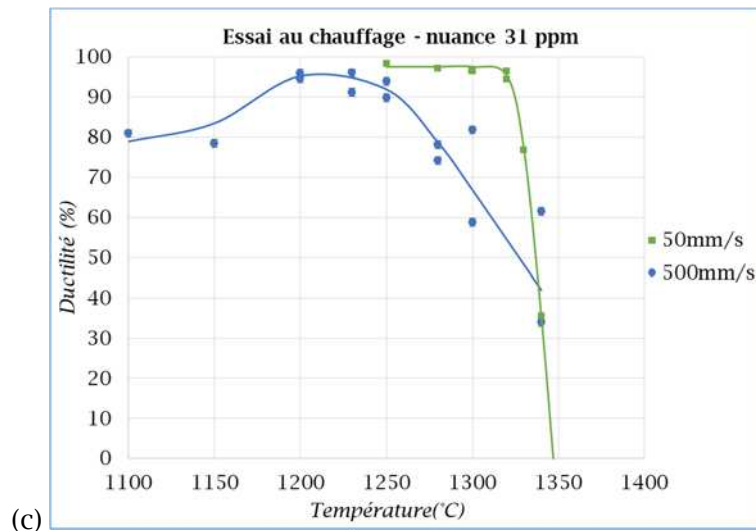


Figure II.16 : Essais au chauffage. Evolution de la ductilité avec la température à des vitesses de traction de 50 mm/s et 500 mm/s pour les nuances avec (a) 2ppm, (b) 19 ppm et (c) 31 ppm de bore.

II.3.2.2. Second test

Pour le second test une température d'essai de 1250°C a été choisie. La vitesse de traction varie entre 50 et 500 mm/s. Le courant est désactivé pendant la traction.

Les paramètres utilisés pour ce test sont :

- Type d'essai : essai au chauffage
- Nuance : 2ppm de bore
- Vitesse de chauffage : 100°C/s
- Température d'essai : 1250°C
- Temps de maintien : 1s
- Vitesse de traction de 50mm/s à 500mm/s
- Le courant est désactivé pendant la traction

La figure II.17 présente la dépendance de la ductilité en fonction de la vitesse de traction pour la nuance à 2ppm de bore.

On constate qu'à une température d'essai donnée, la ductilité diminue progressivement avec l'augmentation de la vitesse de traction. Proche de 100% à 50mm/s, elle décroît rapidement avec la vitesse de traction pour se stabiliser à partir de 200mm/s à une valeur d'environ 80%. Par ailleurs la dispersion expérimentale est plus élevée aux fortes vitesses de traction.

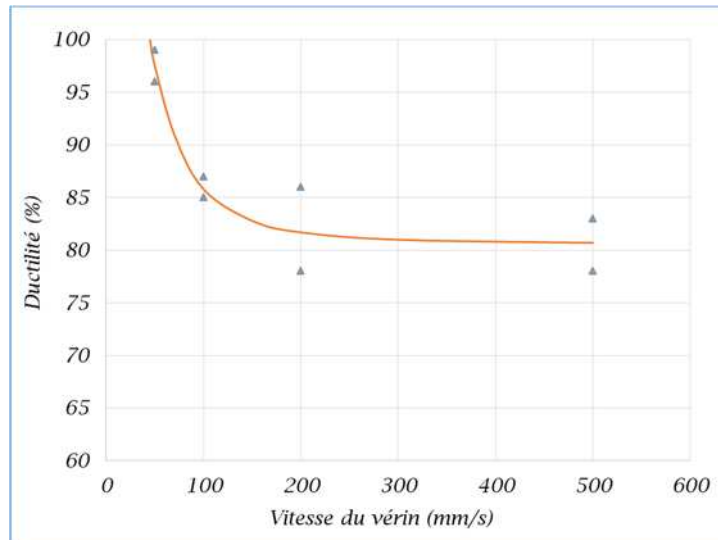


Figure II.17 : Essais au chauffage. Evolution de la ductilité en fonction de la vitesse de traction pour la nuance à 2 ppm de bore (température d'essai 1250°C).

II.3.2.3. Interprétation

Pour expliquer les résultats issus de ces deux premières séries d'essais il faut s'interroger sur l'influence de la vitesse de traction sur des essais de traction effectués à haute température et notamment vis-à-vis des effets de viscosité. Deux phénomènes sont à prendre en compte. D'une part la vitesse de traction influe sur le comportement visqueux de l'acier : plus elle est élevée plus la contrainte augmente pour les mêmes conditions d'essai et plus la ductilité risque de diminuer.

D'autre part les effets visqueux peuvent générer une surchauffe de l'éprouvette durant la traction ce qui fausse le tracé des courbes de la figure II.16 puisque l'axe horizontal représente la température de consigne du palier isotherme et non la température réelle en cours de traction. Si cette surchauffe existe elle sera d'autant plus importante que la vitesse de traction sera élevée ce qui peut expliquer la dispersion expérimentale plus élevée constatée. Nous allons donc étudier l'influence de la vitesse de traction sur le phénomène de surchauffe au centre de l'éprouvette dans la section suivante.

II.3.3. Influence de la vitesse de traction sur la surchauffe

Lors de la réalisation de certains essais Gleeble, les températures mesurées par le thermocouple de pilotage montrent une surchauffe plus ou moins importante au moment de traction. Cette surchauffe peut atteindre une quarantaine de degrés rendant la détermination de la température à la rupture très imprécise. La figure II.18 montre des exemples de cette surchauffe captée par le thermocouple de pilotage TC1 pour la nuance à 2ppm de bore.

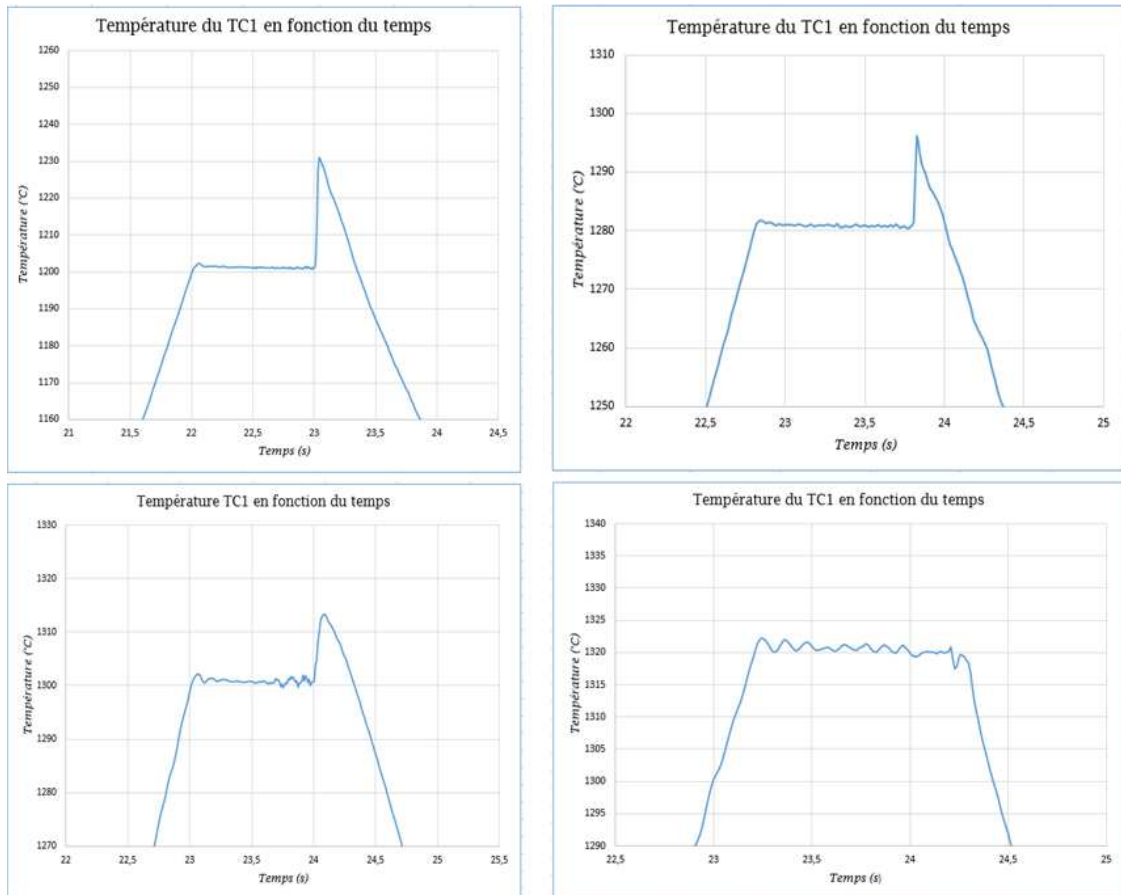


Figure II.18 : Essais au chauffage sur nuance à 2 ppm. Exemples de la surchauffe à différentes températures d'essais : 1200°C, 1280°C, 1300°C et 1320°C pour une vitesse de traction de 500 mm/s

Nous constatons que le système de pilotage de la machine Gleeble régule très bien la température centrale de l'éprouvette avant la traction mais qu'il est incapable de contrôler la température de l'éprouvette de façon correcte en cours de traction. Le pic de température au moment de la traction est d'amplitude d'autant plus élevée que la température de l'essai est basse et il disparaît à très haute température dès lors que la ductilité devient quasiment nulle. L'existence de ce pic important de température de l'éprouvette au cours de la traction rend la détermination de la température à la rupture délicate. Or, notre objectif est de bien déterminer la ductilité du matériau à une température donnée. Pour ce faire, il est préférable de limiter la surchauffe à des valeurs raisonnables. La première étape consiste à connaître l'origine de cette surchauffe. Deux explications sont proposées :

- L'augmentation de la résistance électrique au centre de l'éprouvette due à la striction lors de la traction fait que l'apport de chaleur se concentre à cet endroit. Si le système de pilotage de la machine Gleeble n'est pas suffisamment rapide pour diminuer le courant, le chauffage excessif augmente rapidement la température. Ce problème est aggravé si l'endroit de la rupture (ductile) ne coïncide pas avec celui où est positionné

le thermocouple. En effet, même si ces deux endroits sont proches, la striction lors de la rupture ductile fait que la température au niveau de thermocouple devient nettement différente de celle au niveau des faciès de rupture, température qu'il n'est pas possible d'estimer dans ce cas compte tenu du gradient thermique axial élevé dans l'éprouvette. Pour résoudre ce problème et éviter toute imprécision liée à cette surchauffe électrique, il suffit de désactiver le courant juste avant la traction. Ce faisant, nous acceptons cependant un léger refroidissement de quelques degrés durant la traction.

- La surchauffe est due à la déformation viscoplastique très importante lors de la traction. En effet, si le matériau est ductile, l'éprouvette subit une déformation importante avant la rupture lâchant une certaine quantité de chaleur qui chauffe l'éprouvette. Cette surchauffe est d'autant plus importante que la vitesse de traction est élevée et que la ductilité est importante (température basse). Pour limiter ce phénomène, il suffit de ralentir la traction du vérin.

Pour déterminer l'effet prépondérant entre surchauffe électrique et surchauffe d'origine visqueuse, nous avons analysé les résultats obtenus suite à des essais où le courant électrique est coupé juste avant la traction.

C'est le cas des essais de la figure II.18 qui montre que la surchauffe diminue en fonction de la température d'essai et disparaît ici vers 1320°C (ce qui correspond dans ce cas à une ductilité proche de zéro). D'une manière générale la surchauffe décroît donc au fur et à mesure que la ductilité du matériau diminue.

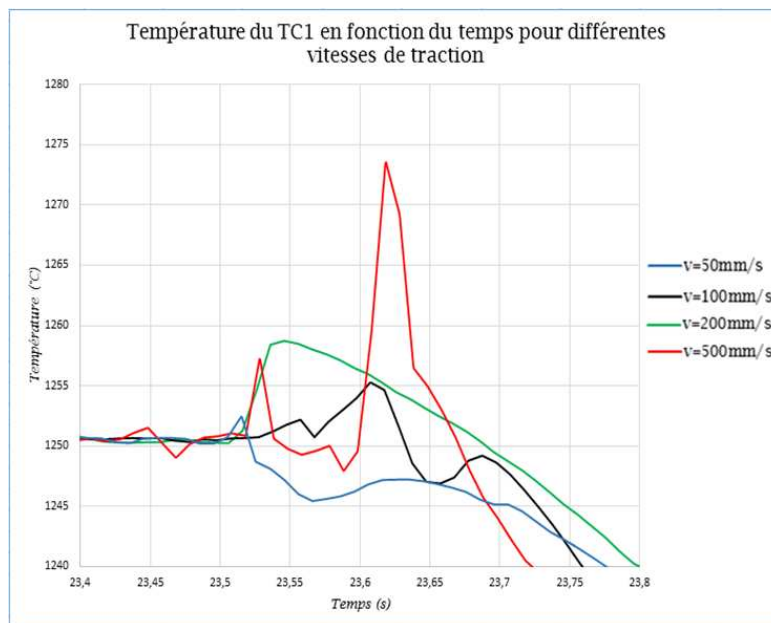


Figure II.19 : Essais au chauffage sur nuance à 2 ppm. Surchauffe du thermocouple central TC1 pour différentes vitesses de traction entre 50 et 500 mm/s

La figure II.19 présente l'évolution de la température enregistrée par le thermocouple TC1 de régulation pour différentes vitesses de traction, toujours pour la même nuance à 2 ppm de bore avec coupure du courant avant traction. La surchauffe, comme l'énergie dissipée, augmente avec de la vitesse de traction. Cette surchauffe disparaît pour l'essai effectué à 50mm/s où l'on constate que la désactivation du courant juste avant la traction génère un léger refroidissement de l'éprouvette.

II.3.4. Incertitudes de mesure

Les essais préliminaires ont permis d'estimer l'incertitude de mesure sur la ductilité qui provient des incertitudes de mesure sur l'aire des faciès de rupture et celle de la section initiale soit :

$$\frac{\Delta D(T)}{D(T)} = \frac{\Delta(S_0 - S(T))}{S_0 - S(T)} + \frac{\Delta S_0}{S_0} \quad (2.2)$$

avec, d_0 le diamètre initial :

$$\frac{\Delta S_0}{S_0} = 2 \frac{\Delta d_0}{d_0} \quad (2.3)$$

L'usinage des éprouvettes cylindriques étant de bonne qualité, les variations de diamètre sont faibles et au maximum de 0,05mm ce qui conduit à une incertitude sur la section initiale de 1,1%.

L'incertitude sur la mesure de l'aire des faciès de rupture est plus délicate à évaluer. Son origine est l'imprécision des mesures de chacune des deux faciès de rupture et l'inclinaison éventuelle des faciès qui peut fausser la mesure. Nous avons choisi de l'évaluer en considérant la différence entre les mesures de l'aire des deux faciès d'une même éprouvette qui varie entre 1 et 4%. Après calculs cela conduit à $\frac{\Delta(S_0 - S(T))}{S_0 - S(T)} \approx 2\%$. Nous avons aussi comparé les ductilités mesurées après des essais dans les mêmes conditions (essais doublés) et nous trouvons une dispersion de 2 à 3%. En tenant compte de toutes ces sources d'incertitudes, une incertitude totale absolue de $\pm 3\%$ pour la mesure de ductilité est donc considérée.

Plusieurs sources d'incertitudes peuvent influencer la mesure de la température à la rupture. Tout d'abord, nous utilisons un thermocouple K qui a une précision de l'ordre de 5°C pour une température de l'ordre de 1300°C. Deuxièmement, la surchauffe d'origine visqueuse qui vaut moins de 5°C en général grâce à la faible vitesse de traction de 50 mm/s et le refroidissement induit par la coupure du courant lors de la traction d'où une incertitude de $\pm 2,5^\circ\text{C}$. La troisième source d'incertitude concerne l'hétérogénéité radiale du champ de

température dans chaque section de l'éprouvette à cause du phénomène de rayonnement : le cœur de l'éprouvette est plus chaud que la surface. Une simulation numérique de l'essai Gleeble indique que la température moyenne de la section est environ 5°C plus élevée que celle de la surface où est soudé le thermocouple soit une incertitude de $\pm 2,5^\circ\text{C}$. Enfin il faut considérer que pour certains essais, la rupture n'ayant pas lieu au droit du thermocouple mais à un ou deux mm (au-delà l'essai est considéré comme non valable), la présence d'un gradient thermique axial dans l'éprouvette fausse la détermination de température au niveau de la rupture. A l'aide de la simulation numérique ce décalage a été estimé entre 1 et 2°C. En tenant compte de ces différentes sources d'incertitudes, il est raisonnable de prendre une incertitude de $\pm 10^\circ\text{C}$ pour la mesure de température.

Pour rappel, concernant le dosage du bore, la méthode de mesure par spectrométrie de masse utilisée présente une incertitude de ± 1 à 4 ppm selon la teneur en bore.

II.3.5. Bilan des essais préliminaires

Les résultats de l'ensemble des essais préliminaires nous permettent de conclure que la viscosité joue un rôle primordial dans le phénomène de surchauffe et qu'il vaut mieux limiter la vitesse de traction aux valeurs classiquement utilisées dans la littérature. Une vitesse de traction de 50mm/s permet de plus de mettre en évidence une chute de ductilité brutale à partir d'une certaine température d'essai et donc d'étudier plus facilement l'évolution de la température de chute de ductilité avec la teneur en bore. Le choix de cette vitesse permet aussi de garantir une température plus stable durant la traction et une précision plus importante sur la détermination de la température à la rupture.

Nous avons donc décidé d'utiliser une vitesse de traction de 50mm/s pour tous nos essais ultérieurs. Pour éviter toute surchauffe à la rupture et pour prévenir la formation d'étincelles lors de celle-ci, le courant électrique sera par ailleurs désactivé juste avant la traction. Pour rappel une vitesse de chauffage de 100°C/s sera utilisée pour tous les essais. Enfin les incertitudes expérimentales sur la ductilité et la température d'essai ont été évaluées.

II.4. Essais au chauffage

II.4.1. Essais sur les 3 nuances industrielles

Le but de ces essais est de pouvoir tracer la courbe de chute de ductilité avec la température pour ces trois aciers industriels à faible et moyenne teneur en bore (2, 18 et 31 ppm). Les conditions d'essai étant :

- Vitesse de chauffage : 100°C/s
- Vitesse de traction du vérin : 50mm/s
- Temps de maintien avant la traction : 1s

- Coupure du courant pendant l'essai : Oui

Nous avons utilisé une quinzaine d'éprouvettes pour étudier chacune des 3 nuances. Ces éprouvettes ont été utilisées pour réaliser les essais à une dizaine de températures différentes afin de déterminer la courbe de chute de ductilité, les 5 éprouvettes restantes ayant été utilisées pour compenser des éventuels échecs et pour doubler quelques essais si nécessaire. 6 températures ont été déterminées a priori pour effectuer les premiers essais : 1100°C, 1150°C, 1200°C, 1250°C, 1300°C et 1350°C. En fonction des résultats obtenus des essais supplémentaires ont été effectués pour raffiner la zone de chute de ductilité.

La figure II.20 présente les résultats des essais au chauffage pour les trois nuances industrielles. A titre de comparaison, la figure II.21 montre la courbe de chute de ductilité au chauffage d'un acier de type 316 de composition chimique relativement proche de celle de nos nuances industrielles et avec une teneur en bore de 5 ppm, les essais étant réalisés dans des conditions similaires.

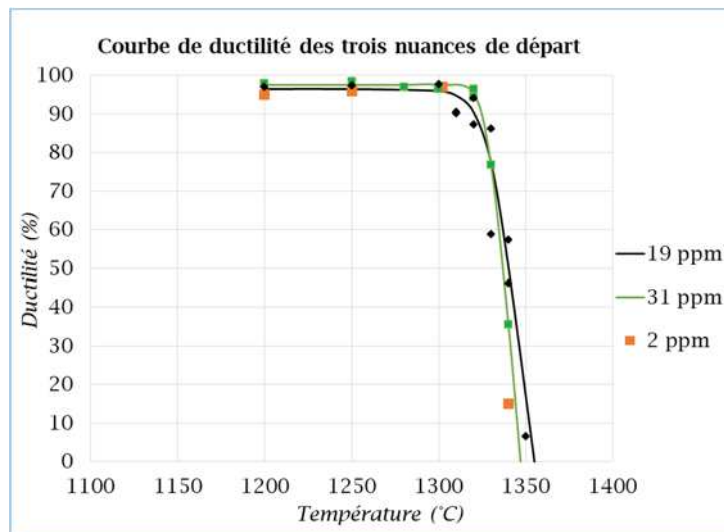


Figure II.20 : Essais au chauffage. Evolution de la ductilité avec la température pour les nuances avec 2ppm, 19 ppm et 31 ppm de bore. Vitesse de traction : 50 mm/s et temps de maintien : 1s

Nous constatons que la ductilité de toutes ces trois nuances chute à une température supérieure à 1300°C, température qui est au-delà de la plage de liquation 1150- 1280°C. Sur la base de ce critère ces trois nuances n'apparaissent donc pas comme sensibles à la fissuration à chaud par liquation. On peut noter par ailleurs que l'évolution de la ductilité avec la température pour ces trois nuances est très proche de celle relevée pour l'acier de la figure II.21. En particulier la température où la ductilité devient inférieure à 75% est dans tous les cas entre 1320 et 1330°C et celle où la ductilité devient nulle est proche de 1350°C. Ces résultats sont par ailleurs cohérents avec ceux obtenus par Zacharie [5] et présentés dans le

chapitre 1 : les nuances présentant une teneur en bore inférieure à une quarantaine de ppm voient leur chute de ductilité apparaître à une température aux alentours de 1300°C.

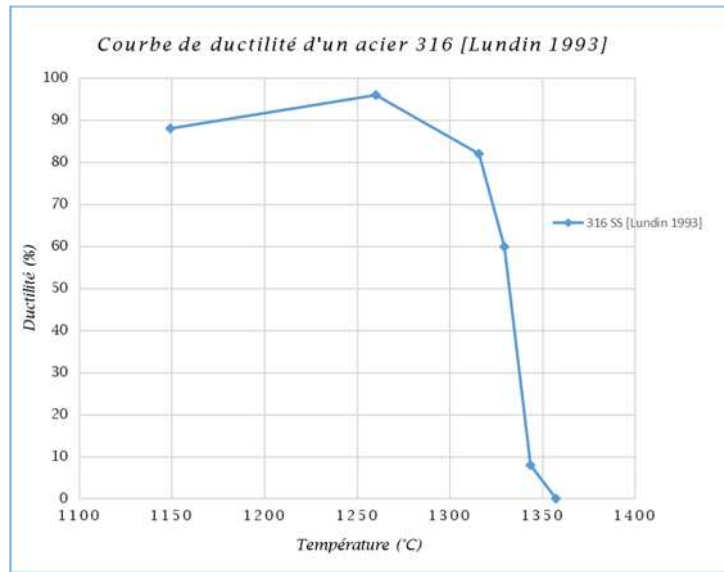


Figure II.21 : Essais au chauffage. Evolution de la ductilité avec la température pour un acier 316 [69]. Vitesse de traction : 63,5 mm/s et temps de maintien : 1-2 s.

II.4.2. Essais sur les 4 aciers issus de coulées synthétiques

Afin d'étudier l'influence du bore sur la ductilité à chaud les essais au chauffage ont été poursuivis sur les nuances issues de coulées synthétiques à teneur en bore variant entre 20 et 50 ppm. Les essais sur nuances contenant 20 ppm et 35 ppm de bore ont nécessité une vingtaine d'éprouvettes pour les essais au chauffage. Seules quelques éprouvettes à 39 ppm de bore ont été usinées car le phénomène de ségrégation dans les tôles F (pour rappel F1=39 ppm et F2 = 44 ppm) n'a été mis en évidence que tardivement. Une quarantaine d'éprouvettes ont été préparées pour les nuances de teneur 44 ppm et 50 ppm qui, d'après l'analyse bibliographique, doivent présenter une chute de ductilité à plus basse température.

II.4.2.1. Essais avec 1s de maintien

Les essais sont tout d'abord réalisés dans les mêmes conditions que les essais sur nuances industrielles et notamment avec un temps de maintien à la température d'essai avant traction de 1s.

Comme indiqué précédemment, la chute de ductilité avec la température, mise en évidence par les essais au chauffage, est une information pertinente pour évaluer la susceptibilité à la fissuration par liquation de la ZAT. Sur la figure II.22, les résultats des essais de chauffage réalisés avec les sept matériaux industriels et synthétiques et pour un temps de maintien de 1 s à la température d'essai sont comparés. La plage de température dans laquelle le risque de

liquation des eutectiques borures / austénite est élevé est appelé "Zone de liquation" sur la figure II.22. Il peut être défini entre 1150 et 1280°C sur la base de l'analyse bibliographique.

Une différence significative est mise en évidence entre l'évolution de la ductilité avec la température pour les alliages à teneur en bore élevée (F = 44 ppm, G = 50 ppm) et ceux dont la teneur est plus faible (A à E). Pour mieux caractériser ce comportement, la température de chute de ductilité a été déterminée comme la température où la ductilité $D(T)$ est inférieure à 75%, ce qui correspond à une réduction de moins de la moitié du diamètre de l'échantillon ($D(T) = \left[1 - \frac{S(T)}{S_0}\right] \times 100\%$ où $S(T)$ est l'aire des faciès de rupture, S_0 est l'aire de section initiale de l'éprouvette). La figure II.23 montre la dépendance de cette température en fonction de la teneur en bore. Sur cette figure, les barres d'erreur représentent les incertitudes de $\pm 10^\circ\text{C}$ sur la température de chute de ductilité et celles sur la teneur en bore.

Pour une teneur en bore inférieure ou égale à 35 ppm, la température de chute de ductilité a une valeur presque constante autour de 1320°C . Nous observons ici une cohérence des résultats obtenues avec les nuances industrielles et les nuances issues des coulées synthétiques. Pour les nuances industrielles contenant 2, 19 et 31 ppm, la température de chute de ductilité est entre 1320 et 1330°C . Pour les deux nuances issues des coulées synthétiques, la température de chute de ductilité avec un temps de maintien de 1s est de 1330°C pour la nuance à 20 ppm et de 1320°C pour celle à 35 ppm de bore.

Cette température décroît brutalement si la teneur en bore augmente (teneurs de 44 et 50 ppm). Quelle que soit la teneur en bore du matériau une ductilité supérieure à 75% perdure en dessous de 1180°C .

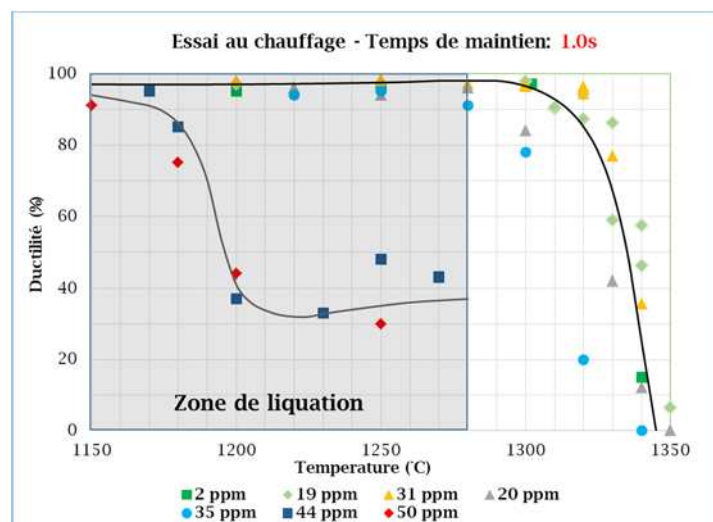


Figure II.22 : Résultats des essais de ductilité au chauffage avec des temps de maintien de 1 s (A=2, B=19, C=31, D=20, E=35, F=44, G=50 ppm de bore respectivement).

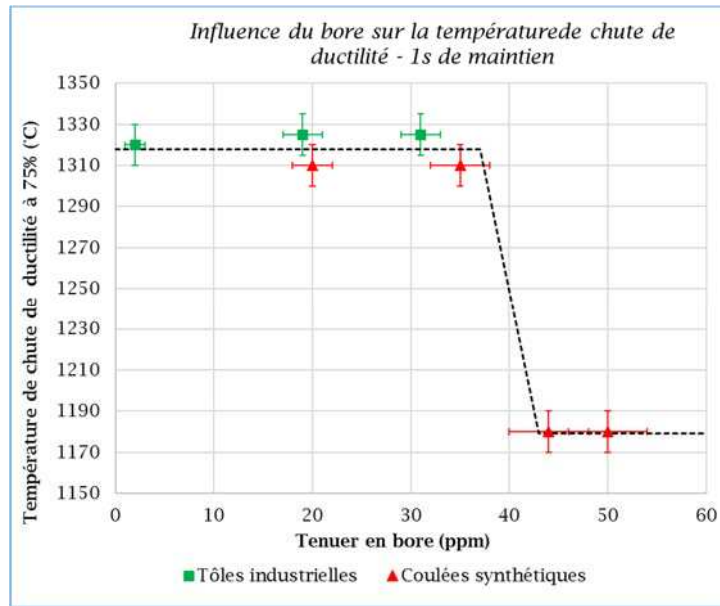


Figure II.23 : Evolution de la température de chute de ductilité en fonction de la teneur en bore. Essais à 1s de maintien

II.4.2.2. Influence du temps de maintien

L'analyse bibliographique [5] a montré qu'un temps de maintien de quelques secondes permet de reporter la chute de ductilité vers les hautes températures pour des aciers de type 321 (18-10 Ti) à haute teneur en bore. Pour vérifier ce point dans le cas de nos aciers de type 316L nous avons effectué des essais de ductilité à chaud dans les mêmes conditions que les essais précédents en modifiant le temps de maintien isotherme avant traction.

II.4.2.2.1. Mise en évidence du phénomène

Les résultats des premiers essais sont présentés en figures II.24 et figure II.25 pour les nuances à 39 ppm et 50 ppm de bore respectivement. Pour 0,5s de maintien, la température de chute de ductilité (température où la ductilité devient inférieure à 75%) a lieu vers 1270°C pour la nuance à 39ppm et vers 1180°C pour la nuance à 50ppm. En baissant le temps de maintien à 0,1s pour la nuance à 39ppm, la température de chute de ductilité est ramenée à 1180°C. A l'opposé, en augmentant le temps de maintien à 1,75s la température de chute de ductilité augmente et est reportée au-dessus de 1300°C. En maintenant 3s avant la traction pour la nuance de 49ppm, la température de chute de ductilité est reportée vers 1270°C.

Pour la nuance à teneur en bore intermédiaire de 44 ppm, la figure II.26 confirme que le temps de maintien influe aussi fortement sur la température de chute de ductilité avec une transition importante entre 0,5 s et 3s de maintien.

Les essais effectués sur ces trois nuances montrent qu'un temps de maintien suffisamment long reporte la température de chute de ductilité d'environ une centaine de degrés vers les

hautes températures. Cette température est alors à la limite haute voire hors du domaine de liquation augmentant ainsi la résistance à la fissuration par liquation du matériau. Si l'on compare au soudage, cette augmentation du temps de maintien est similaire à une augmentation de l'énergie linéique de soudage qui conduit à une excursion à haute température de plus longue durée. Pour étudier plus précisément cet effet des essais au chauffage ont été menés avec des temps de maintien représentatifs du soudage entre 0.1s et 3s pour les nuances à 44 ppm et 50 ppm de bore qui présentent les risques de fissuration à chaud en ZAT par liquation les plus élevés.

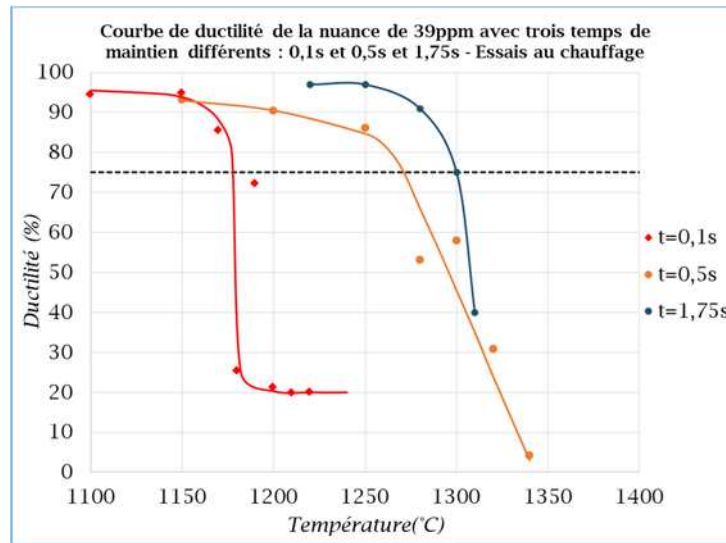


Figure II.24 : Essais au chauffage. Evolution de la ductilité avec la température pour la nuance à 35 ppm de bore. Temps de maintien : 0,1s et 0,5s et 1,75s

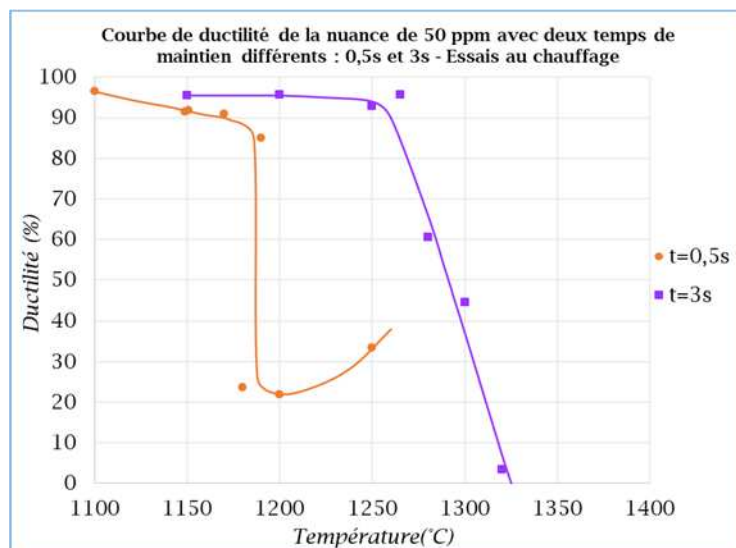


Figure II.25 : Essais au chauffage. Evolution de la ductilité avec la température pour la nuance à 50 ppm de bore. Temps de maintien : 0,1s et 0,5s.

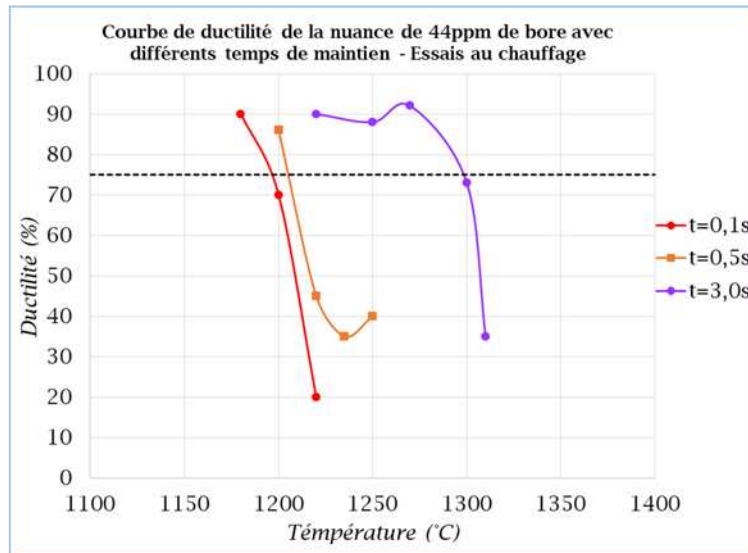


Figure II.26 : Essais au chauffage. Evolution de la ductilité avec la température pour la nuance à 44 ppm de bore. Temps de maintien : 0,1s, 0,5s et 3s.

II.4.2.2.2. Essais avec variation du temps de maintien sur nuances à 44ppm et 50ppm

Les résultats présentés sur les figures II.27 et II.28 confirment que la température de chute de ductilité augmente pour des temps de maintien croissants pour ces deux matériaux (essais non doublés). Cette augmentation est marquée avec un effet de seuil pour un temps de maintien compris entre 1,5 s et 2,0 s. D'une manière générale, la température de chute de ductilité pour un temps de maintien de 2,0 s est beaucoup plus élevée que celle obtenue avec 1,5 s de maintien. Cette transition est très nette pour la nuance à 44 ppm (une centaine de degrés de différence entre 1.5s et 2s) et est un peu moins nette pour la nuance à 50 ppm (une soixantaine de degrés de différence entre 1.5s et 2s).

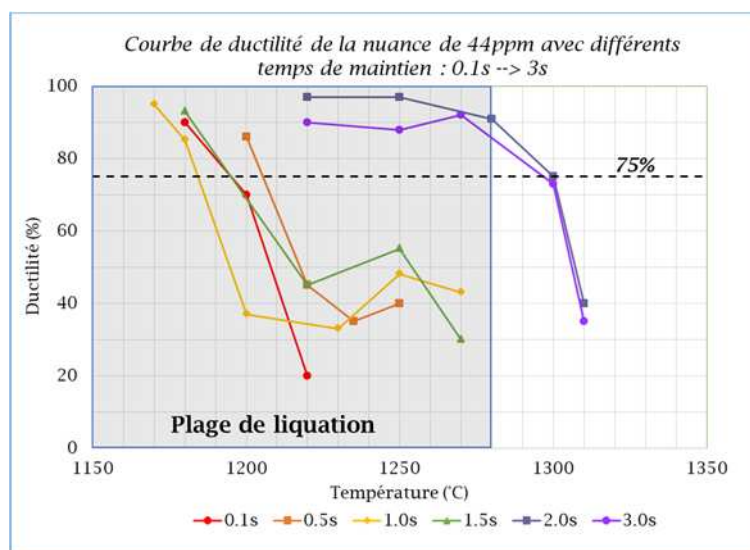


Figure II.27: Essais au chauffage. Evolution de la ductilité avec la température pour la nuance à 44 ppm de bore pour des temps de maintien entre 0,1s et 3,0s.

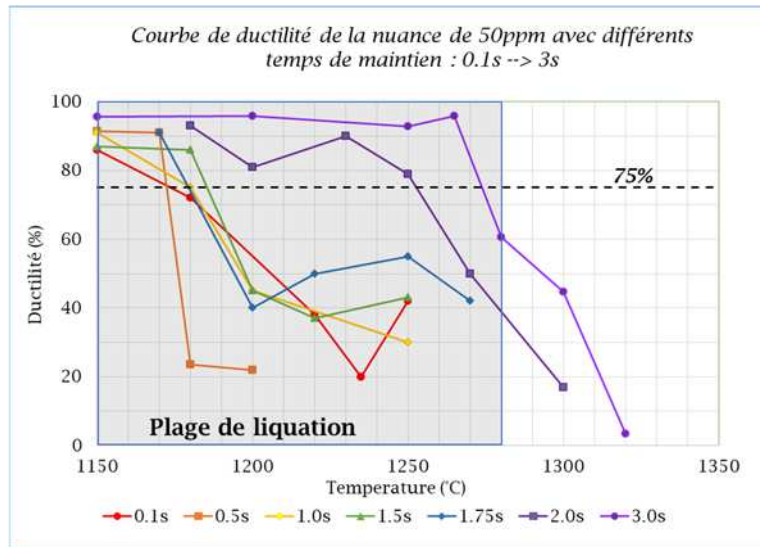
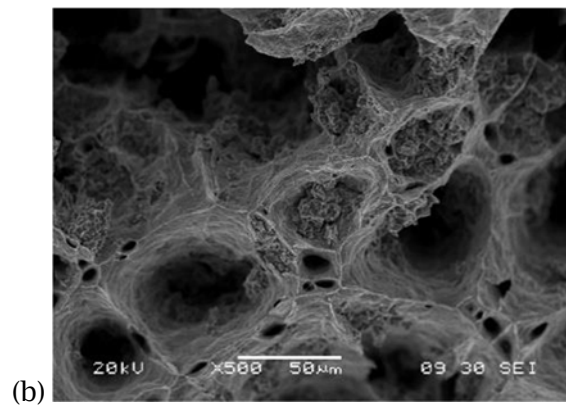
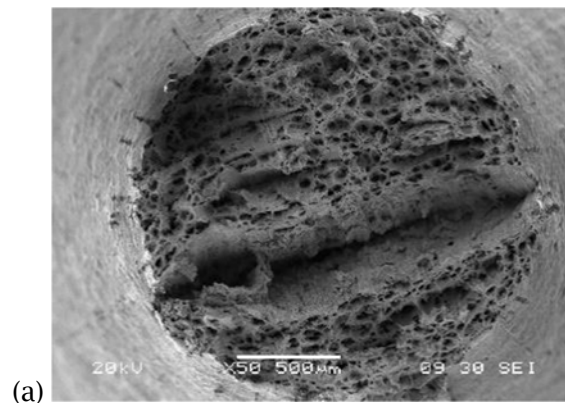


Figure II.28 : Essais au chauffage. Evolution de la ductilité avec la température pour la nuance à 50 ppm de bore pour des temps de maintien entre 0,1s et 3,0s.

Des observations au microscope électronique à balayage des faciès de rupture des échantillons à 44 ppm et 50 ppm de bore ont été effectuées pour compléter l'analyse des essais Gleeble de ductilité à chaud (figures II.29 à II.32).



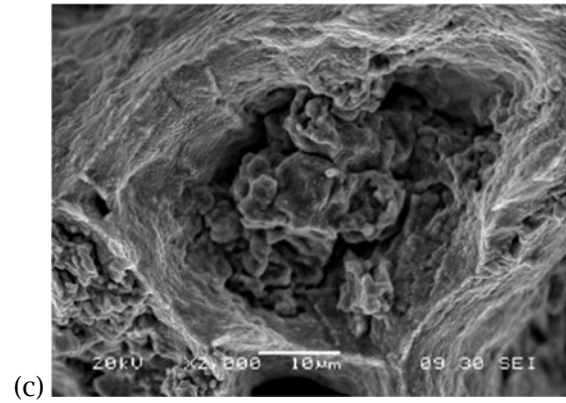


Figure II.29 : Faciès de rupture MEB d'une éprouvette d'acier à 44 ppm testée à 1180°C avec un temps de maintien de 0,1s à (a) faible, (b) moyen et (c) fort grossissement

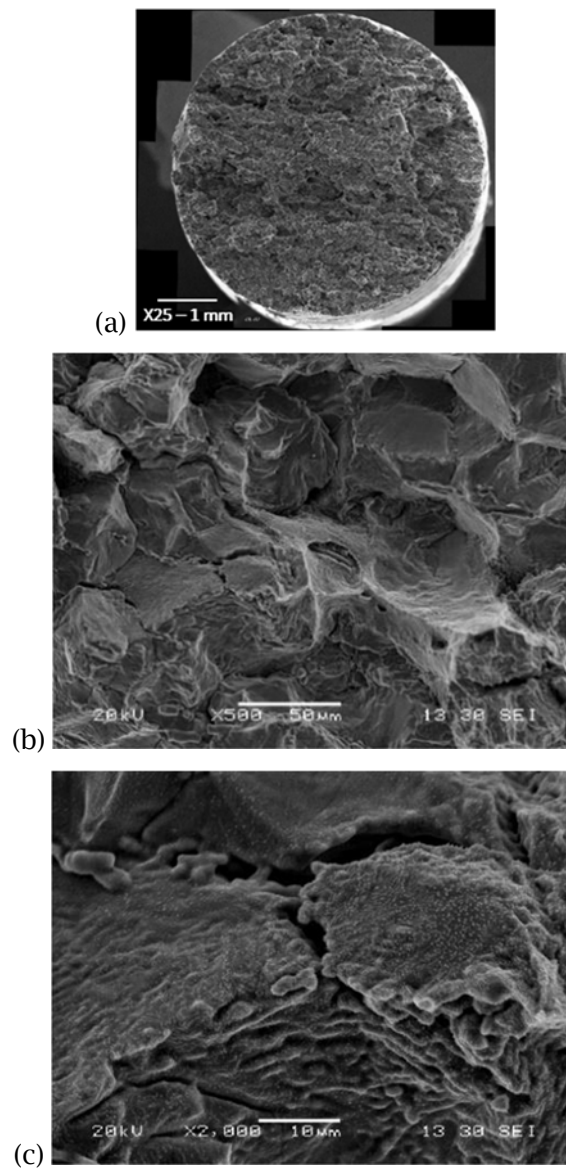


Figure II.30 : Faciès de rupture MEB d'une éprouvette d'acier à 44 ppm testée à 1220°C avec un temps de maintien de 0,1s à (a) faible, (b) moyen et (c) fort grossissement

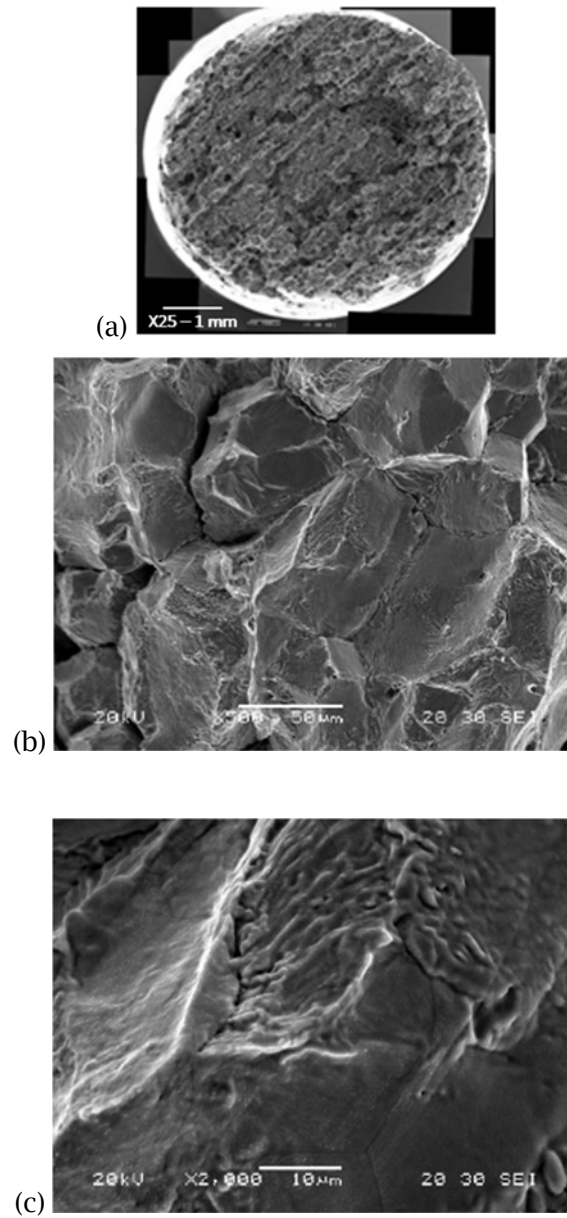


Figure II.31 : Faciès de rupture MEB d'une éprouvette d'acier à 50ppm testée à 1200°C avec un temps de maintien de 0,5s à (a) faible, (b) moyen et (c) fort grossissement

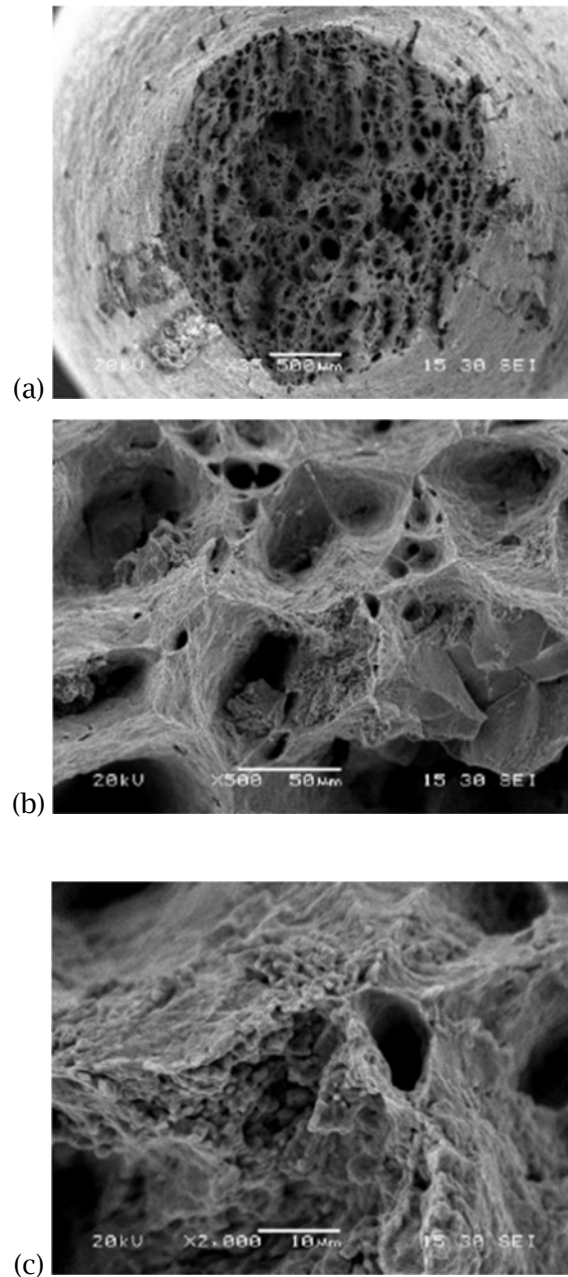


Figure II.32 : Faciès de rupture MEB d'une éprouvette d'acier à 50ppm testée à 1200°C avec un temps de maintien de 3s à (a) faible, (b) moyen et (c) fort grossissement

L'observation des faciès de rupture des échantillons du matériau à 44 ppm de bore testé avec un temps de maintien de 0,1 s confirme le caractère ductile de la rupture à 1180°C. Le faciès de rupture présenté à la figure II.29 fait ainsi apparaître la présence de nombreuses cupules. Pour l'échantillon de même matériau testé à 1220°C avec le même temps de maintien, la rupture devient intergranulaire et fragile (figure II.30), la ductilité passe de 90% à 20%. A titre de comparaison, l'analyse fractographique des éprouvettes du matériau à 50ppm testé à 1200°C avec un temps de maintien de 0,5 s indique un mode de rupture fragile (figure II.31).

En augmentant le temps de maintien à 3 s, le mode de rupture devient ductile (figure II.32). L'augmentation du temps de maintien augmente la ductilité qui passe de 22% à 96% (figure II.25). La chute brutale de ductilité dans la zone de température associée au phénomène de liquation s'accompagne donc d'un passage d'un comportement de type ductile vers un comportement fragile avec rupture intergranulaire. Cependant si ce dernier mode de rupture est compatible avec la fusion d'eutectiques ou de film enrichis en bore aux joints de grain, l'analyse des fractographies de type fragile n'a pas permis de mettre en évidence sans ambiguïté la présence de zones resolidifiées aux joints de grains qui confirmeraient cette hypothèse. Il est à noter que les observations ont été effectuées sur des échantillons présentant encore 20% de ductilité au moment de la rupture donc à une température en dessous de la NDT (Nil Ductility Temperature) c'est à dire avant qu'un film liquide mince et continu ne soit supposé recouvrir la totalité de la surface des joints de grains.

II.4.2.2.3. Essais complémentaires sur nuances à 20ppm et 35ppm

Afin de confirmer la cohérence des résultats obtenus sur nuances industrielles et nuances issues de coulées synthétiques déjà observée (cf. figures II.22 et II.23) pour les essais avec 1s de maintien, et pour tester des temps de maintien courts à teneurs en bore inférieures à 39 ppm, quelques essais supplémentaires ont été effectués sur les nuances D à 20 ppm et E à 35 ppm. Les essais ont été effectués avec deux temps de maintien de 0,1s et 0,5s. Les résultats sont présentés dans la figure II.33.

Ces résultats sont cohérents avec ceux obtenus sur les deux nuances industrielles contenant 2, 19 et 31 ppm. Pour rappel avec ces dernières nuances avec un temps de maintien de 1s (figure II.20), la température de chute de ductilité (température où la ductilité devient inférieure à 75%) est entre 1320 et 1330°C. Pour les deux nuances issues des coulées synthétiques, la température de chute de ductilité avec un temps de maintien de 1s était de 1330°C pour la nuance à 20 ppm et de 1320°C pour celle à 35 ppm de bore. Pour les temps de maintien plus courts, cette température est légèrement plus faible mais reste toutefois supérieure ou égale à 1280°C. Ces résultats confirment qu'à teneur en bore inférieure à 39 ppm la température de chute de ductilité reste en dehors de la zone de liquation y compris pour les temps de maintien les plus courts. Par ailleurs pour cette gamme de teneur en bore la taille de grains ne semble pas être un facteur de premier ordre compte tenu de la similitude des résultats obtenus sur les aciers C à 31 ppm (taille de grain $\approx 10 \mu\text{m}$) et E à 35 ppm (taille de grain $\approx 40 \mu\text{m}$).

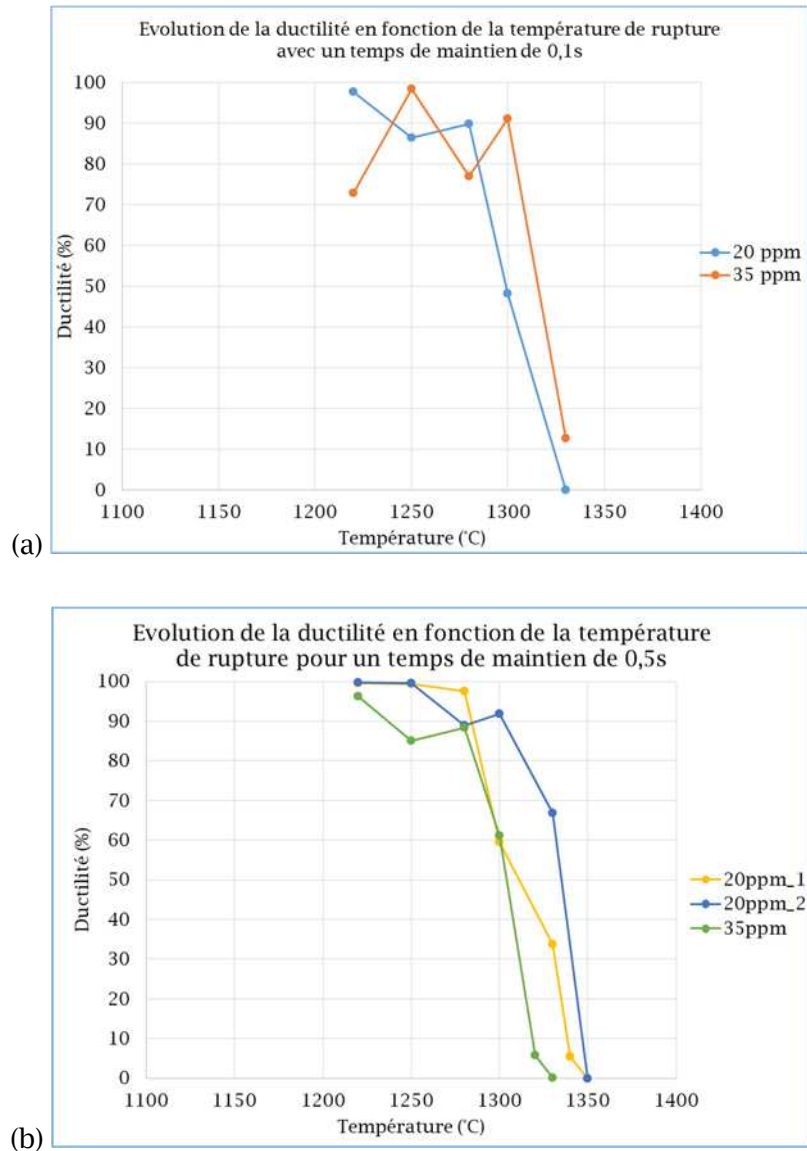


Figure II.33 : Essais au chauffage. Evolution de la ductilité avec la température pour les nuance à 20 et 35 ppm de bore pour des temps de maintien de (a) 0,1s et (b) 0,5s

II.4.2.3. Choix du critère pour la détermination de la température de la chute de ductilité

La température de chute de ductilité a été définie précédemment comme la température au-dessous de laquelle la ductilité reste supérieure à 75%. Cette valeur correspond à une réduction de la moitié du diamètre par rapport au diamètre initial. D'autres critères auraient pu être utilisés pour déterminer la température de chute de ductilité tels que la température au-dessous de laquelle la ductilité reste supérieure à 50% ou 30% par exemple. Les courbes de la température de chute de ductilité en fonction du temps de maintien correspondant à ces différents critères apparaissent en figure II.34 pour les nuances à 44 ppm et 50 ppm de bore.

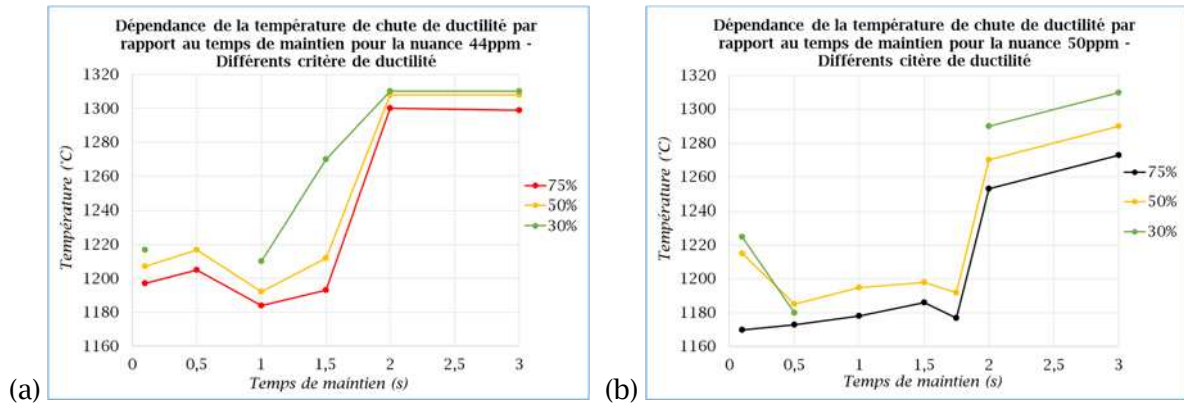


Figure II.34 : Evolution de la température de chute de ductilité en fonction de du temps de maintien selon trois critères différents pour les nuances à (a) 44 ppm et (b) 50 ppm de bore.

Le critère à 30% de ductilité n'est pas très pertinent car d'une part nous n'atteignons pas 30% de ductilité tous les temps de maintien testés. D'autre part, ce critère n'est pas assez discriminant car certains essais (par exemple ceux effectués sur la nuance à 50 ppm pour des temps de maintien de 1,75s, cf. figure II.28) présentent une chute de la température de ductilité notable dans le domaine de liquation mais n'atteindront 30% de ductilité qu'en dehors de ce domaine. Concernant les critères relatifs à une ductilité de 50% et de 75%, on constate que celui à 50% conduit à des températures de chute de ductilité légèrement plus élevées que celui à 75% mais ils sont tous bien représentatifs de l'effet de transition par rapport au temps de maintien. En effet, le temps de maintien seuil faisant varier brutalement la température de chute de ductilité se trouve toujours entre 1.5s et 2s pour l'un ou l'autre des deux critères. Dans cette étude le critère de 75% a été choisi.

II.4.3. Force maximale à la rupture

La machine Gleeble permet de suivre l'évolution de la force appliquée à l'éprouvette lors de la traction. Les valeurs de la force maximale au moment de la rupture peuvent ainsi être comparées pour les différents essais. La figure II.35 présente ainsi la dépendance de la force maximale à la rupture en fonction de la température d'essai pour différentes nuances, y compris les essais à vitesse de traction élevée.

Nous constatons que cette dépendance est presque identique pour les différentes nuances et les différents temps de maintien. La mesure de la force à la rupture ne semble donc pas apporter d'informations complémentaires à l'analyse des courbes de ductilité sur l'influence de la teneur en bore.

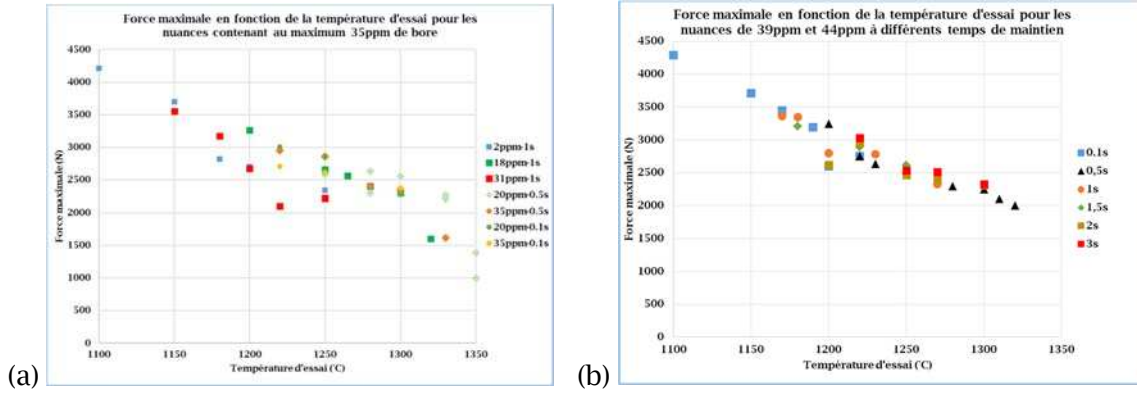


Figure II.35: Dépendance de la force maximale par rapport à la température d'essai à différents temps de maintien :

(a) nuances contenant au maximum 35ppm de bore et (b) nuances à 39 et 44 ppm

II.4.4. Bilan sur l'évolution de la température de la chute de ductilité

La figure II.36 représente l'ensemble des essais au chauffage effectués sur toutes les nuances avec différents temps de maintien. Elle est tracée sous la forme d'une surface de réponse avec la teneur en bore, le temps de maintien et la température de chute de ductilité (critère à 75%) sur les différents axes. Pour une meilleure visualisation les essais des nuances B à 19 ppm et D à 20 ppm ont été regroupés (teneur moyenne considérée de 20 ppm) ainsi que ceux des nuances C à 31 ppm et E à 35 ppm (teneur moyenne considérée de 32 ppm).

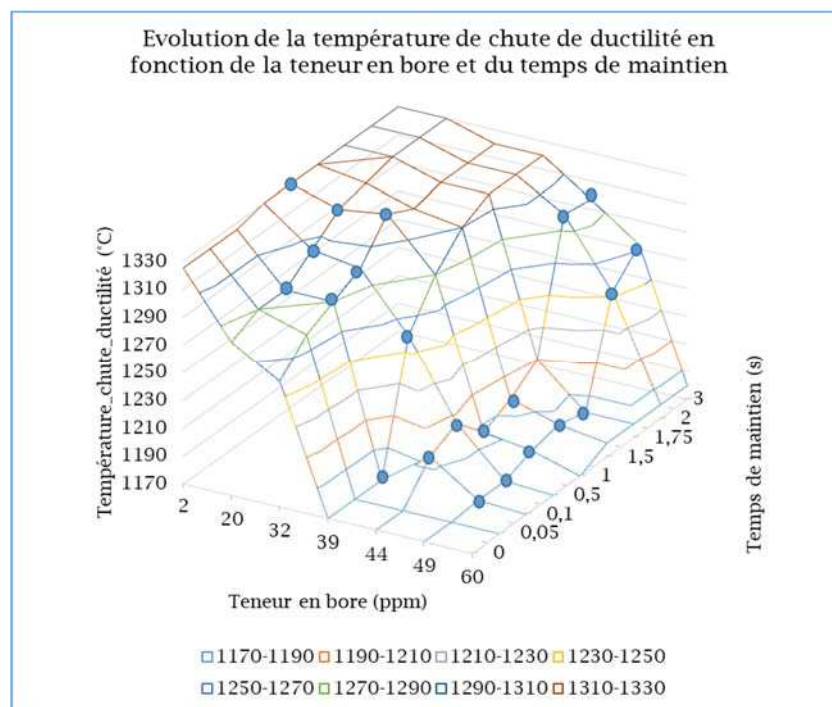


Figure II.36: Essais au chauffage- Surface de réponse de la température de chute de ductilité en fonction de la teneur en bore et du temps maintien.

La figure II.37 montre par ailleurs l'évolution de la température de chute de ductilité avec le temps de maintien déterminée avec le critère à 75% pour les différentes nuances issues des coulées synthétiques. Les barres d'erreur sont représentatives d'une l'incertitude de $\pm 10^{\circ}\text{C}$ sur ces températures.

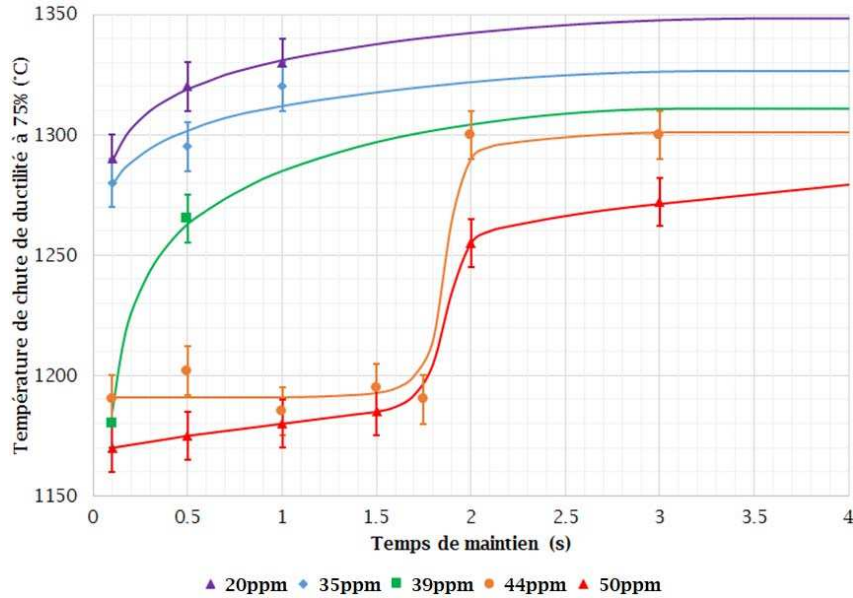


Figure II.37: Evolution de la température de chute de ductilité en fonction du temps de maintien avec le critère à 75% pour les nuances entre 20 et 50 ppm de bore.

Ces deux figures montrent que pour les temps de maintien les plus faibles, la chute de ductilité est très marquée pour une teneur en bore de l'alliage supérieure à 35 ppm. Pour les teneurs en bore élevées (supérieures à 39 ppm) il existe un temps de maintien seuil compris entre 1,5s et 2s où l'alliage voit sa température de chute de ductilité augmenter brusquement pour être reportée au-delà de la zone de liquation. Pour les nuances contenant plus de 39 ppm de bore, on peut considérer pour simplifier que la température de chute de ductilité dépend du temps de maintien de la façon suivante : si le temps de maintien est inférieur à 2 secondes, la chute de ductilité a lieu à 1180°C , s'il est supérieur ou égal à 2 secondes, la chute de ductilité a lieu à haute température entre 1260 et 1300°C . Plus la teneur en bore est élevée et plus le temps de maintien nécessaire pour que la température de chute de ductilité dépasse 1280°C (borne supérieure de la zone de liquation) augmente.

Ces résultats ainsi que ceux présentés sur figure II.23 (temps de maintien 1s pour toutes les nuances) confirment ceux de la littérature quant à l'influence néfaste du bore sur la sensibilité à la fissuration par liquation des aciers inoxydables austénitiques du type de celui étudié. Ainsi, même pour des teneurs faibles en bore, la température de chute de ductilité diminue ([7], [10]). En effet la solubilité du bore dans les alliages Fe-Cr-Ni est faible et le diagramme d'équilibre révèle la formation d'eutectiques à bas point de fusion borure-matrice austénitique dont la présence a été observée aux joints de grains. En raison de la ségrégation intergranulaire

hors équilibre du bore survenant lors du refroidissement pendant le traitement thermique d'hypertrempe avant soudage, la formation d'une fine zone enrichie en bore à la surface des joints à l'état de réception est fortement possible pour des températures de traitement thermique élevées comme cela a été observé sur un acier inoxydable de type 316L ([35]-[38]). Pour d'autres alliages austénitiques à base nickel de type Inconel, une corrélation directe a été établie entre la quantité de bore ségrégée aux joints de grains et la sensibilité de la ZAT à fissurer en présence de bas points de fusion aux joints de grains enrichis en bore [70]. Ainsi, pour les aciers inoxydables de type 321 et 316 à très faible teneur en bore, qui ne révèlent pas de phénomènes de fissuration par liquation lors du soudage, la température de chute de ductilité est supérieure à 1300°C. Mais pour une teneur en bore entre 35 et 45 ppm, cette température chute subitement à 1280°C. Pour des teneurs en bore encore supérieures, plus propices à la formation d'eutectiques intergranulaires borure/ austénite, cette température est d'environ 1200°C [10].

La dépendance de la température de chute de ductilité vis-à-vis de la teneur en bore pour les sept alliages testés dans cette étude est donc cohérente avec la littérature. Lorsque le temps de maintien à la température d'essai est inférieur à 2s, pour un matériau dont la teneur en bore excède 39 ppm, la fusion aux joints de grains conduirait à une température de chute de ductilité d'environ 1180°C proche de la température de fusion de l'eutectique borure-austénite. Lorsque l'enrichissement intergranulaire en bore est insuffisant pour favoriser la fusion des joints de grains, c'est-à-dire lorsque la teneur en bore est inférieure à 35 ppm, la température de chute de ductilité est supérieure à 1280°C et le matériau ne présente aucun risque de fissuration. La zone de liquation définie, d'après la littérature, pour les températures comprises entre 1150 et 1280°C apparaît bien comme étant pertinente pour l'analyse de nos essais. La zone de transition qui marque le passage à un matériau sensible à la fissuration à chaud par liquation est comprise entre 35 et 44 ppm. Sur la base des essais de ductilité à chaud la limite de 18 ppm pour la teneur en bore imposée par le code de fabrication nucléaire RCCM semble donc très conservatrice pour les aciers 316L.

II.4.5. Caractérisations complémentaires sur échantillons dilatométriques

Afin de mieux comprendre l'influence du temps de maintien à l'échelle microstructurale et de tenter de mettre en évidence l'enrichissement en bore au niveau de joints de grains des analyses SIMS ont été effectuées sur des éprouvettes. En raison de la ségrégation intergranulaire hors équilibre du bore pouvant survenir lors du refroidissement insuffisamment rapide après rupture et de la difficulté d'analyser directement des facies de rupture par SIMS il a été choisi de ne pas faire ces analyses sur des éprouvettes Gleeble. En conséquence, des traitements thermiques avec des temps de maintien de 0.1 s et 2.5 s à 1220°C et les mêmes cycles thermiques que les essais de ductilité à chaud correspondants ont été réalisés à l'aide d'un dilatomètre de trempe LINSEIS (RITA) équipé d'un four à induction. Des

échantillons d'acier à 35 et 44 ppm ont été chauffés à 100°C/s puis maintenus brièvement à haute température. Un thermocouple de pilotage est soudé au milieu de l'échantillon, un deuxième thermocouple placé à 3 mm permet de vérifier la faible amplitude du gradient thermique longitudinal. Après maintien, ces échantillons sont refroidis jusqu'à température ambiante à une vitesse de refroidissement de l'ordre de 300°C/s afin de figer la microstructure. Les images EBSD des figures II.38 et II.39 montrent que la taille de grain austénitique n'a pas été que peu affectée par le maintien de 0,1s à 1200°C. Par contre le traitement à 2,5s de maintien conduit à un grossissement de grain avec une taille moyenne estimée à 70 µm (comptage des grains en excluant les joints de macles).

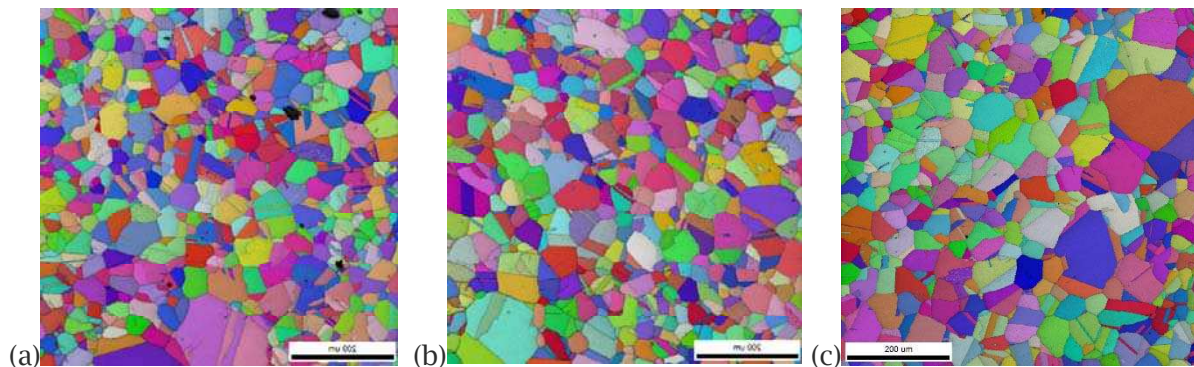


Figure II.38 : Images EBSD sur le matériau à 44 ppm de bore (a) à l'état de réception et après traitement thermique à 1220°C pendant (b) 0,1s et (c) 2,5 s

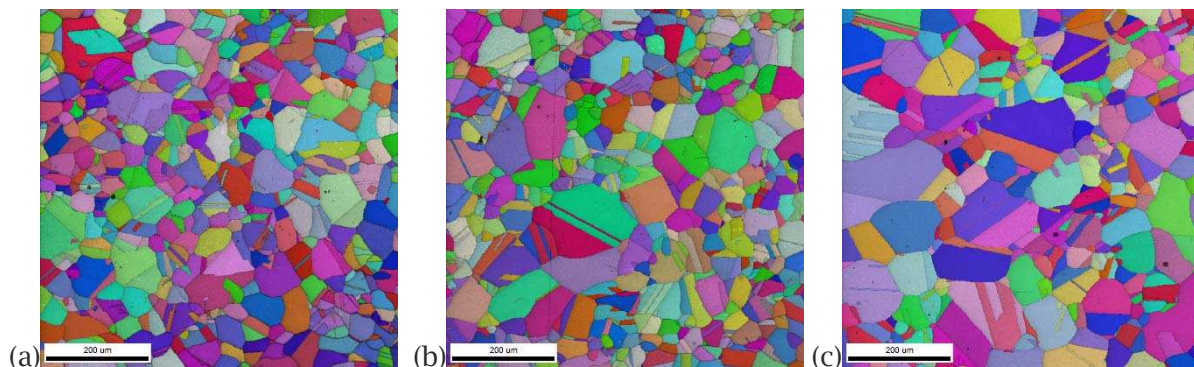


Figure II.39 : Images EBSD sur le matériau à 35 ppm de bore (a) à l'état de réception et après traitement thermique à 1220°C pendant (b) 0,1s et (c) 2,5 s

La distribution du bore a ensuite été caractérisée par une analyse SIMS. Les figures II.40 et II.41 montrent les résultats de l'analyse SIMS sur un échantillon du matériau à 44 ppm de bore après traitements thermiques à 1220°C pendant 0,1 s et 2,5 s respectivement. A titre de comparaison la figure II.41 présente aussi une image SIMS du matériau à 44 ppm de bore à l'état de réception. Dans le matériau à l'état de réception, des chapelets de borures apparaissent aux joints de grains. Après un traitement thermique à 1220°C, les borures sont nettement moins nombreux mais le bore reste toujours localisé aux joints de grains, sans différence évidente entre les échantillons dont le temps de maintien diffère. Cependant, on

peut noter que les précipités intragranulaires qui sont presque absents après un temps de maintien de 0,1 s semblent plus nombreux après un temps de maintien de 2,5s. Cependant, l'analyse SIMS n'étant pas une analyse quantitative, la concentration en bore aux joints de grains de ces deux échantillons peut être différente. De plus, même à une vitesse de refroidissement de 300°C/s, une ségrégation hors équilibre aux joints de grains peut se produire [35][38]. Il est donc difficile de tirer une conclusion sur l'origine microstructurale de l'augmentation de la température de chute de ductilité avec le temps de maintien. Cependant, on peut supposer l'existence d'une diffusion du bore depuis les joints de grains vers la matrice austénitique même pendant des temps courts. Pour un temps de maintien de 2,5s, cette migration du bore peut être suffisante pour empêcher la fusion des joints de grains ou réduire la couverture par un film liquide de la surface des grains.

Les figures II.41 et II.43 montrent les résultats de l'analyse SIMS du matériau à 35ppm de bore à l'état de réception et après traitements thermiques à 1220°C pendant 0,1s et 2,5s respectivement. A l'état de réception les borures sont moins nombreux et la ségrégation intergranulaire du bore semble moins importante que pour les échantillons à 44 ppm. Les images réalisées après 0,1s de maintien sont très similaires à celles à l'état de réception. Le traitement à 2,5s semble avoir fait diminuer la densité des borures mais là encore il est difficile d'apprécier quantitativement cet effet.

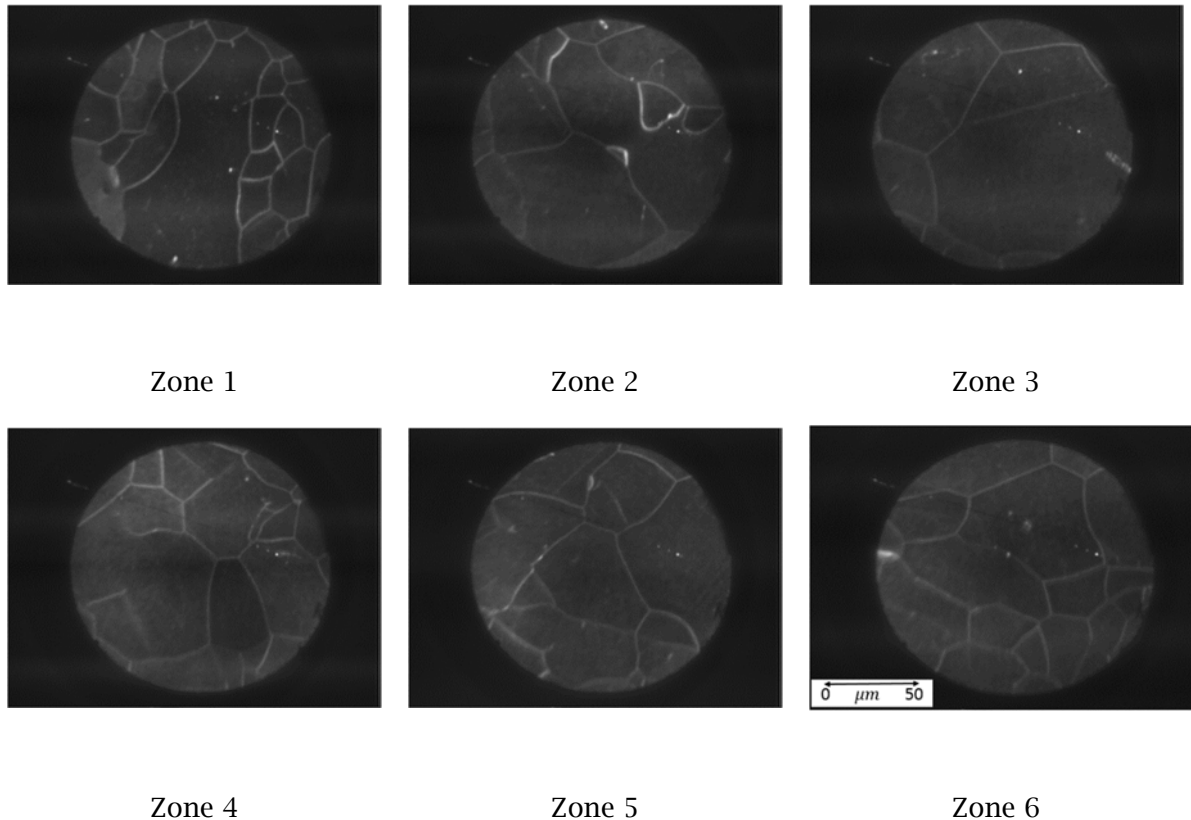


Figure II.40 : Résultats des analyses SIMS sur le matériau à 44 ppm de bore après traitement thermique à 1220°C pendant 0,1s - même échelle pour toutes les images SIMS

Une tentative d'analyse quantitative de la ségrégation du bore aux joints de grains par microscopie électronique en transmission sur microscope FEI Titan utilisé en mode STEM EELS (electron energy loss spectroscopy) a été effectuée sur les échantillons à 44ppm de bore après traitements thermiques à 1220°C pendant 0,1s et 2,5s [71]. Les résultats indiquent une ségrégation du bore aux joints de grains équivalente sur les deux échantillons. Les difficultés opératoires et la faible statistique de mesure incitent à cependant considérer les résultats avec prudence.

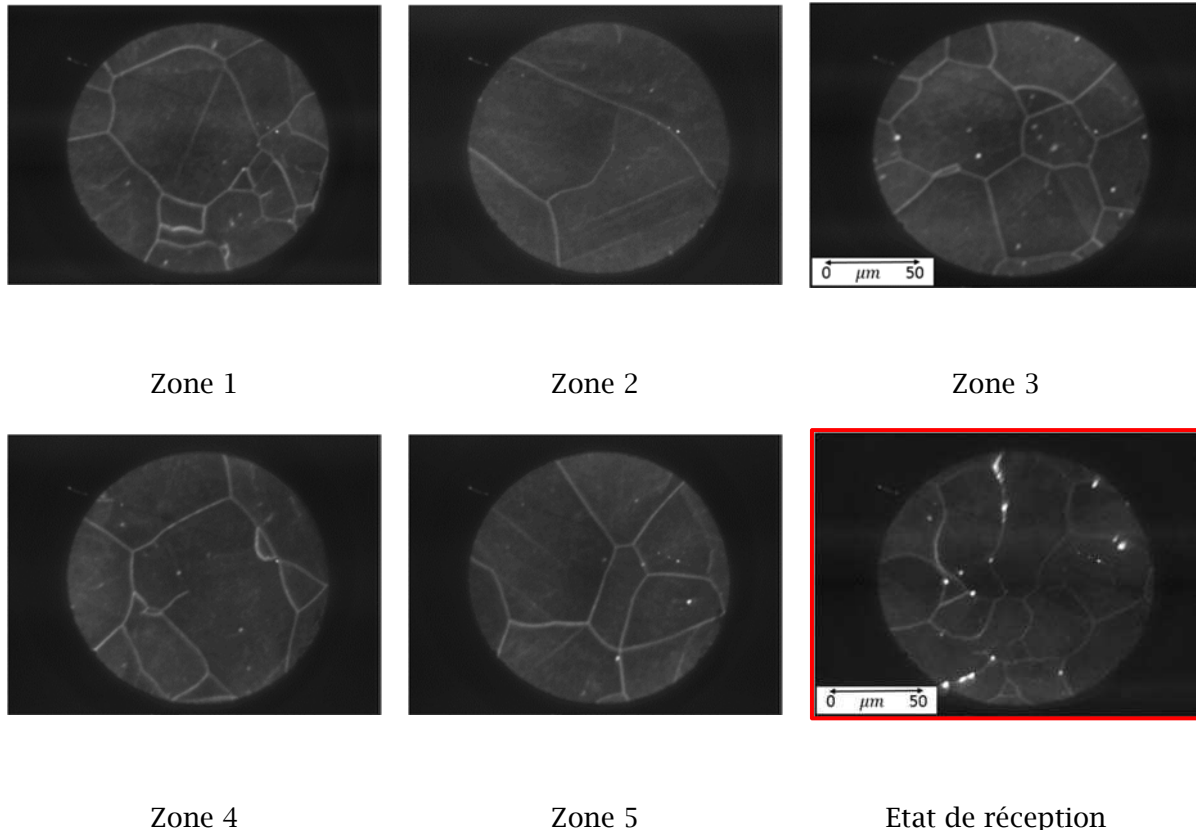
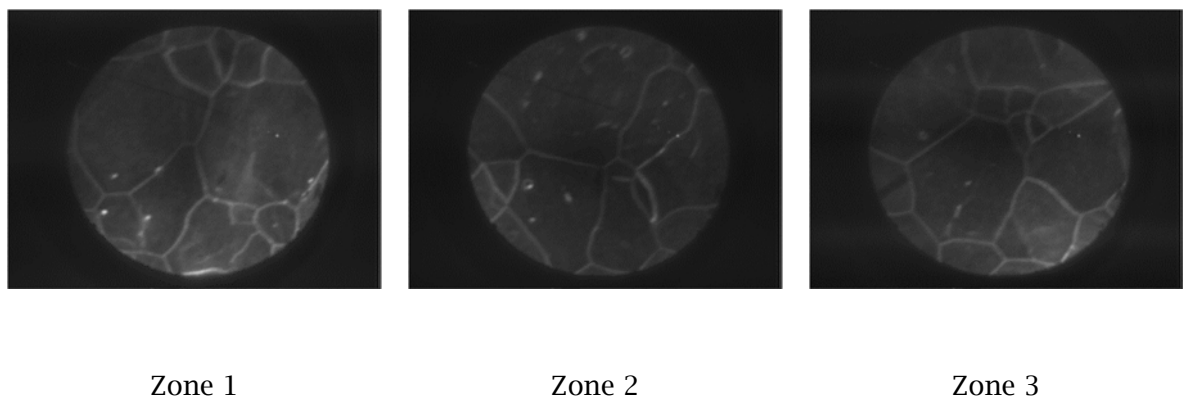
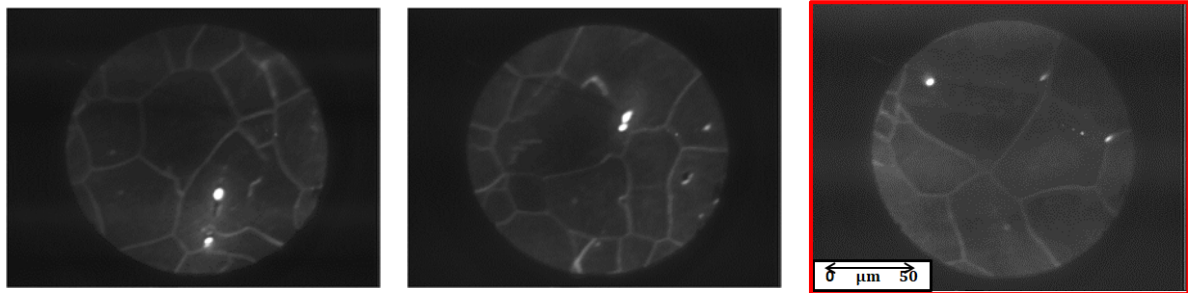


Figure II.41 : Résultats des analyses SIMS sur le matériau à 44 ppm de bore après traitement thermique à 1220°C pendant 2,5s et comparaison à l'état de réception - même échelle pour toutes les images SIMS



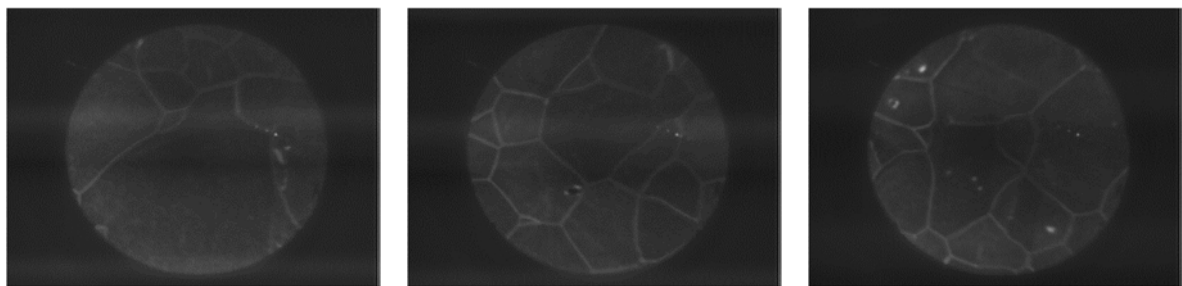


Zone 4

Zone 5

Etat de réception

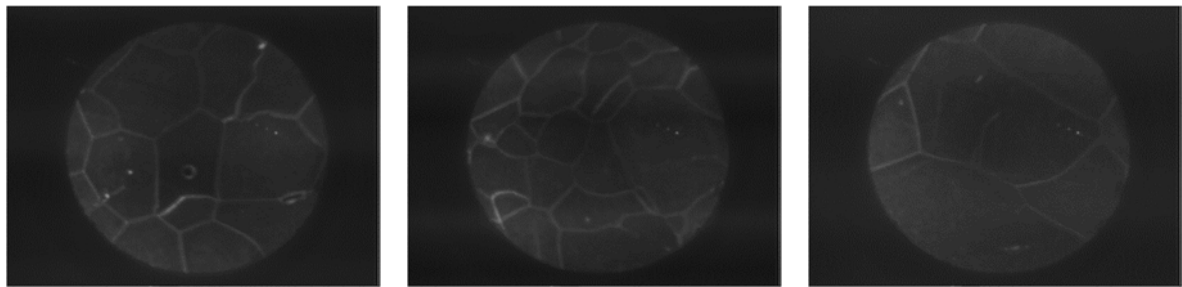
Figure II.42 : Résultats des analyses SIMS sur le matériau à 35 ppm de bore après traitement thermique à 1220°C pendant 0,1s et comparaison à l'état de réception - même échelle pour toutes les images SIMS



Zone 1

Zone 2

Zone 3



Zone 4

Zone 5

Zone 6

Figure II.43 : Résultats des analyses SIMS sur le matériau à 35 ppm de bore après traitement thermique à 1220°C pendant 2,5s - même échelle pour toutes les images SIMS

II.4.6. Interprétation de l'effet du temps de maintien

Nous avons constaté que pour les nuances contenant plus de 39 ppm de bore un temps de maintien de 2 s à la température d'essai avant traction permet de ramener la température de chute de ductilité vers la borne supérieure du domaine de liquation soit 1280°C. En dessous

de 2 s de maintien la chute de ductilité a lieu aux alentours de 1180°C qui est la température de fusion de l'eutectique $Fe_2B - austénite$ mentionnée dans la littérature. Pour les nuances à teneur inférieure à 39 ppm 0,1s de maintien conduisent à une température de chute de ductilité largement au-dessus de 1250°C et il suffit de maintenir 0,5s avant le début de la traction pour que cette température dépasse 1280°C. Les observations SIMS ont mis en évidence la ségrégation intergranulaire du bore à l'état de réception avec la présence de chapelets de borures aux joints de grains pour la nuance à 44 ppm et une densité de borures plus faible pour la nuance à 35 ppm. Les observations sur échantillons maintenu 0,1 et 2,5 s à 1220°C sur nuances à 35 ppm et 44 ppm n'ont pas permis d'apprécier l'évolution de la teneur en bore aux joints de grains. Cependant ces observations ne sont pas incompatibles avec l'hypothèse de l'existence d'une diminution de la teneur en bore aux joints de grains même pendant des temps courts.

Toutes ces observations nous conduisent à émettre la même hypothèse que Zacharie [5] qui, dans ses travaux de thèse, a suggéré qu'un temps de maintien suffisamment long permet une homogénéisation du bore dans la matrice austénitique initialement concentré aux joints de grains. Ce faisant, la teneur en bore locale aux joints de grains n'est plus suffisante pour former l'eutectique, et la fusion a lieu à une température supérieure, ce qui reporte la température de chute de ductilité vers les hautes températures. L'analyse bibliographique (travaux de He [50] et Dongjunum [49]) a montré par ailleurs qu'après la ségrégation intergranulaire hors équilibre du bore consécutive à la trempe, un phénomène de déségrégation progressif a lieu lors de recuits à hautes températures. Pour un acier austénitique à 30% de nickel, le temps critique où les atomes de bore en sursaturation aux joints de grains rediffusent vers la matrice a été estimé à quelques secondes ([46]-[47]).

Dans cette hypothèse pour les nuances à teneur en bore inférieures à 39 ppm, la teneur intergranulaire en bore est, dès l'état de réception après hypertrempe, insuffisante pour induire le phénomène de liquation au joints de grains au chauffage dès que l'on dépasse 0,5s de maintien. Aux temps de maintien très courts on peut supposer cependant une fusion locale aux joints mais de faible amplitude qui conduirait à des températures de chute de ductilité inférieures à 1280°C.

Pour les nuances à teneurs en bore supérieures à 39 ppm, la teneur intergranulaire (films riches en bore et/ou borures) en bore initiale est suffisante pour induire le phénomène de liquation au chauffage dès 1180°C sauf à maintenir plus de 2s avant traction.

Des essais Gleeble complémentaires sur les nuances à 44 et 50 ppm ont été effectués pour essayer de conforter cette hypothèse. Pour chacune des deux nuances, deux cycles de traitement thermique ont été appliqués sur deux éprouvettes différentes avant de réaliser des essais (cf. figure II.44). Tout d'abord une première étape de traitement thermique de quelques

secondes suivi d'un refroidissement : 0,5 ou 5s de maintien à 1220°C pour la nuance à 44 ppm, 5s de maintien à 1150°C ou 60s de maintien à 1050°C pour la nuance à 50 ppm. Dans un deuxième temps un essai de ductilité à chaud à 1220°C avec maintien pendant 0,5s est effectué. La figure II.45 montre les résultats en termes de ductilité pour les essais réalisés.

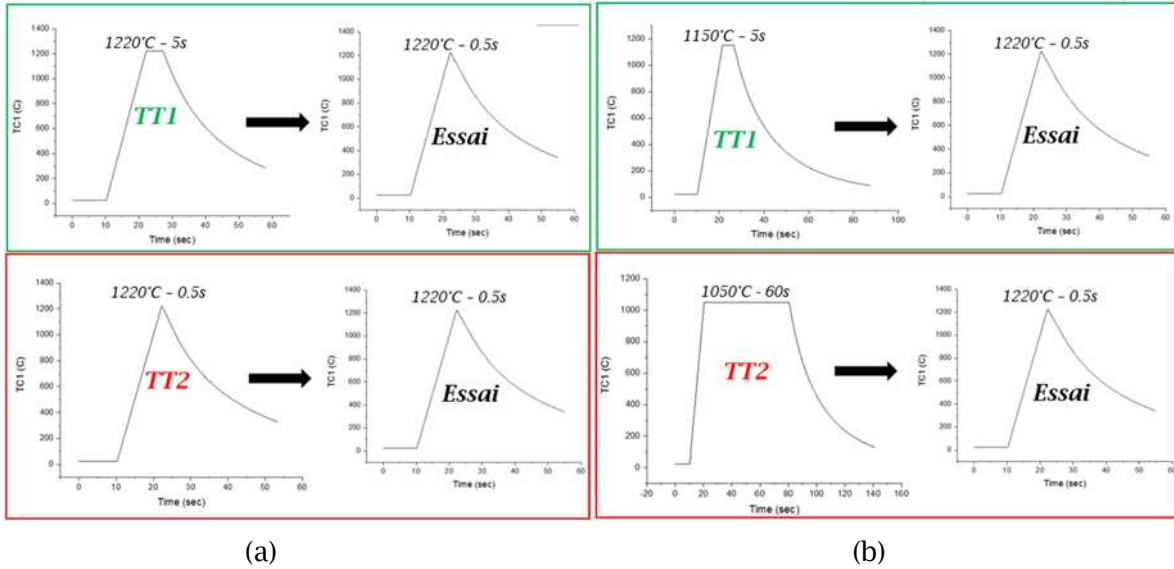
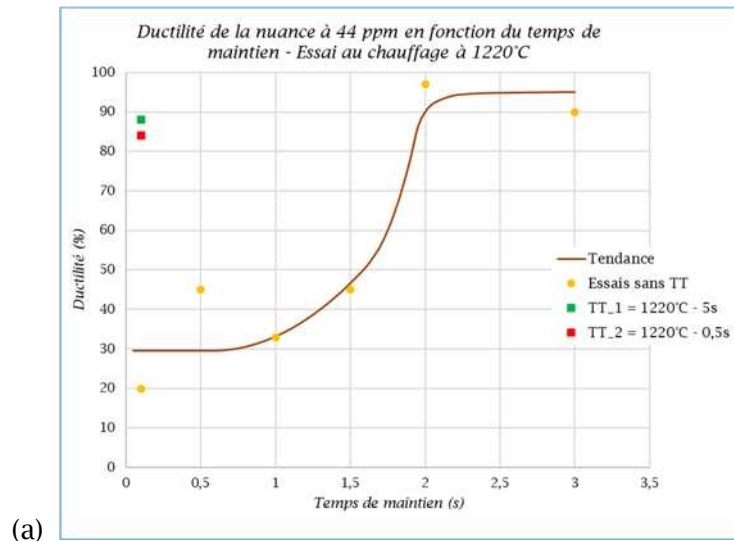


Figure II.44 : Cycles de traitement thermique TT1 et TT2 pour la nuance à (a) 44 ppm et (b) 50 ppm



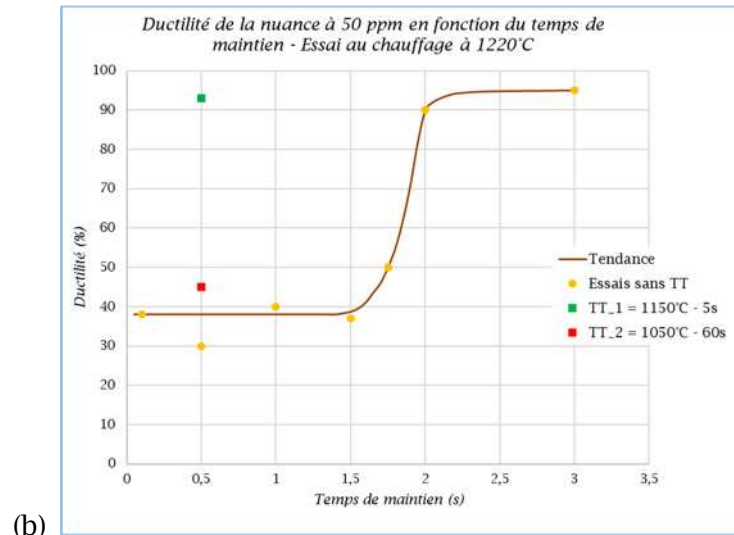


Figure II.45 : Essais de ductilité à chaud avec et sans traitement thermique pour la nuance à (a) 44 ppm et (b) 50 ppm

On constate que le fait de traiter l'éprouvette à 44ppm à 1220°C pendant 5s suivi d'un refroidissement avant de réaliser l'essai augmente considérablement la ductilité à la rupture pour la nuance à 44 ppm. Ce résultat était prévisible puisque dans l'essai de ductilité à chaud standard, 2s de maintien avant traction suffisaient pour retrouver la même ductilité. Plus étonnant est le fait que traiter préalablement pendant seulement 0,5s avant l'essai de ductilité à chaud conduit aussi à une ductilité élevée (de l'ordre de 85%) alors que dans l'essai de ductilité à chaud standard à 1s de maintien avant traction conduit à une ductilité de seulement 33%. Notre hypothèse est qu'en pratique le refroidissement imposé en fin de traitement thermique n'est pas assez rapide pour stopper le phénomène de diffusion du bore depuis les joints de grains vers la matrice.

Les résultats obtenus sur l'éprouvette à 50 ppm sont quant à eux très différents. Avec un traitement thermique préalable de 5s à 1150°C la ductilité à chaud à 1220°C avec un temps de maintien de 0,5s est de 93%. Le traitement thermique préalable a dû permettre la diffusion du bore vers la matrice. Là encore la borne inférieure de la zone de liquation de 1150°C semble pertinente. Si le traitement thermique préalable est de 60s à 1050°C la ductilité est de 45% soit similaire à l'essai sans traitement thermique. Le traitement thermique à 1050°C, qui est la température de mise en solution avant hypertrempe, n'a donc pas eu d'influence sur la ductilité à chaud ultérieure. La température est trop faible pour que la déségrégation du bore ait lieu.

Ces deux essais montrent qu'il ne suffit pas de tenir compte du temps de maintien avant traction mais aussi de l'historique thermique de l'éprouvette et en particulier de la durée de l'excursion à haute température. Ce point sera repris par la suite dans l'analyse d'essais de ductilité au refroidissement.

II.4.7. Conclusion sur les essais de ductilité au chauffage

Les principales conclusions tirées des essais de ductilité au chauffage effectuée sur les nuances industrielles et issues de coulées synthétiques sont les suivantes :

- les essais ont été effectués avec une vitesse de chauffage de 100°C/s.
- pour éviter toute surchauffe à la rupture et pour prévenir la formation d'étincelles lors de celle-ci, le courant électrique est désactivé juste avant la traction.
- le choix d'une vitesse de traction de 50mm/s permet de mettre en évidence une chute de ductilité brutale à partir d'une certaine température d'essai. Le choix de cette vitesse permet aussi de garantir une température plus stable durant la traction et une précision plus importante sur la détermination de la température à la rupture.
- la température de chute de ductilité est considérée comme un critère pertinent pour l'analyse des essais. Cette température est déterminée lorsque la ductilité passe en dessous de 75%.
- la température de chute de ductilité dépasse 1300°C pour toutes les nuances contenant moins de 35ppm de bore dès 0,5s de maintien avant traction. Si le temps de maintien est très court (0,1s) elle se rapproche de 1280°C.
- la température de chute de ductilité est de l'ordre de la température de fusion de l'eutectique borure-austénite (1180°C) pour les nuances contenant 44ppm et 50 ppm si le temps de maintien avant traction est inférieur à 2s.
- le temps de maintien s'il dépasse 2s, augmente la température de chute de ductilité vers 1270°C. Pour expliquer ce phénomène, en accord avec la littérature nous faisons l'hypothèse d'un effet d'homogénéisation du bore dans la matrice à température élevée. Le bore subit alors un phénomène de diffusion depuis les joints de grains vers l'intérieur du grain austénitique. Cette migration du bore appauvrit le joint de grains en bore et peut être suffisante pour empêcher le phénomène de liquation. La durée d'excursion à haute température est alors un critère important.

II.5. Essais au refroidissement

II.5.1. Conditions des essais

L'influence de la teneur en bore et du temps de maintien sur la température de chute de ductilité a été mise en évidence par les essais au chauffage. Cependant, les fissures par liquation apparaissent le plus souvent dans les ZAT pendant le refroidissement car les contraintes sont en tension à ce stade du cycle de thermique en soudage. Des essais au refroidissement à l'aide du simulateur Gleeble ont ainsi été réalisés pour compléter les essais au chauffage.

Un essai Gleeble au refroidissement consiste à chauffer l'éprouvette jusqu'à une certaine température maximale prédéterminée, puis la refroidir jusqu'à la température d'essai visée et effectuer une traction rapide jusqu'à la rupture. Un temps de maintien peut être ajouté juste avant la traction. Ainsi, par rapport à l'essai au chauffage, deux paramètres viennent se rajouter : la température maximale et la vitesse de refroidissement. Pour pouvoir comparer des résultats des essais Gleeble au refroidissement et ceux au chauffage, nous avons choisi les conditions des essais au refroidissement en nous basant sur celles des essais au chauffage. Plus précisément, nous avons repris la vitesse de montée en température de 100°C/s, la vitesse de traction de 50 mm/s et une vitesse de refroidissement de 80°C/s qui correspond celle imposée par la coupure de courant avant traction.

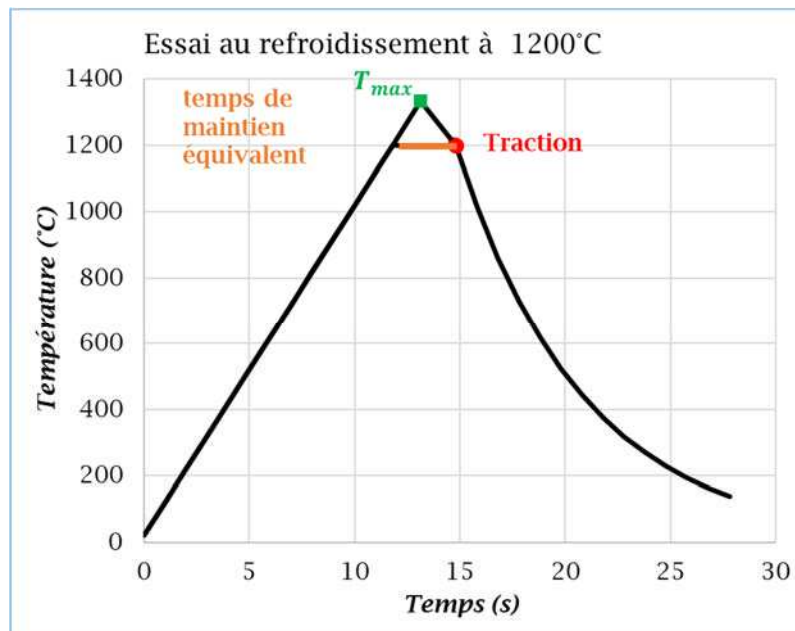


Figure II.46 : Construction des essais de chute de ductilité au refroidissement avec la notion de temps de maintien équivalent.

Afin de pouvoir comparer entre eux les résultats des essais au chauffage et les résultats des essais au refroidissement, la notion de temps de maintien équivalent est introduite. Le temps de maintien équivalent correspond à la durée durant laquelle l'échantillon excède la température d'essai (figure II.46), soit la somme de la durée du chauffage depuis la température d'essai jusqu'à la température maximale, de la durée de refroidissement jusqu'à la température d'essai et du temps de maintien avant traction.

Les essais de soudage de type PVR détaillés ultérieurement au Chapitre III montrent que les fissures apparaissent dans deux bandes de la ZAT très proche du bord de la zone fondue (200 à 300 µm). Nos nuances ont une température de fusion qui est de l'ordre de 1400°C. Nous avons donc choisi les températures maximales suivantes : 1330°C, 1360°C et 1380°C pour couvrir les températures atteintes en soudage dans la zone proche de la ZAT où apparaissent les fissures de liquation. En fonction de la température maximale nous avons adapté les temps de maintien avant traction afin de couvrir approximativement la gamme 0,5s - 3s de temps de maintien équivalent. Le tableau II.9 indique les essais au refroidissement prévus ainsi que leur temps de maintien équivalent :

$T_{max}(^{\circ}C)$ / $T_{essai}(^{\circ}C)$	1330	1360	1380
1320	0.4	0.9	1.5
1300	0.8	1.5	1.9
1280	1.1	1.7	2.5
1250	1.9	2.5	3.0
1220	2.5	3.1	

Tableau II.9 : Liste des essais au refroidissement prévus et leurs temps de maintien équivalents

Dans cette campagne d'essais est privilégiée l'étude de la nuance à 44ppm de bore. Quelques essais complémentaires ont aussi été effectués sur les nuances à 20 et 35 ppm.

II.5.2. Résultats et comparaison avec les essais au chauffage

II.5.2.1. Effet de la température maximale sur la nuance à 44 ppm

Nous n'avons pas réussi à réaliser les essais avec la température maximale de 1380°C. En effet, le thermocouple de type K ne permet pas d'atteindre une température plus de 1370°C. Le remplacement par un thermocouple de type S a présentés diverses difficultés dont un problème de pilotage des essais. Par ailleurs de nombreuses éprouvettes ont fondu ou se sont

rompues lors de la chauffe au voisinage de 1380°C ce qui peut laisser supposer que nous sommes proches de la température NST (Nil Strength Temperature). Quelques essais prévus à la température maximale de 1330°C et 1360°C n'ont pu par ailleurs être réalisés correctement (dépassement de température de consigne etc.).

Les essais au chauffage et au refroidissement réalisés à la même température d'essai et pour le même temps de maintien ou des temps de maintien équivalents sont comparés sur la figure II.47 pour la nuance à 44 ppm.

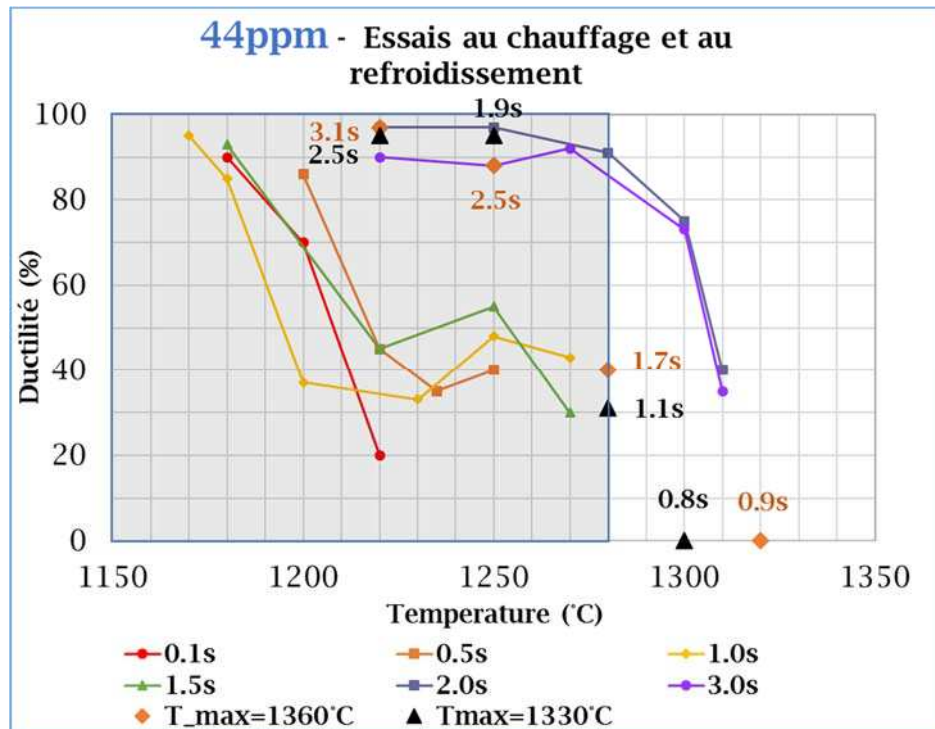


Figure II.47 : Comparaison des essais de ductilité au chauffage (courbes) et au refroidissement (points) pour la nuance à 44ppm de bore

Une cohérence entre les résultats au chauffage et au refroidissement apparaît clairement. Le matériau à 44 ppm recouvre une température de chute de ductilité élevée pour un temps de maintien suffisant de l'ordre de 2 s. Pendant ce temps équivalent, en accord avec la littérature, on considère que les eutectiques de borure restent liquides si la température est supérieure à 1200°C. Ainsi, en négligeant la variation du coefficient de diffusion du bore avec la température et en considérant le même temps de maintien équivalent, la diffusion du bore depuis les joints de grains vers la matrice austénitique peut raisonnablement être supposée de même amplitude durant le temps de maintien pour un essai au chauffage ou pendant l'excursion à haute température pour un essai au refroidissement. Pour les essais au refroidissement effectués à une température d'essai inférieure à 1260°C, la durée est longue (> 1,9 s) et il n'y a pas de risque de fissuration. Pour les essais à haute température, la durée est plus courte (< 1,7 s), la ductilité diminue et le risque de fissuration augmente. Dans la

littérature l'effet d'une variation de la température maximale, qui modifie les courbes de reprise de ductilité, est souvent difficile à interpréter. Dans notre cas il apparaît que l'hypothèse d'un temps équivalent de diffusion du bore depuis les joints de grains au chauffage comme au refroidissement permet d'expliquer les résultats obtenus. La température maximale joue alors essentiellement sur la valeur de ce temps équivalent.

II.5.2.2. Essais sur nuances à 39ppm de bore

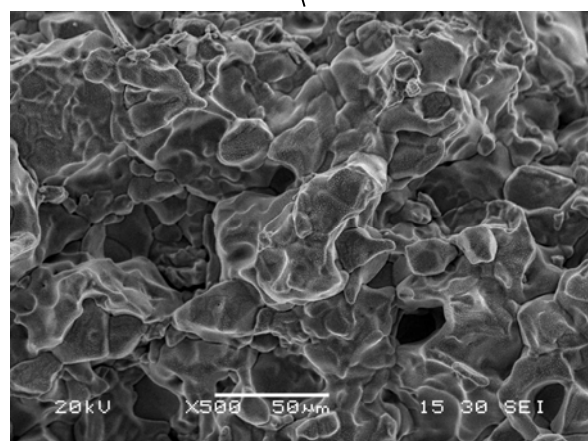
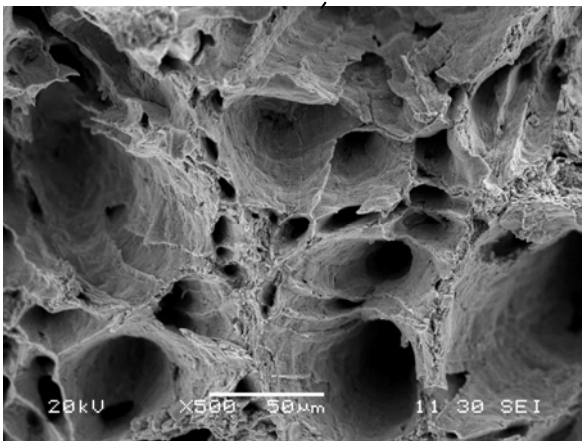
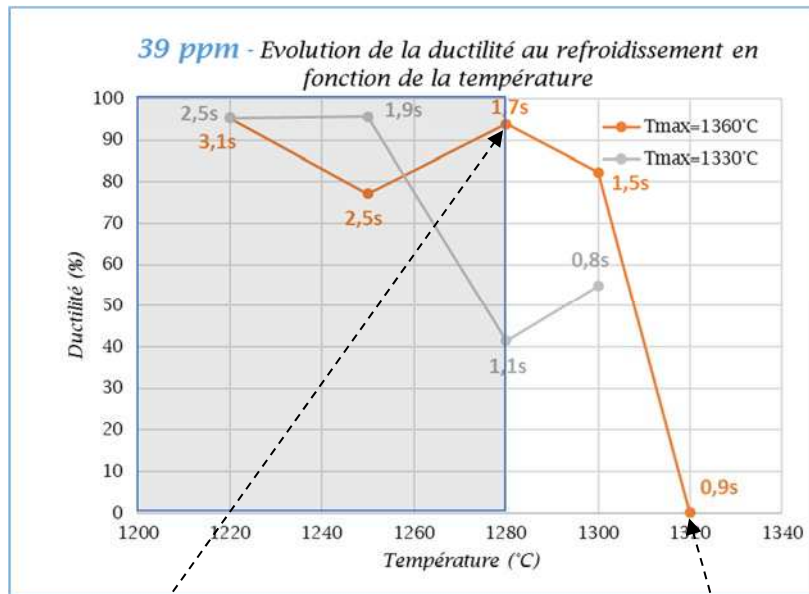


Figure II.48 : Evolution de la ductilité au refroidissement en fonction de la température avec $T_{max}=1330^{\circ}\text{C}$ et $T_{max}=1360^{\circ}\text{C}$ et faciès de rupture MEB. Les temps de maintien équivalent sont indiqués sur la figure.

Nous constatons que la nuance de 39ppm récupère 75% de ductilité au refroidissement à partir de 1300°C si la température maximale est de 1360°C . Si cette température maximale n'est que de 1330°C le retour à des ductilités supérieures à 75% ne s'effectue qu'entre 1280°C et 1250°C . Le retour à 75% de ductilité correspond à un temps de maintien équivalent de 1,5s pour une température maximale de 1360°C et est compris entre 1,1s et 1,9s pour ne température

maximale de 1300°C. Globalement on peut considérer que le risque de fissuration existe si le temps équivalent est inférieur à 1,5s. Là encore on retrouve une cohérence avec les essais au chauffage puisque le temps de maintien avant traction nécessaire pour observer une température de chute de ductilité proche de 1300°C pour les essais au chauffage sur nuance à 39 ppm peut s'estimer à environ 1,5s à l'aide de la figure II.48. Le faciès de rupture présenté en figure II.48 pour une température d'essai de 1320°C ($T_{max} = 1360^{\circ}C$) est bien représentatif d'un mode de rupture fragile intergranulaire avec des joints de grains recouverts de liquide au moment de la rupture. Il correspond à une ductilité nulle car le temps de maintien équivalent de 0,9s n'a pas permis la reprise de ductilité. Pour une température d'essai de 1280°C ($T_{max} = 1360^{\circ}C$) le temps de maintien équivalent de 1,7s permet une reprise de ductilité à plus de 90% ce qui correspond à un faciès de rupture de type ductile.

II.5.2.3. Essais sur nuances à 20 et 35 ppm de bore

La figure II.49 présente les courbes de ductilité au refroidissement et au chauffage en fonction de la température d'essai dans le cas d'une température maximale de 1360°C pour les nuances à 20 et 35 ppm de bore. Le temps de maintien des essais au chauffage est de 0,5s. Le temps de maintien équivalent pour les essais au refroidissement varie comme indiqué dans le tableau II.9. Il est pour quasiment pour tous les essais avec un temps de maintien supérieur à 0,5s.

Nous constatons que la température de chute de ductilité de ces courbes reste toujours supérieure à 1300°C que ce soient les essais au chauffage ou les essais au refroidissement. Les courbes au chauffage et au refroidissement sont relativement proches ce qui avait déjà été observé par Lundin pour des aciers 316 [69]. Cela confirme une nouvelle fois notre hypothèse du temps d'homogénéisation. Pour des temps de maintien au chauffage ou de temps de maintien équivalent au refroidissement supérieurs à 0,5s, la diffusion du bore ségrégué aux joints de grains vers le centre du grain est suffisante (ou la teneur en bore initiale est suffisamment faible) pour que les nuances de teneur en bore inférieures à 35 ppm ne soient pas sensibles au phénomène de liquation. Les faciès de rupture MEB présentés en figure II.49 pour la nuance à 20 ppm au refroidissement sont cohérentes avec cette hypothèse : rupture fragile à 1340°C mais faciès de rupture d'aspect différent de celui présenté en figure II.48 (pas de liquation d'eutectiques bore/austénite) et reprise de ductilité dès 1320°C avec mode de rupture ductile.

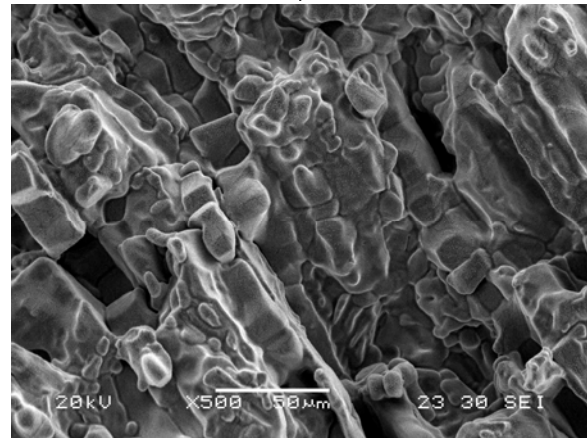
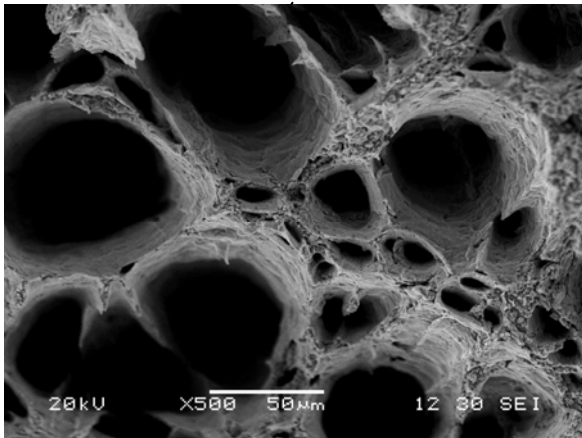
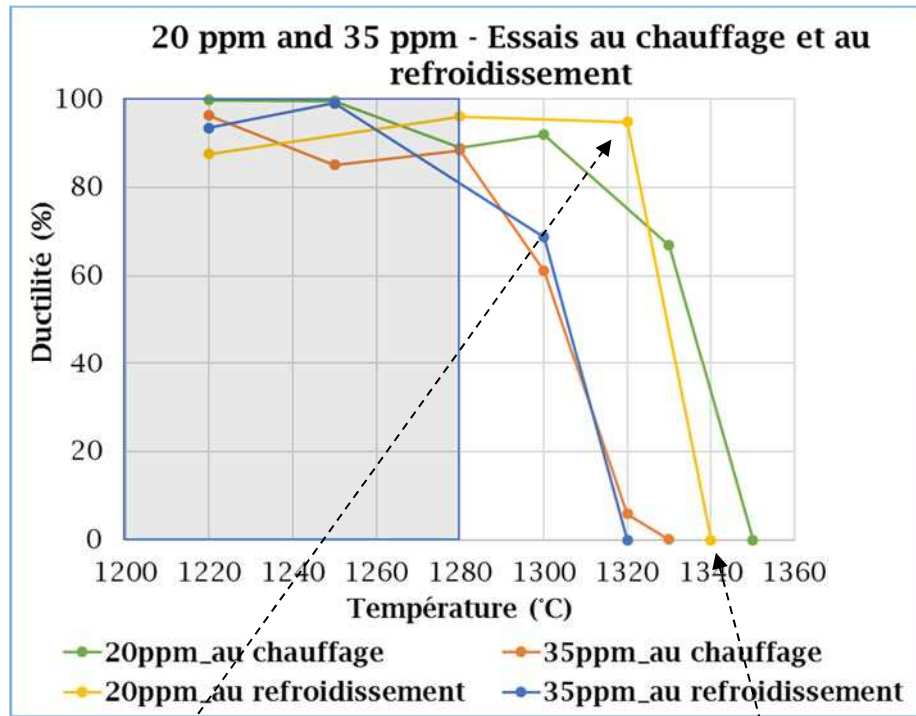


Figure II.49 : Comparaison essai au chauffage - essai au refroidissement ($T_{max} = 1360^{\circ}\text{C}$) pour les nuances de 20ppm et de 35ppm et faciès de rupture MEB

II.6. Synthèse

Trois nuances industrielles et quatre nuances issues de coulées synthétiques avec des teneurs en bore variant de 2 à 50 ppm ont été caractérisées. Des borures intergranulaires de type $(\text{Fe,Cr})_2\text{B}$ ont été observés dans les aciers à des teneurs en bore supérieures ou égales à 31 ppm. L'analyse SIMS conduite sur les alliages à 35 et 44 ppm de bore a confirmé la présence de ces précipités riches en bore ainsi que la ségrégation du bore aux joints de grains.

Les essais de ductilité à chaud réalisés sur machine Gleeble ont été effectués principalement au chauffage et ont été complétés par des essais au refroidissement. La température de chute

de ductilité est considérée comme un critère pertinent pour l'analyse des essais. Cette température est déterminée lorsque la ductilité passe en dessous de 75%.

L'influence du temps de maintien à la température d'essai avant traction a été étudiée pour les essais au chauffage. La température de chute de ductilité dépasse 1300°C pour toutes les nuances contenant moins de 35ppm de bore dès 0,5s de maintien avant traction. Si le temps de maintien est très court (0,1s) elle se rapproche de 1280°C. La température de chute de ductilité est de l'ordre de la température de fusion de l'eutectique borure-austénite (1180°C) pour les nuances contenant 44ppm et 50 ppm si le temps de maintien avant traction est inférieur à 2s. Il est montré que le temps de maintien augmente la température de chute de ductilité, ce qui diminue le risque de fissuration par liquation dans la ZAT. Les analyses SIMS sont cohérentes avec l'hypothèse d'une diffusion du bore à partir des joints de grains vers la matrice austénitique qui explique cet effet. Même des temps de maintiens courts (> 2 s) seraient suffisants pour empêcher la fusion des joints de grains. La zone de transition qui marque le passage à un matériau sensible à la fissuration à chaud par liquation est donc comprise entre 35 et 44 ppm.

Un temps de maintien équivalent, défini comme étant la durée pendant laquelle la température est supérieure à la température d'essai, a été considéré pour conduire les essais au refroidissement. Une cohérence entre les résultats au refroidissement et au chauffage est trouvée avec la même hypothèse de déségrégation du bore. Pour les des nuances à 44 et 50 ppm de bore, pour un essai à basse température réalisé en-dessous de 1260°C, le temps de maintien équivalent est long et il n'y a pas de risque de fissuration. Pour les essais à hautes températures, la durée devient plus courte, la ductilité diminue et le risque de fissuration augmente. Pour les nuances à 20 et 35 ppm de bore si le temps de maintien au chauffage ou le temps de maintien équivalent au refroidissement est supérieur à 0,5s, la diffusion du bore ségrégé aux joints de grains vers le centre du grain est suffisante pour que la nuance ne soit pas sensible au phénomène de liquation.

Sur la base des essais de ductilité à chaud ou au refroidissement la limite de 18 ppm pour la teneur en bore imposée par le code de fabrication nucléaire RCCM semble donc très conservative pour les aciers 316L.

Chapitre III : Essais de fissuration à chaud en soudage

Les essais Gleeble nous ont permis d'étudier la sensibilité à la Fissuration A Chaud de différents matériaux. Cette sensibilité à la Fissuration A Chaud par liquation à différentes températures étant caractérisée, nous pouvons revenir sur des essais se rapprochant du soudage. Pour ce faire, des essais imposant, d'une part une vraie ligne de soudure sur une éprouvette pour s'approcher le plus possible d'un chargement thermique représentatif et, d'autre part, un champ de contraintes dû au gradient de température et aux conditions de bridage, sont proposés. Pour chaque condition d'essai, des fissures seront ensuite détectées et mesurées pour pouvoir évaluer le rôle de cette condition sur le phénomène de Fissuration A Chaud par liquation. Plusieurs essais peuvent être utilisés, mais en général, ils se classent en deux catégories : les essais auto-bridés et les essais à chargement externe. Comme leur nom l'indique, pour les essais auto-bridés, les efforts mécaniques sont dus aux conditions de bridage et au champ de température, alors que pour les essais à chargement externe, les efforts mécaniques sont dus non seulement aux conditions de bridage et au champ de température mais aussi aux chargements externes. Dans notre étude, nous avons choisi deux essais à chargement externe : l'essai Varestraint et l'essai PVR. L'essai Varestraint a été choisi car c'est un essai qui a fait ses preuves dans la démarche de caractérisation des phénomènes liés à la Fissuration A Chaud. Il permet de comparer qualitativement la sensibilité à la Fissuration A Chaud de différents matériaux. Quant à l'essai PVR, il a été choisi dans l'objectif de déterminer un critère de Fissuration A Chaud représentatif de ceux d'un vrai soudage. Mais en raison du contrôle des chargements, ils sont indispensables pour étudier le phénomène de Fissuration A Chaud par liquation, surtout si nous voulons comparer la sensibilité à la Fissuration A Chaud de différents matériaux.

III.1. Essai Varestraint

L'essai Variable Restraint ou Varestraint est normalisé (ISO 17641-3) [60] et est fréquemment mis en œuvre dans des laboratoires travaillant sur le soudage. Il permet d'obtenir de la fissuration à chaud via un chargement mécanique extérieur sous une source thermique obtenue par un procédé de soudage de type TIG. Cet essai normé permet d'établir et de comparer les sensibilités à la fissuration à chaud des matériaux.

III.1.1. Principe de l'essai Varestraint

L'essai Varestraint impose un chargement mécanique rapide d'amplitude contrôlée, suite à la réalisation d'une ligne de fusion. L'essai Varestraint est un essai comparatif qui permet de mettre en évidence le comportement des matériaux dans une situation privilégiant les mécanismes de fissuration à chaud.

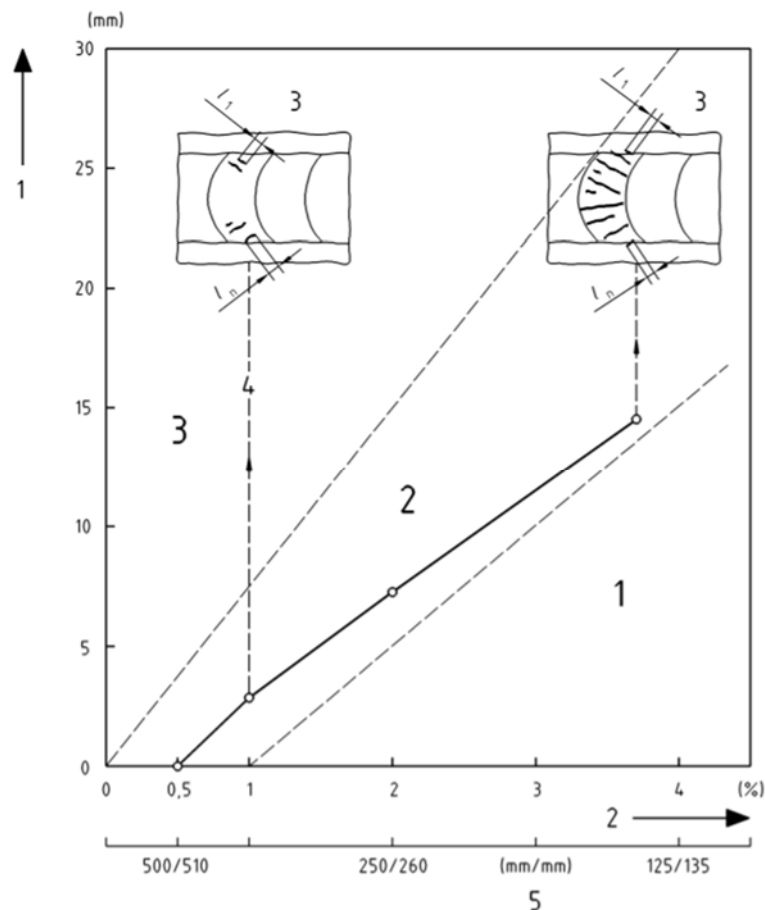


Figure III.1 : Longueur totale des fissures en fonction du niveau de chargement [60]

Il consiste à effectuer un trait de fusion par procédé TIG, avec ou sans produit d'apport, sur une éprouvette d'épaisseur e et de soumettre celle-ci à un effort de déformation qui est la variable de l'essai. Lorsque le bain liquide arrive à quelques millimètres de la ligne de tangence entre l'éprouvette (épaisseur e) et le gabarit cylindrique nommé « Sabot » (rayon R), une force de pliage est appliquée sur l'éprouvette par un galet (Figure III.1). Ce pliage impose, à la surface de l'éprouvette, un niveau de déformation défini par le rapport $e/(e+2R)$. La littérature fait apparaître différentes études où l'essai Varestraint est présent (thèse de Minh Le [51]). Sur des études de fissuration à chaud par solidification, les fissures sont principalement présentes dans les zones proches de la zone fondue et sont donc assez facilement obtenues pour de faibles niveaux de déformation (Figure III.1). Dans ce cas les rayons des sabots sont pris entre 700 et 75 mm conduisant à des niveaux de déformations allant de 0,5% à 4,46%. Pour de la fissuration par liquation où les fissures sont amorcées en zone solide (Zone Affectée Thermiquement - ZAT), le niveau de déformation à imposer doit être plus important et nous conduit à choisir un rayon de sabot plus faible.

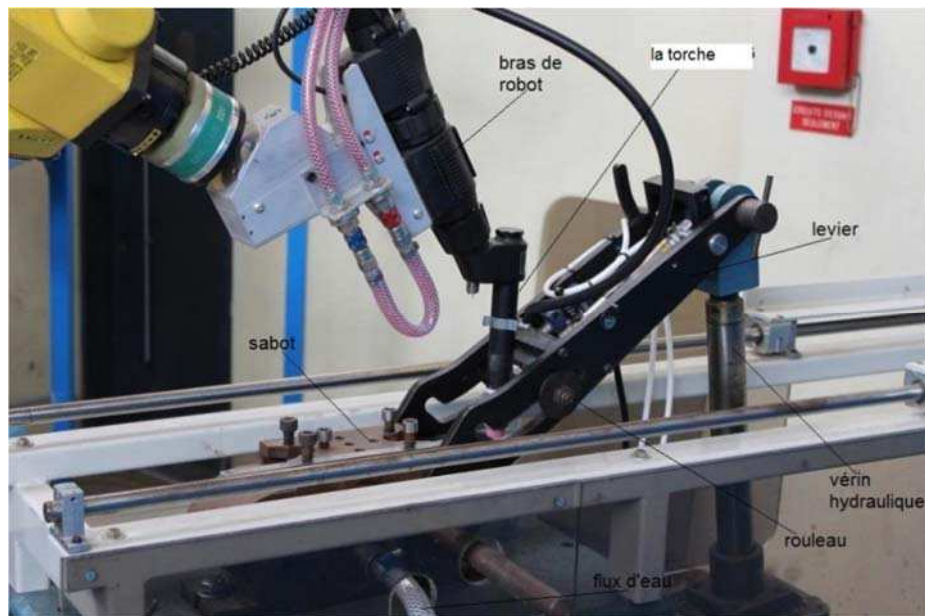


Figure III.2 : Dispositif de l'essai Varestraint

La sensibilité à la fissuration à chaud se traduit à travers des examens métallurgiques de la zone fissurée en termes de nombre, de longueur et de répartition de celles-ci et de seuil de déformation. Une difficulté supplémentaire dans notre cas vient en raison de la difficulté à différencier les fissures liées à la solidification de celles liées à la liquation. La figure III.3 ci-dessous montre un schéma sur la location de ces deux types de fissure par rapport au bain de fusion. En effet, les fissures par liquation que nous voulons détecter sur la face endroit de l'éprouvette Varestraint se trouvent dans la ZAT proche du bain de fusion alors que les fissures de solidification se trouvent plutôt dans le bain fondu.

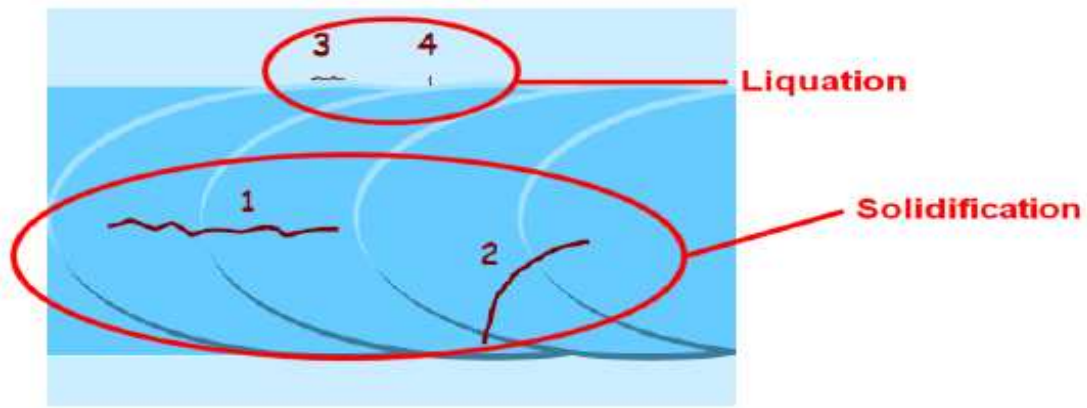


Figure III.3 : Schéma de principe des fissures par liquation et par solidification

III.1.2. Procédure expérimentale

III.1.2.1. Prélèvement et préparation des éprouvettes

Les éprouvettes dont la géométrie est définie selon la Figure III.4 ($200 \times 60 \times 7 \text{ mm}^3$) sont prélevées dans le matériau étudié. Ces éprouvettes ont été ensuite polies jusqu'à un niveau de rugosité de $30 \mu\text{m}$ permettant l'observation des futures fissures. On réalise ensuite au laboratoire, sur la face d'essai, les traçages suivants :

- Axe de symétrie à mi-largeur (ligne a - Figure III.4): cet axe permet l'alignement de l'éprouvette, solidaire du bloc de pliage, avec le déplacement de la torche.
- Repère pour le positionnement de l'éprouvette sur le gabarit de pliage (ligne b - Figure III.4): cet axe permet l'alignement avec l'axe de rayon de courbure, située sur le bloc de pliage au point de tangence avec l'éprouvette.
- Repère du début de pliage de l'éprouvette (ligne c - Figure III.4): cet axe permet à l'opérateur, lors du déplacement de la torche, de définir le temps où le pliage sera activé.

Les éprouvettes ont été nettoyées à l'éthanol juste avant la réalisation des essais afin de retirer des impuretés de surface.

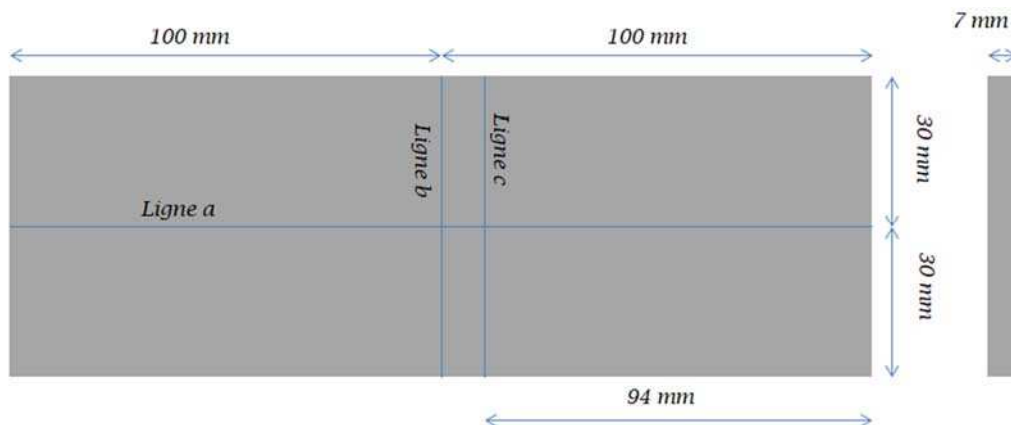


Figure III.4 : Géométrie de l'éprouvette Varestraint

III.1.2.2. Réalisation des essais

Dans notre étude, nous allons utiliser le procédé TIG sans métal d'apport (à l'aide d'un générateur Nertamatic 450) pour réaliser nos essais Varestraint. De plus, un programme lié à ce dispositif gère le déplacement de la torche de soudure, le débit du gaz de protection, et enfin le déclenchement du système de pliage. L'utilisation de cette programmation évite les incertitudes liées à l'opérateur et assure une bonne reproductibilité de la ligne de fusion. De plus, le choix de rayons de courbure faibles (47 mm) permet d'avoir un niveau de déformation suffisant. Au cours du pliage, des fissures à chaud sont ainsi générées soit dans la zone fondue (fissuration à chaud de solidification) soit dans la ZAT (fissuration à chaud par liquation). La figure III.5 ci-dessous présente le schéma de réalisation d'un essai Varestraint. La torche de soudure accompagnée d'un système de gaz de protection se déplace à une vitesse constante le long de la ligne a de l'éprouvette Varestraint bien encadrée à un côté sur le sabot. Lorsque la torche atteint la ligne c (connue au préalable par le robot de soudage lors de la programmation de l'essai), le système de pliage exerce une force pour plier l'éprouvette.

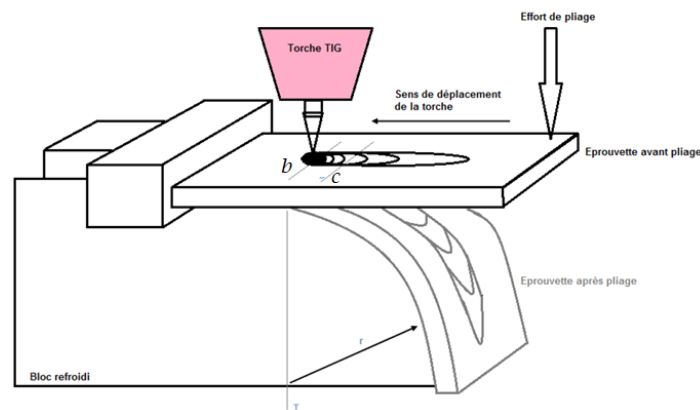


Figure III.5 : Schéma de l'essai Varestraint

L'objectif de nos essais Varestraint est de comparer la sensibilité à la fissuration à chaud par liquation pour différents matériaux afin de confirmer le rôle du bore sur le phénomène. Pour ce faire, des essais sur des matériaux contenant respectivement 20 ppm (ref D), 35 ppm (E), 44 ppm (F) et 50 ppm (G) de bore ont été réalisés sous des conditions identiques suivant :

- Niveau de déformation : un rayon de « sabot » est choisi à une valeur de 47 mm correspondant à un niveau de déformation de 7% *a priori* suffisant pour engendrer des fissures dans la ZAT.
- Les paramètres de soudage sont définis au regard des valeurs données dans la norme ISO 17641-3 [60] et sont présentés dans le tableau III.1.
- Le temps de déplacement du galet entre sa position de départ et celle de maintien est fixé à 2s. La position finale est ensuite conservée durant la période de refroidissement de l'éprouvette.

Le tableau III.1 ci-dessous montre les paramètres de soudage qui seront utilisés dans tous nos essais.

Paramètres de soudage	
Intensité	200A
Tension	13V
Vitesse d'avance de la torche	14cm/min
Energie de soudage	11kJ/cm

Tableau III.1 : Paramètres de soudage de l'essai Varestraint

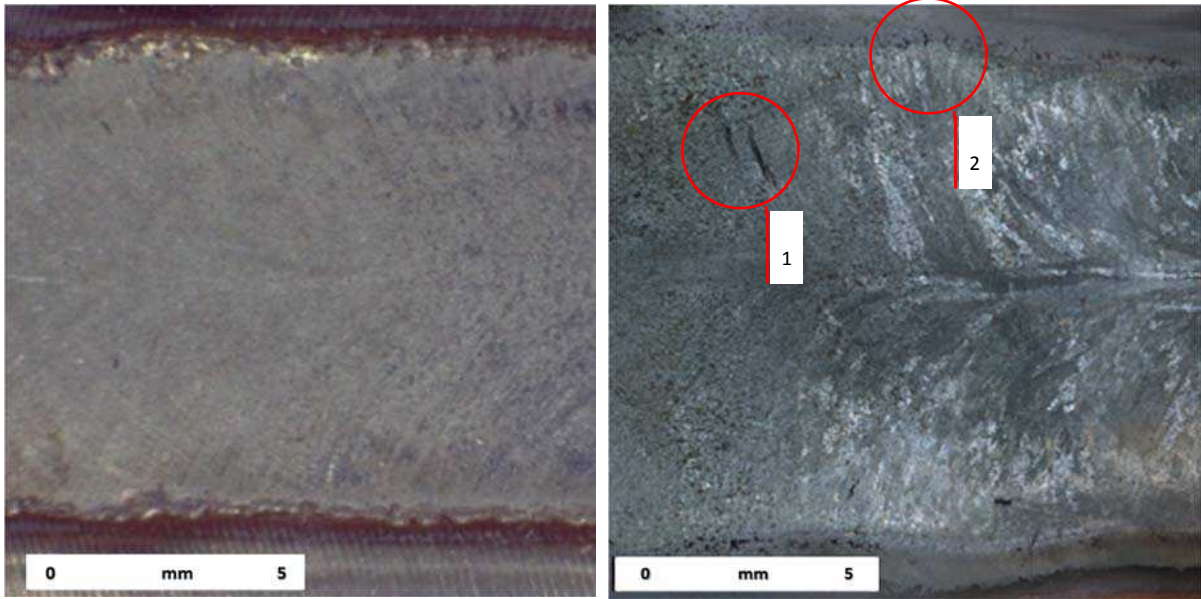
A l'issu des essais, un examen de la surface de soudure est effectué afin d'identifier des éventuelles fissures. Notons que cet essai est un essai comparatif et donc l'apparition de fissures pour un matériau donné ne signifie pas que ce matériau présente un risque de fissuration à chaud par liquation.

III.1.3. Exploitation des essais Varestraint

L'exploitation des joints soudés se fait dans un premier temps à l'œil. Cependant, les dimensions des fissures ainsi que la différenciation de l'origine de celles-ci nous conduisent à des examens plus poussés avec une loupe binoculaire et un microscope électronique à balayage.

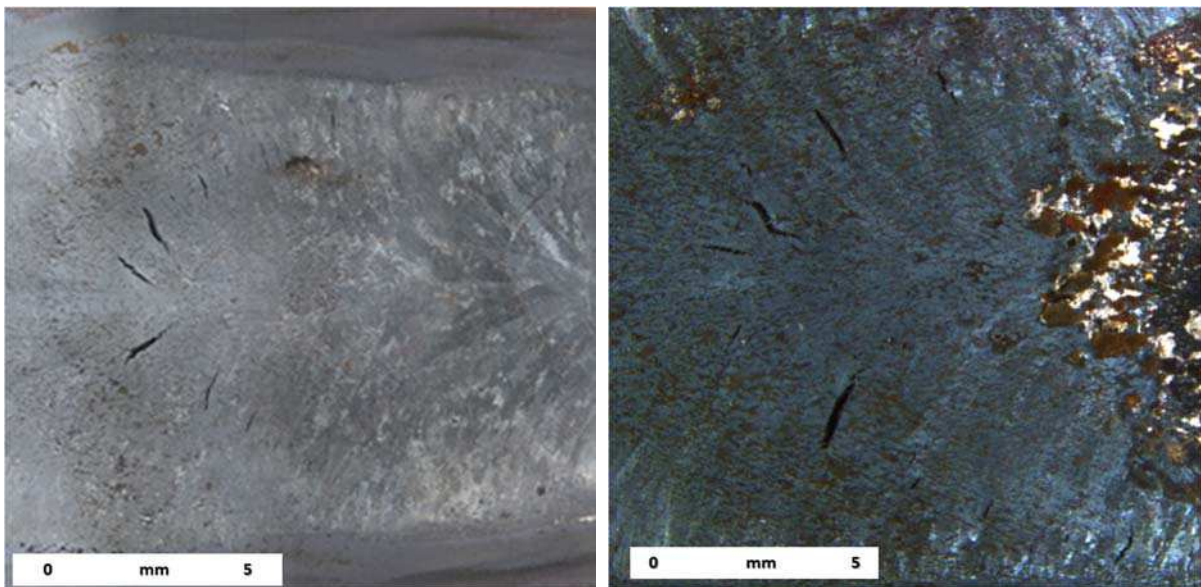
III.1.3.1. Exploitation à la loupe binoculaire

La figure III.6 montre l'état de surface de la soudure de différentes éprouvettes sous un grossissement de 3,2. A ce niveau d'examen, aucune préparation de la surface n'est réalisée.



(a) 20 ppm

(b) 35 ppm



(c) 44 ppm

(d) 50 ppm

Figure III.6 : Etat de la surface de soudure des éprouvettes : D (haut, gauche); E (haut, droite); F (bas, gauche); G (bas, droite). D=20, E=35, F=44, G=50 ppm de bore respectivement

Les photographies de la figure III.6 correspondent respectivement à des éprouvettes dont la teneur en Bore est de 20, 35, 44 et 50 ppm. Pour une éprouvette à 20 ppm de Bore, nous n'observons à ce niveau de grossissement aucune fissure même de solidification. A 35 ppm de Bore (b), nous distinguons *a priori* deux types de fissure. La zone 1 présente des fissures

de solidification et la zone 2 des fissures *a priori* de liquation. Enfin, pour 44 et 50 ppm, nous n'observons à ce niveau de grossissement que des fissures par solidification. En conclusion sur cette première approche, nous notons que l'accroissement du taux de Bore favorise l'apparition des fissures de solidification qui se propagent perpendiculairement aux isothermes de solidification. Concernant les fissures de liquation, nous devons pousser l'analyse avec une recherche de celles-ci avec un grossissement plus important.



Figure III.7 : Des fissures par liquation pour la nuance F (44 ppm)

La figure III.7 présente des photographies pour un grossissement de 10 pour une éprouvette dont la teneur en Bore est de 44 ppm. L'analyse de la texture de la surface en terme de couleur nous permet de souligner l'apparition des fissures dans une zone qui a priori serait la zone affectée thermiquement et qui n'aurait donc pas atteint la fusion totale du matériau.

A ce stade, afin d'être plus affirmatif sur l'origine de ces fissures, nous devons faire des observations au Microscope Electronique à Balayage.

III.1.3.2. Exploitation au microscope électronique à balayage

La figure III.8 présente une image MEB d'une éprouvette avec une teneur en Bore de 44 ppm sous un grossissement de 8. Nous avons dans un but d'analyse positionné des lettres sur chaque fissure. Bien que les fissures P et Q, *a priori* de liquation, n'apparaissent pas sur cette image, nous avons indiqué leur position pour la suite de l'analyse.

De façon certaine, les fissures allant de F à N se trouvant dans une zone qui a fondu sont de type fissure de solidification. Pour les autres et tout particulièrement celles lettrées de A à C et de P à Q seraient plutôt des fissures de liquation. Pour s'en convaincre, nous avons réalisé des grossissements allant de 70 à 2500 et comparé la fissure K avec la fissure P soupçonnée être de liquation. La figure III.9 présente ces images.

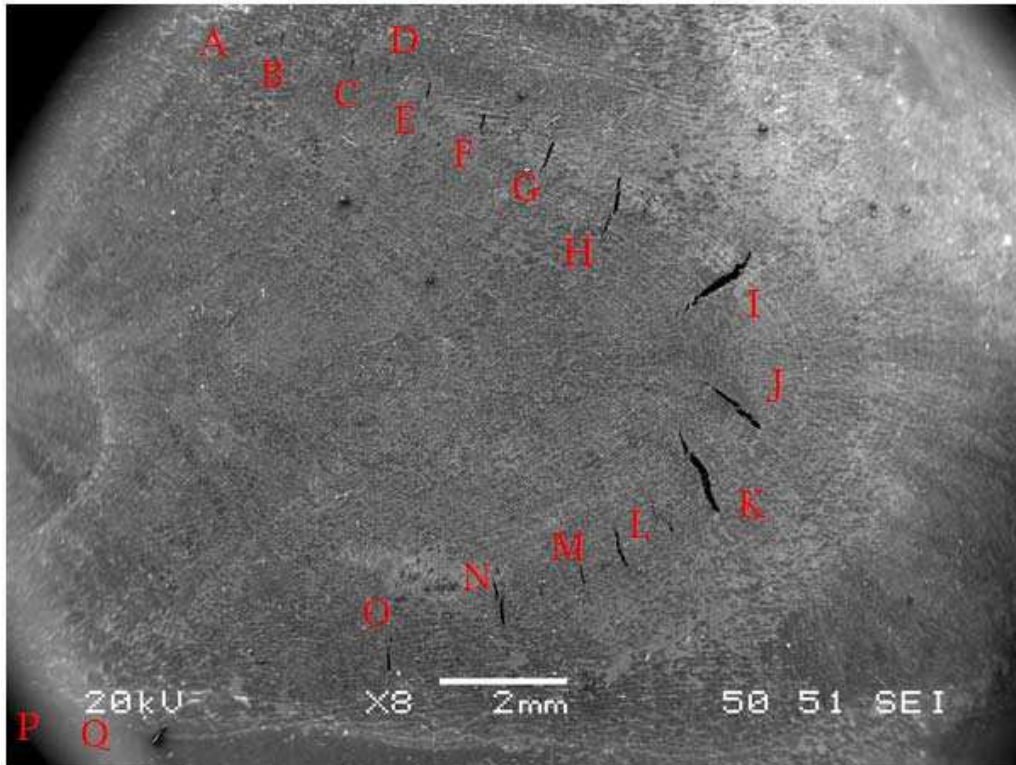
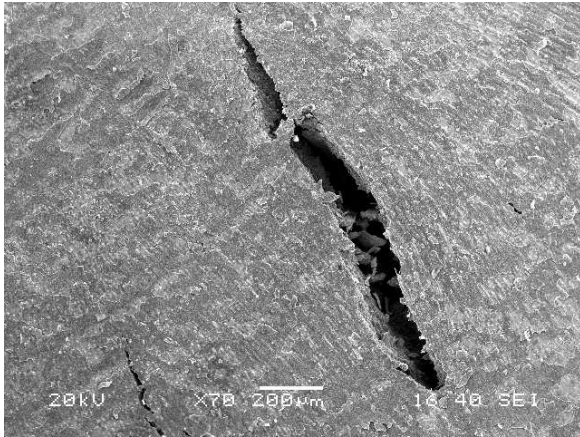


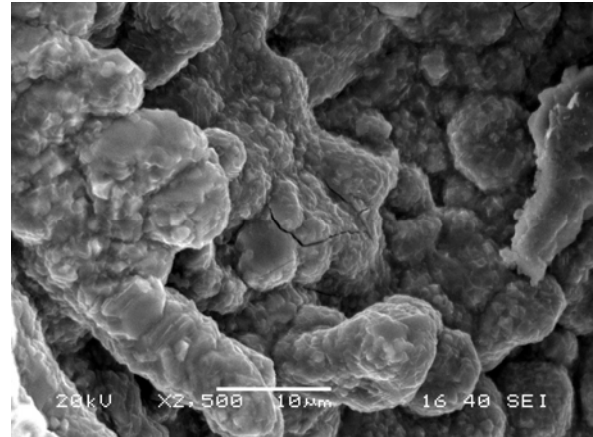
Figure III.8 : Fissures observées au MEB pour la nuance F (44 ppm de bore)

En réalité, l'analyse proposée dans le chapitre 1 montrait que la fissure par liquation pouvait être issue de composés eutectiques austénite/borure avec un bas point de fusion positionnés aux joints de grains. Les conséquences seraient donc de voir apparaître les fissures dans la zone affectée thermiquement. L'analyse des faciès de rupture et la comparaison des faciès pour des fissures d'origines différentes (fissure (K) de solidification et fissure (P) de liquation) doivent faire apparaître de réelles différences. Plus précisément, nous nous attendons à détecter une preuve de la trace liquide sur les faciès de rupture de la fissure P qui ne serait pas présente sur la surface de la fissure K. Pour la fissure P, la surface de rupture devrait être plus lisse.

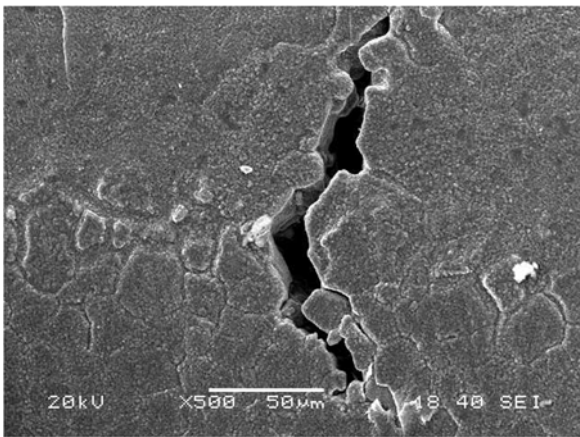
Nous avons constaté que le faciès de rupture de la fissure P semble, en effet, plus lisse que celui de la fissure K. Cependant, cette différence n'est pas suffisante pour confirmer la présence de la phase liquide. En fait, nous constatons la présence d'une couche d'oxyde couvrant les faciès de rupture nous empêchant de confirmer la présence de la phase liquide. Cette couche d'oxyde pourrait venir du fait que la protection gazeuse attachée à la torche ne peut donc pas protéger efficacement des fissures qui apparaissent lors du refroidissement.



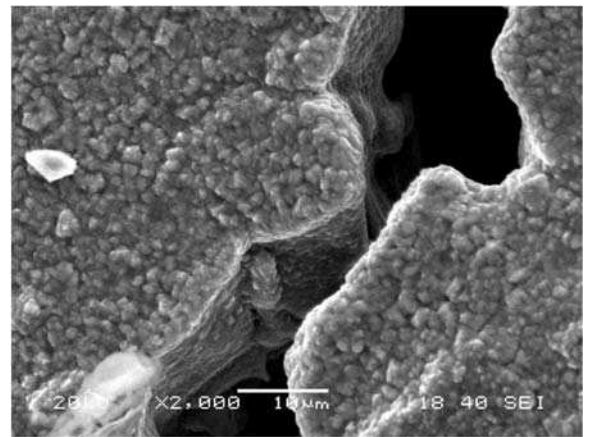
Fissure K (x70)



Fissure K (x2500)



Fissure P (x500)



Fissure P (x2000)

Figure III.9 : Comparaison de la fissure de solidification (fissure K) et la fissure soupçonnée de type liquation (fissure P)

III.1.3.3. Conclusion sur les essais Varestraint

L'analyse bibliographique et expérimentale à l'aide des essais Varestraint, montre que la teneur en bore joue un rôle primordial sur l'apparition des fissures par liquation dans la ZAT. Pourtant, l'essai Varestraint nous pose beaucoup de difficultés pour étudier l'effet simultané du chargement thermique (en relation avec la température de chute de ductilité du matériau) et du chargement mécanique sur le phénomène de Fissuration A Chaud. Les difficultés sont liées aux contraintes suivantes :

- L'essai Varestraint utilise généralement plusieurs niveaux de déformation définis par différents rayons du sabot, ce qui conduit à un nombre d'essais important. En

raison d'une quantité de matière limitée et un nombre de sabots réduit, notre étude des phénomènes liés à la Fissuration A Chaud par liquation reste limitée.

- Le pliage rapide à la fin du cycle thermique pose un problème sur la vitesse de déformation. En effet, le temps de pliage étant très court, la vitesse de déformation est très élevée, et donc irréaliste en comparaison avec celle d'un vrai soudage.
- Pour pouvoir étudier l'effet simultané des chargements thermique et mécanique, il est nécessaire d'utiliser la simulation thermomécanique. Dans le cas de l'essai Varestraint, la simulation du problème mécanique est délicate en raison du problème de contact entre l'éprouvette et le sabot et entre l'éprouvette et le galet. Cette difficulté vient du fait que les calculs convergent difficilement et que l'on doit introduire d'autres paramètres tels que le coefficient de friction des contacts ou, le contact thermique entre l'éprouvette et le bloc métallique ...etc.
- Il est difficile d'installer des thermocouples sur l'éprouvette Varestraint car il n'y a que peu de place disponible pour les capteurs. De plus, la face envers de l'éprouvette n'est pas disponible en raison du contact avec le sabot après le pliage. La face endroit a également peu de place pour des thermocouples en raison de l'encombrement du système de pliage.

Ainsi, l'essai Varestraint confirme le rôle négatif du bore de façon qualitative vis à vis de la Fissuration A Chaud, mais il ne permet pas de mettre en évidence clairement le phénomène de Fissuration A Chaud par liquation. Pour pouvoir étudier le problème de Fissuration A Chaud par liquation de manière quantitative, il nous faut un essai qui met en évidence le phénomène et règle les difficultés cités ci-dessus. Ainsi, l'essai PVR a été choisi dans cet objectif.

III.2. Essai PVR

L'essai PVR (Programmierter-Verformungs-Riß Versuch) est un essai de fissuration à chaud sous sollicitation extérieure de traction longitudinale développé par la société Boehler en Autriche dans les années 70. Cet essai est aussi standardisé dans la norme ISO 17641-3 [60].

III.2.1. Principe de l'essai PVR

L'essai PVR est donc un essai de traction couplé à une ligne de fusion TIG. Il consiste à réaliser une ligne de soudure avec une vitesse d'avance constante $V_{soudage}$ en parallèle d'une traction dont la vitesse de déformation V_{PVR} augmente linéairement avec le temps jusqu'à une vitesse V_{max} . La figure III.10 montre un schéma de l'essai PVR ainsi que la dépendance de la vitesse du vérin en fonction du temps.

L'essai PVR a un fort intérêt par rapport à l'essai Varestraint car il règle les difficultés que l'on a rencontrées. En effet, il permet de modifier progressivement le niveau de déformation de manière contrôlée au cours de soudage. Il évite le problème de vitesse de déformation extrême

et facilite la simulation du problème mécanique en évitant les contacts et leur variation. Enfin, il possède une large zone où l'on peut installer des thermocouples sur les faces endroit et envers.

Contrairement à l'essai Varestraint, pour chaque matériau, il suffit de réaliser un seul essai PVR pour alimenter la simulation numérique. En effet, bien que le chargement thermique soit défini constant (vitesse de déplacement et puissance de la torche définies constantes), le niveau de chargement mécanique progresse linéairement en fonction du temps (et donc en fonction de la position de la torche). Ainsi, connaissant la position d'une fissure ($L_{première\ fissure}$), on peut en déduire le chargement appliqué au moment où cette fissure apparaît. Cet essai est donc très utile pour la simulation numérique et pour la détermination du critère.

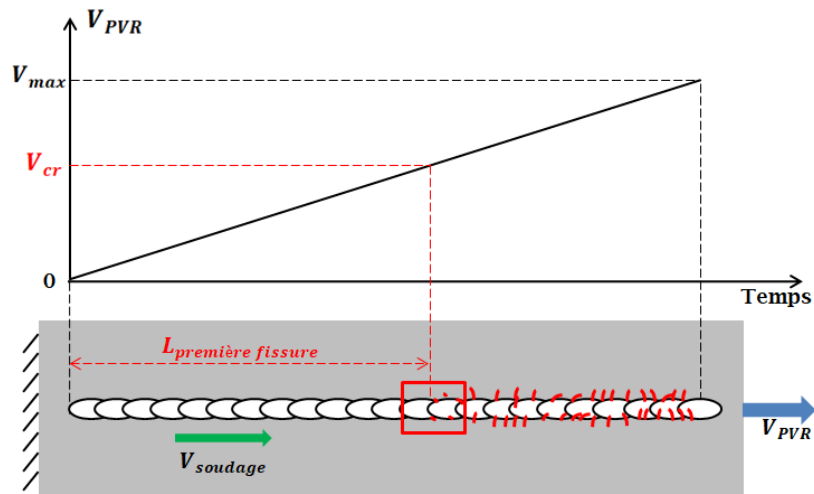


Figure III.10 : Schéma de l'essai PVR

III.2.2. Procédure expérimentale

Les essais PVR ont été réalisés dans le cadre d'une collaboration entre AREVA NP (site de saint Marcel) et EDF (site de Chatou). Ils se sont déroulés en mars 2017.

III.2.2.1. Prélèvement et préparation des éprouvettes

L'essai PVR a été utilisé pour étudier 4 nuances de matériau contenant respectivement 20 (D), 35 (E), 39 ou 44 (F) et 50 ppm (G) de Bore. Pour chaque nuance, un essai a été réalisé. De plus, nous avons usiné 3 éprouvettes contenant 2 ppm (A) de bore dont une a été équipée de thermocouples pour l'estimation des paramètres de la source de soudage. La géométrie de l'éprouvette PVR est définie à la figure III.11 où nous retrouvons aussi la position des thermocouples.

Nous avons réalisé ensuite un polissage sur la face destinée à la ligne de soudure, puis défini un repère : un trait de départ et un trait de fin de soudure espacés de 180mm.

Ainsi, nous avons usiné 8 éprouvettes :

- 2 éprouvettes (2 ppm de Bore) utilisées pour la calibration des paramètres
- 1 éprouvette (2 ppm de Bore) équipée de thermocouples
- 5 éprouvettes (1 de 20 ppm, 1 de 35 ppm, 1 de 39 ou 44 ppm, 1 de 44 ppm et 1 de 50 ppm)

III.2.2.2. Instrumentation thermique

Conformément à l'introduction générale de l'essai PVR, cet essai est choisi dans l'objectif de fournir une approche numérique. Afin de pouvoir simuler les aspects thermiques et mécaniques de l'essai PVR et de déterminer un critère de Fissuration A Chaud, nous avons installé 5 thermocouples sur la face endroit et 9 thermocouples sur la face envers sur l'une des éprouvettes contenant 2 ppm de bore (figure III.11).

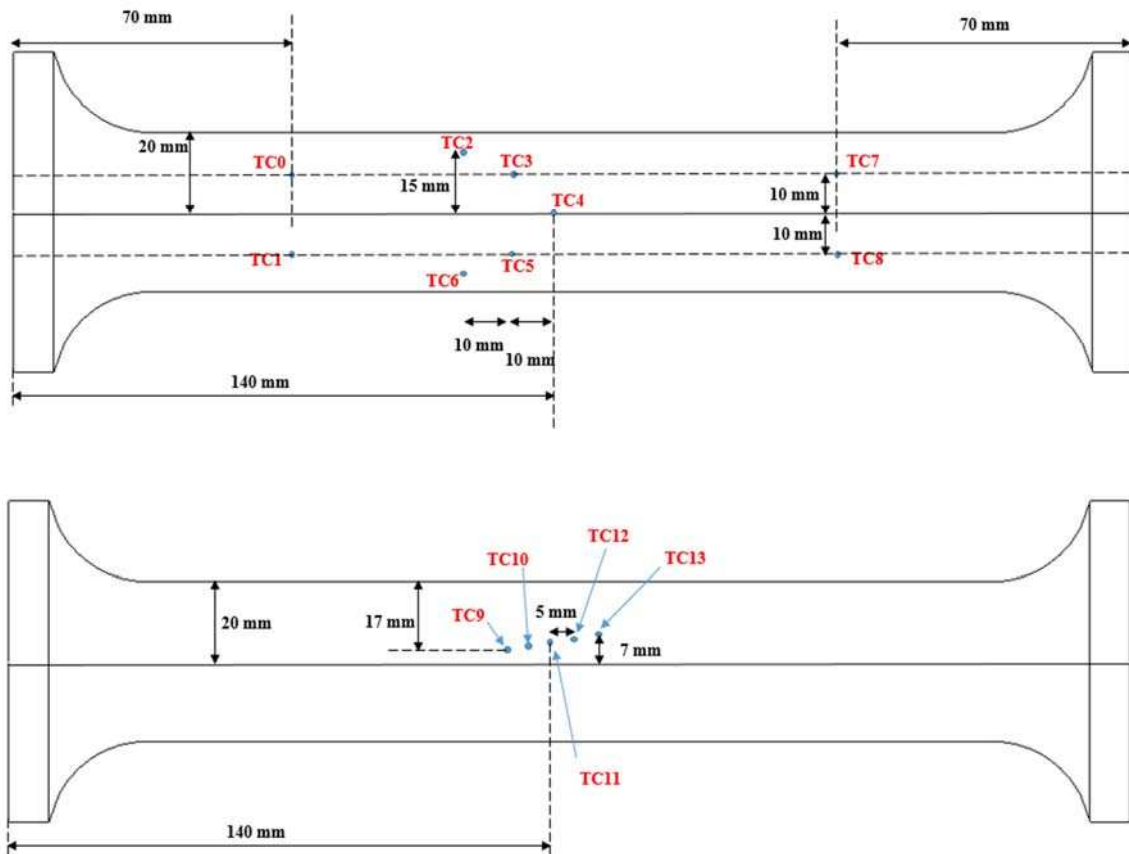


Figure III.11 : Plan des thermocouples installés sur la face envers (haut) et endroit (bas)

III.2.2.3. Instrumentation vidéo

Une acquisition vidéo a été réalisée en face endroit pour chaque éprouvette testée. L'objectif ici est d'observer la zone d'amorçage des fissures.

Cette instrumentation vidéo a été effectuée en couplant une caméra CCD classique à un laser de classe 4 CAVILUX. Ce type d'instrumentation visuelle est utilisé pour contrer la luminosité de l'arc de soudage par un laser plus puissant, et observer la zone en filtrant la longueur d'onde du laser.

III.2.2.4. Réalisation des essais

La figure III.12 présente une image du montage réalisé au centre de recherche d'AREVA à saint Marcel. Nous retrouvons sur cette photographie les différents éléments de l'expérience (thermocouples, la caméra rapide et son éclairage, la machine de traction ainsi que la torche de soudage TIG).

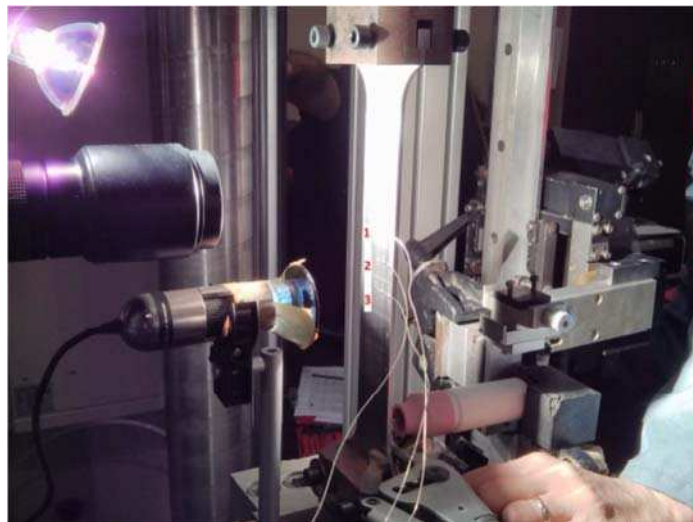


Figure III.12 : Photographie du montage PVR (14^{ième} colloque SNS - 2016 - S. Morville)

Pour chaque essai, nous avons quatre paramètres principaux à définir. Tout d'abord, les paramètres de soudage sont la tension de soudage de 8.4 V, le courant de 81 A et la vitesse d'avance de la torche de 2mm/s. Ces paramètres étant fixés, *a priori*, la vitesse maximale de traction est un paramètre déterminé selon le type de matériau et le type de Fissuration A Chaud recherché. Nos trois éprouvettes de test contenant 2 ppm de bore servent donc à déterminer ce paramètre.

Nous avons effectué le premier essai avec la vitesse maximale de traction de 30 mm/min. Nous avons trouvé que les fissures apparaissaient trop tôt (vers 60mm après le début de la ligne de fusion) malgré la faible teneur en Bore de l'éprouvette. Pour les teneurs en Bore plus élevés, les fissures apparaissant normalement encore plus tôt, nous devons choisir une vitesse

maximale de traction plus faible. Pour le deuxième essai, nous avons choisi une vitesse de traction maximale de 25mm/min. Dans ce cas, les fissures sont apparues encore trop tôt à environ à 80mm du début de la ligne de fusion. Pour le dernier essai de test, nous avons réduit encore cette vitesse à 20mm/min et obtenu le début des fissures à une cote de 100 mm. Nous avons donc validé la vitesse maximale de traction à 20mm/mn. De plus, cette approche a permis de séparer les zones où apparaissent les fissures issues de la fissuration par liquation (zone inférieure à 100 mm) des zones où les fissures par manque de ductilité et de solidification apparaissent (zone supérieure à 115 mm). En complément, pour cet essai, 14 thermocouples ont été installés sur les deux faces (figure III.11).

Ainsi, le tableau III.2 résume les paramètres de nos essais :

Tension de soudage (Volt)	8.4
Courant de soudage (Ampère)	81
Vitesse de la torche (mm/s)	2
Vitesse maximale de traction (mm/min)	20

Tableau III.2 : Paramètres des essais PVR

Pour cette campagne d'essais, 8 éprouvettes ont été utilisées. Les premières avec un taux de Bore faible (2 ppm) ont permis de définir les paramètres. Ensuite, les éprouvettes, avec des taux de Bore allant de 20 à 50 ppm, ont servi à l'analyse de la fissuration. Le tableau III.3 rappelle les désignations et les épaisseurs de ces éprouvettes.

	Désignation	Nuance	Teneur en bore (ppm)	Epaisseur (mm)
Pièce n°1	T301-C4	D	20	2.91
Pièce n°2	T302-C6	E	35	2.95
Pièce n°3	T303-C5	G	50	2.99
Pièce n°4	T304-C2	F2	44	2.96
Pièce n°5	T304-A ou B 4	F1	39 ou 44	2.67
Pièce n°6	B508-2	A	2	2.99
Pièce n°7	B508-3	A	2	2.91
Pièce n°8	B508-5	A	2	2.97

Tableau III.3 : Désignations et épaisseurs de différentes éprouvettes PVR

En raison d'une épaisseur différente, la pièce n°5, T304 - B4 (F1) ne sera pas exploitée.

III.2.3. Exploitation des essais PVR

Pour les essais PVR et dans l'optique de la simulation de cet essai, nous devons pouvoir définir les chargements thermique et mécanique. Le chargement thermique est défini d'une part par l'apport énergétique lié à la source de chaleur et, d'autre part, par les caractéristiques thermophysiques et les conditions aux limites. Sachant que nous travaillons sur un modèle équivalent, il est important de caractériser une source thermique équivalente ne modélisant pas réellement ni la mécanique des fluides, ni la physique du plasma liée à l'interaction entre la torche et la matière. Ainsi, et au regard de la littérature, nous avons fait le choix d'une source équivalente de type Goldak qui cherche à définir les transferts par diffusion à travers la ZAT et dans le matériau de base. Une instrumentation a ainsi été définie. Le chargement mécanique est quant à lui géré par la programmation du vérin de traction où la vitesse de traction passe de 0 à 20 mm/min de façon linéaire.

III.2.3.1. **Exploitation de l'essai 3 de calibration : données des thermocouples, de la caméra rapide et de la macrographie**

Dans un premier temps, les thermocouples ont été positionnés afin de pouvoir quantifier les phénomènes de diffusion dans les trois directions. Une instrumentation face endroit et face envers semble *a priori* suffisante au regard de l'épaisseur de l'échantillon. Le tableau III.4 présente le positionnement des thermocouples. Cette partie d'instrumentation a été réalisée par le centre de recherche d'AREVA. La figure III.13 présente la face envers après l'essai PVR.

Numéro du thermocouple de type K (d= 125µm)	X (mm)	Y (mm)	Z (mm)
TC0	-70	10	-1.5
TC1	-70	-10	-1.5
TC2	-20	15	-1.5
TC3	-10	10	-1.5
TC4	0	0	-1.5
TC5	-10	-10	-1.5
TC6	-20	-15	-1.5
TC7	70	10	-1.5
TC8	70	-10	-1.5
TC9	-10	3	1.5
TC10	-5	4	1.5
TC11	0	5	1.5
TC12	5	6	1.5
TC13	10	7	1.5

Tableau III.4 : Positionnement des thermocouples (repère défini sur un point central de l'éprouvette)

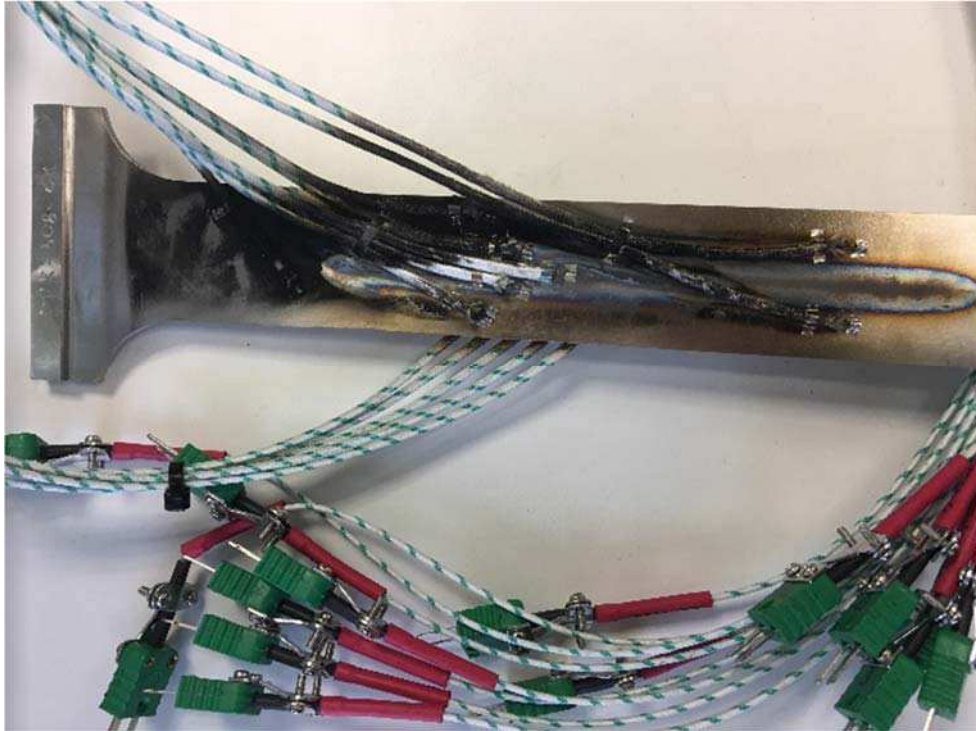


Figure III.13 : Face envers après l'essai PVR

Concernant les paramètres d'acquisition, nous avons une fréquence de 120Hz et aucun problème majeur ne s'est déroulé lors de cette acquisition. La figure III.14 présente les évolutions de températures de tous les thermocouples. L'allure de ces thermogrammes semble correcte. Cependant, sur certaines mesures, nous notons des montées en température avant l'arrivée de la torche. L'examen de ces mesures se fera à travers l'estimation de la source de chaleur utilisée dans la simulation du prochain chapitre.

En complément, nous pouvons noter que les niveaux maximum atteints par les différents thermocouples s'échelonnent entre 250°C et 1100°C, démontrant la possibilité de décrire les gradients de température dans les différentes directions de diffusion.

Pour l'estimation de la source équivalente, nous pouvons aussi nous appuyer sur deux autres types d'information : le film relevé par une caméra rapide et permettant de définir la forme du bain en surface et la macrographie obtenue à la suite de la coupe de l'éprouvette.

Ainsi, les images de la caméra rapide permettent d'une part de définir la forme du bain en surface et, d'autre part, la zone d'amorçage des fissures. D'après les films, il semble que les fissures apparaissent dans la ZAT très proche de la zone fondue et qu'elles sont perpendiculaires à la ligne de fusion. En revanche, en raison de l'éblouissement de la source LASER, nous ne pouvons pas déterminer si ces fissures apparaissent au chauffage ou au refroidissement. La figure III.15 présente une image extraite des films.

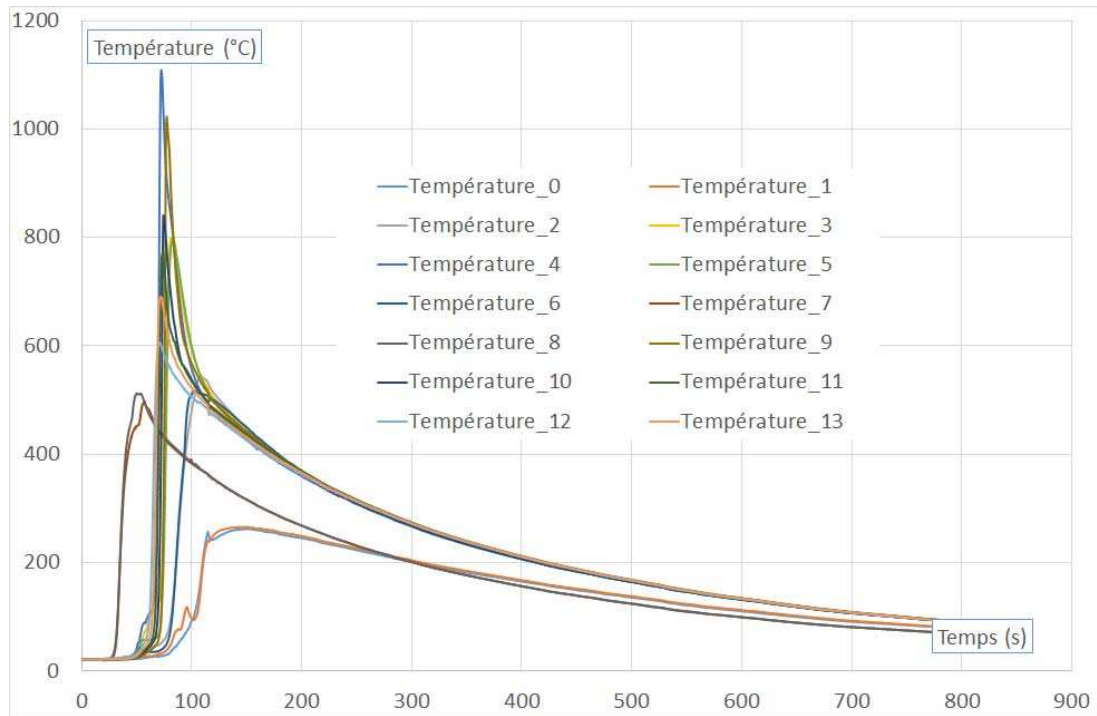


Figure III.14 : Evolution de températures de tous les thermocouples

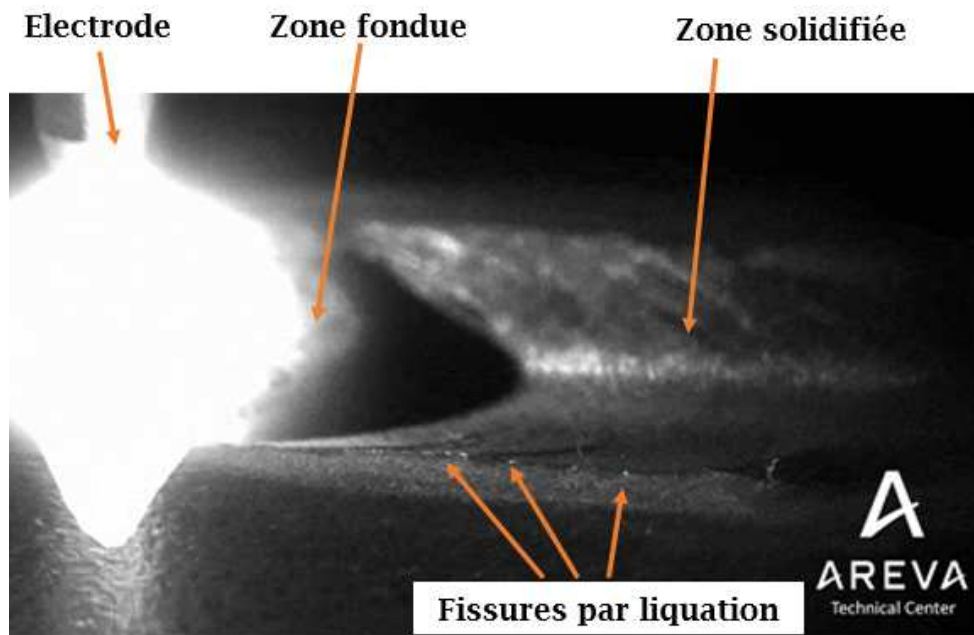
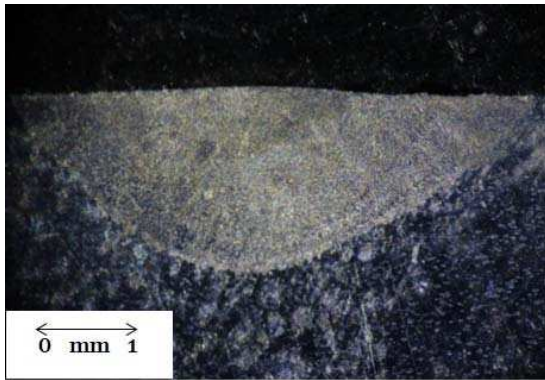


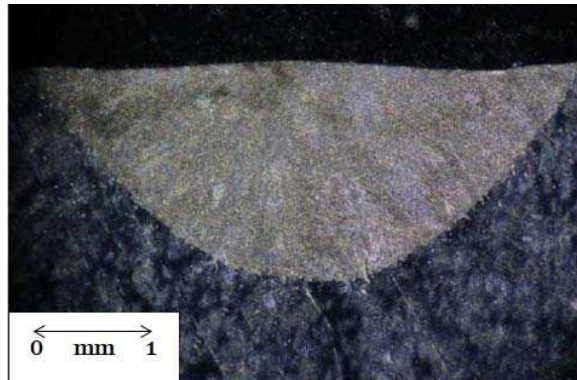
Figure III.15 : Observation de la zone de fissure à l'aide de la caméra

Enfin, après l'essai, il est possible de redécouper l'éprouvette dans le sens transverse et obtenir une macrographie qui nous permet de positionner la limite atteinte par la zone fondue.

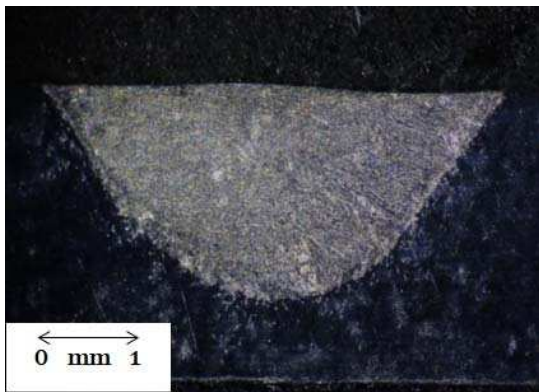
La figure III.16 présente des images de macrographie de la section transversale de l'éprouvette de nuance A après essai à différentes distances vis-à-vis du départ de l'essai.



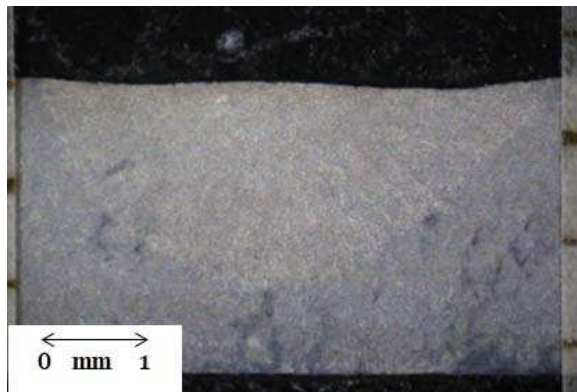
3 cm



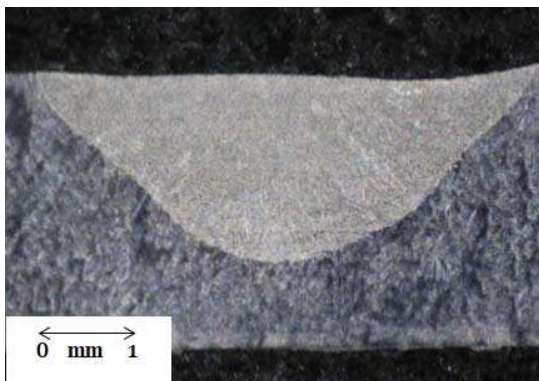
6 cm



9 cm



12 cm



15 cm

Figure III.16 : Macrographie de la section transversale de l'éprouvette PVR après l'essai à différentes distances du point de départ (positions)

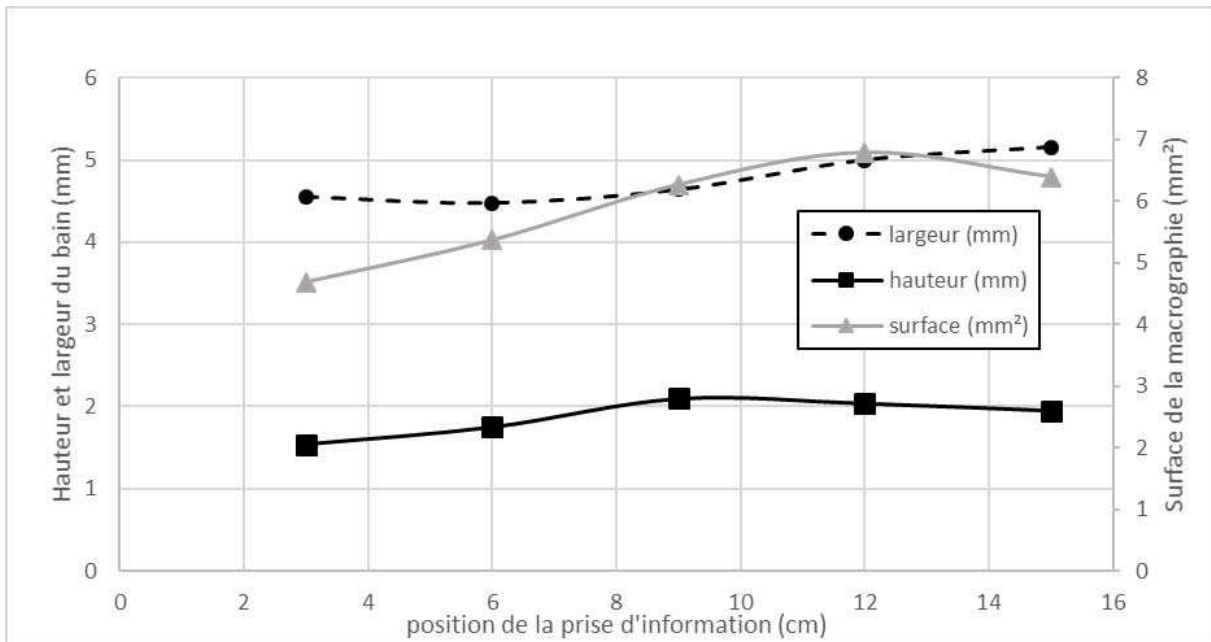


Figure III.17 : Variation de la forme et des dimensions du bain de fusion par rapport à la position de la prise d'information

Nous constatons que la largeur ne varie pas beaucoup dans les 100mm où apparaissent les premières fissures. En revanche, la profondeur et la surface augmentent en fonction de la position de la prise d'information jusqu'à 100 mm puis se stabilisent.

La forme et la dimension du bain varient en fonction de la hauteur de la prise d'information mais elles varient également d'une nuance à l'autre. La figure III.18 compare un bain de la nuance A (matériau industriel) et celui de la nuance F (matériau synthétique) à la position de 9 cm.

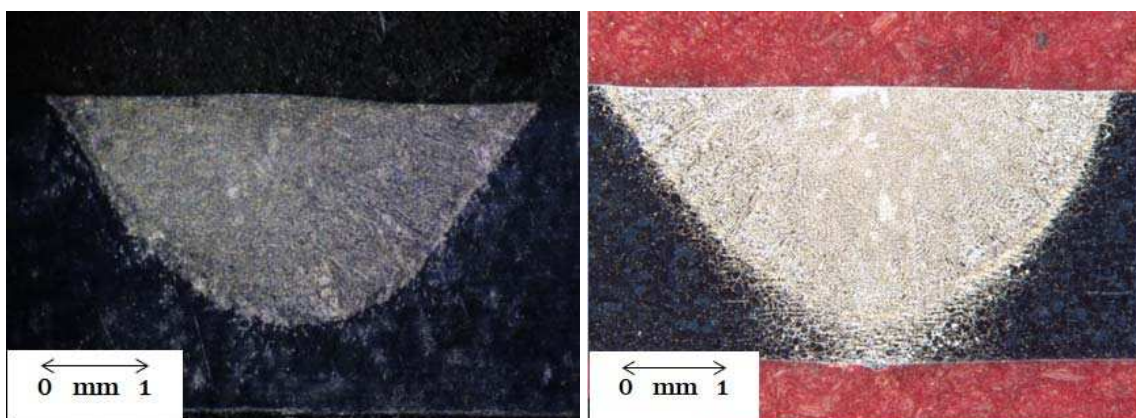


Figure III.18 : Bain de fusion de la nuance A (gauche) et F (droite)

Nous constatons que la profondeur du bain de la nuance A est inférieure à celle de la nuance F à la même hauteur de prise d'information. En revanche, cette différence n'est pas très importante malgré une épaisseur de la nuance F (F1) de 2,67 mm pour une épaisseur de 2,91

mm de la nuance A (B508 - 3). Ces deux bains ont la même forme. Comme l'éprouvette de la nuance A est équipée des thermocouples, la modélisation sera effectuée sur cette éprouvette dans le prochain chapitre.

En conclusion, cet essai va être exploité à travers les mesures de température, la forme du bain en surface (limite de la zone fondue dans le plan longitudinal) et la forme de la macrographie dans le plan transverse. Ces données doivent dans le chapitre prochain permettre d'estimer les paramètres de la source (modèle) équivalente.

III.2.3.2. Exploitation des essais 4 à 8 : Identification des fissures

Le travail d'analyse autour des essais PVR est de rechercher les zones et le positionnement des fissures de liquation. En théorie, plus la teneur en Bore est grande, plus les fissures vont apparaître tôt vis-à-vis de l'évolution de la torche et de l'effort de traction. L'étalonnage étant réalisé sur un échantillon avec une teneur en Bore de 2 ppm, avec une zone de fissuration débutant à 100mm, nous allons théoriquement retrouver, pour des teneurs en Bore plus élevées, les débuts de la zone de fissuration entre 0 et 100mm.

L'exploitation des essais porte sur 4 éprouvettes (1 de 20 ppm, 1 de 35 ppm, 1 de 44 ppm et 1 de 50 ppm) et nous recherchons les fissures en surface au cours des essais. Pour ce travail, deux méthodes d'exploitation sont employées :

- La première est une méthode classique de contrôle non destructif : le ressuage. Une des difficultés de cette méthode est qu'elle ne permet pas de distinguer les fissures par manque de ductilité des fissures de ségrégation (exemple de ressuage - figure III.19 - cette éprouvette n'est pas dans le lot des éprouvettes de l'étude). La zone où les fissures apparaissent est caractérisée par une distance comprise entre 0 et 100mm et donc uniquement une sensibilité générale à la fissuration à chaud. Nous pouvons souligner que le seuil de détection est plus faible que celui obtenu avec des observations à la loupe binoculaire. L'observation des images de ressuage des échantillons permet cependant de noter qualitativement l'augmentation du taux de fissures avec celle du taux de bore..

- La seconde méthode consiste à faire des observations à la loupe binoculaire avec un grossissement x35 : avec cette méthode, l'observation des fissures permet de distinguer les différents types de Fissuration A Chaud.

La première phase d'analyse conduit à définir trois distances caractéristiques :

- la distance à laquelle la première fissure se forme
- la distance à partir de laquelle sont observées 3 fissures sur 10 mm

- la distance à partir de laquelle sont observées 9 fissures sur 10 mm

Ces deux dernières distances intègrent donc une notion de densité linéique.

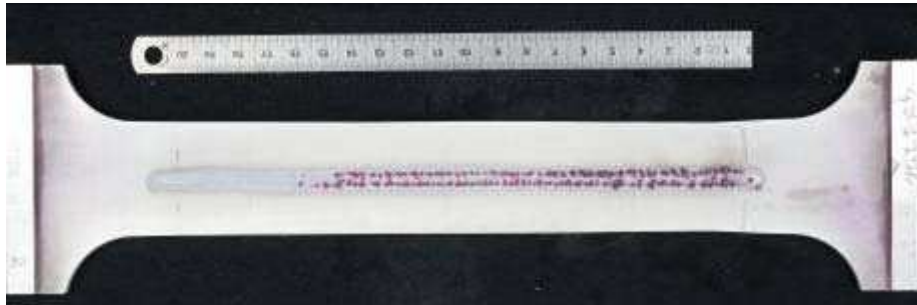


Figure III.19 : Exemple de mesure des distances sur une éprouvette (document AREVA)

Dans notre cas, pour déterminer ces distances, nous avons utilisé la méthode d'observation à la loupe binoculaire. La figure III.20 montre la dépendance de ces distances par rapport à la teneur en bore. Sur cette figure, nous retrouvons d'une part, en abscisse, la teneur en Bore et donc les quatre essais et, d'autre part, trois courbes en lien avec les trois distances relevées.

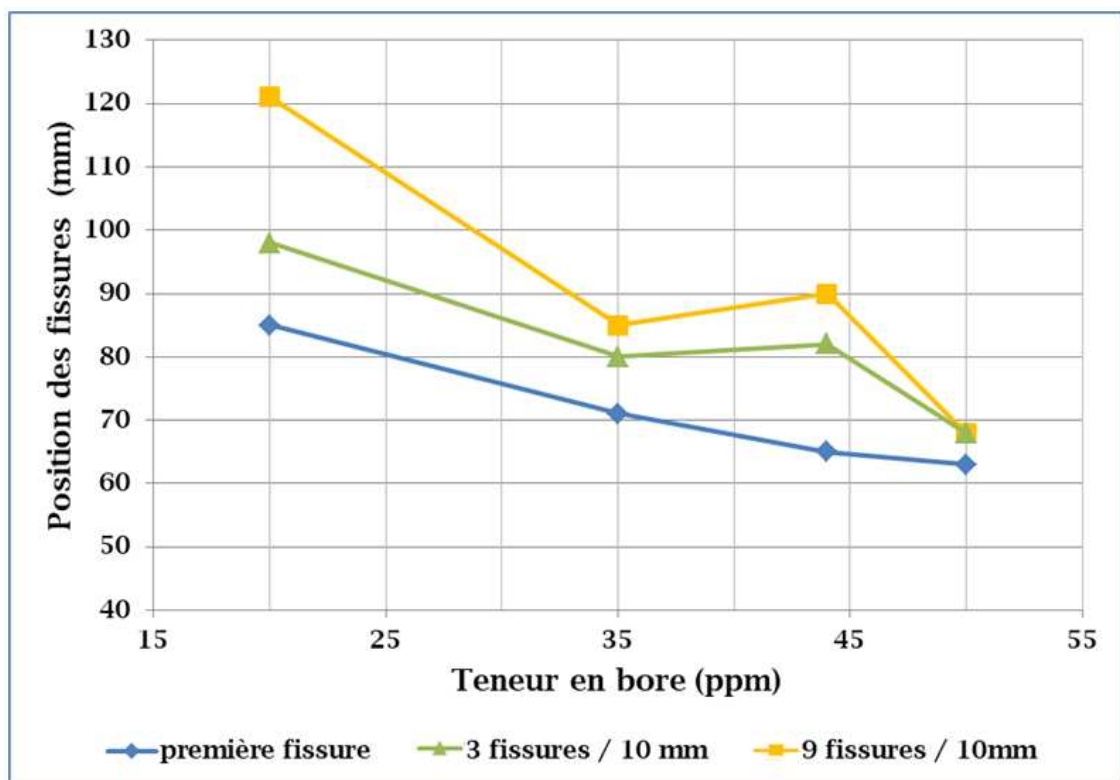


Figure III.20 : Distances mesurées en fonction de la teneur en bore

Nous constatons qu'effectivement le bore a une influence négative sur le phénomène de Fissuration A Chaud. Les distances relevées pour l'apparition de la première fissure sont bien entre 0 et 100 mm. Ainsi, plus la teneur en bore est élevée, plus les fissures apparaissent tôt,

autrement dit, plus les fissures apparaissent à faible niveau de chargement. La figure III.21 présente l'évolution de la force ainsi que l'allongement en fonction de la distance « réelle » parcourue par la torche. Une force initiale de 5 kN est appliquée sur l'éprouvette avant l'essai. La difficulté ici réside dans la définition du départ de la torche de soudage. En considérant une évolution de la force au moment où la torche passe la première ligne, nous pouvons tracer un graphe où la force est positionnée de façon relative vis-à-vis de l'avancée de la torche. Pour cela, l'allongement est soustrait de la distance réelle parcourue. La figure III.22 présente le résultat. Nous pouvons noter comme ce qui apparaît sur la photographie de l'éprouvette (figure III.23) que la manipulation avec la torche de soudage débute à environ 10 mm avant la ligne de départ et qu'elle se termine à environ 5 mm après la ligne de fin située initialement à 180 mm du départ. La connaissance précise de ces informations est importante car elle nous permettra dans le chapitre de modélisation de pouvoir caractériser la force au moment du début de la fissuration. Pour ce faire, nous avons réalisé une mesure par analyse d'image de l'éprouvette. La figure III.23 présente le résultat de cette analyse. En effet, la torche de soudage démarre 9 mm avant la ligne de départ et s'arrête à 3 mm après la ligne d'arrivée. La distance entre ces deux lignes est 197mm après essai, c'est-à-dire 17 mm plus longue que celle avant essai. Or, cette différence correspond à peu près à celle de l'allongement maximal qui est de 19 mm. En fait, elle est un peu plus courte car l'allongement maximale correspond à la distance entre deux vérins de traction et non pas à celle entre la ligne de départ et la ligne d'arrivée. Ainsi, nous pouvons déterminer par exemple la force appliquée lorsque la torche de soudure passe la position de la première fissure.

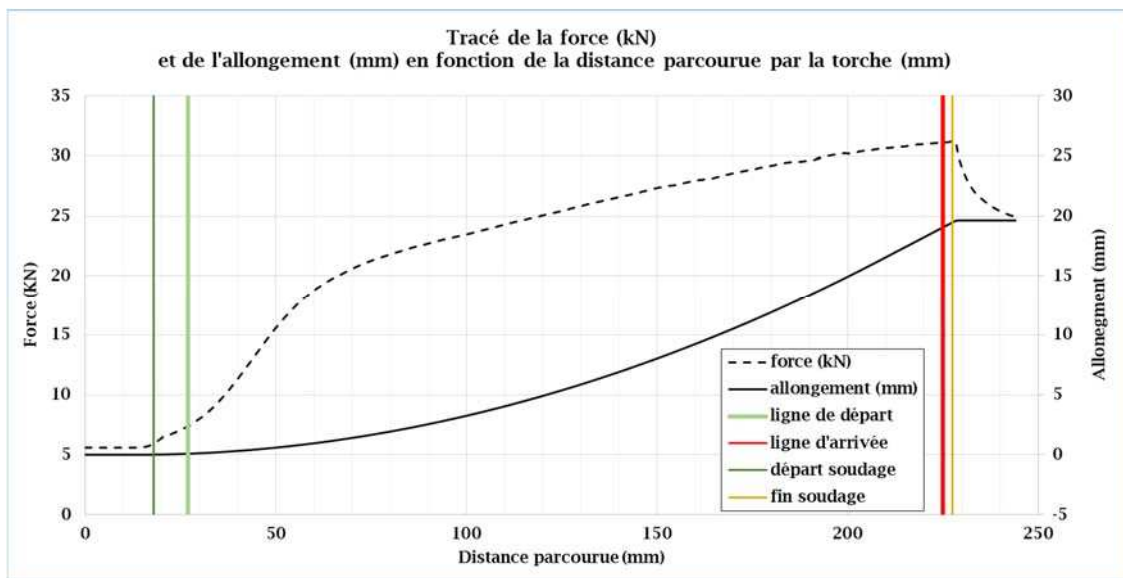


Figure III.21: Force et allongement en fonction de la distance parcourue (nuance A)

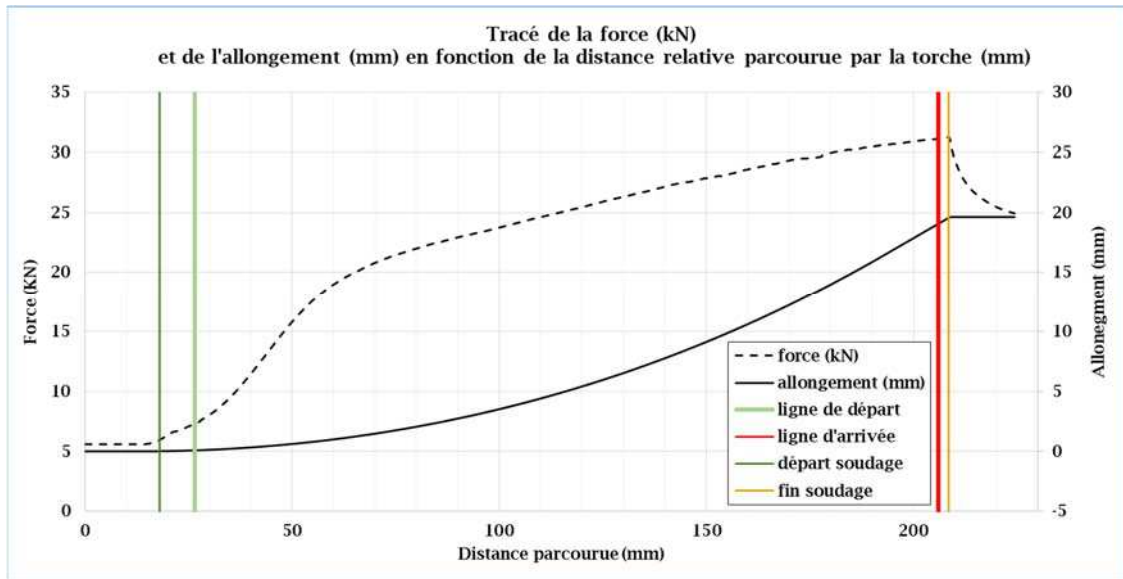


Figure III.22 : Force et allongement en fonction de la distance relative parcourue (nuance A)

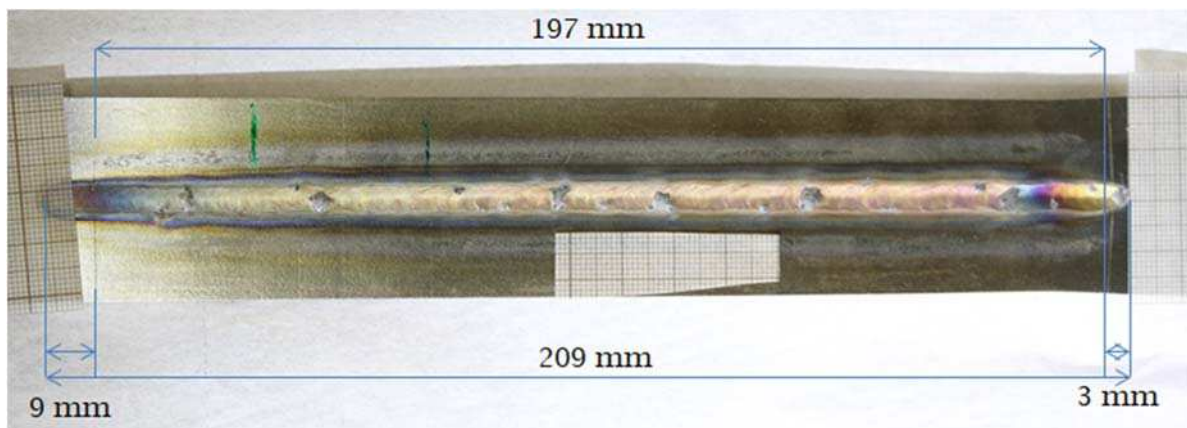


Figure III.23 : Détermination des positions de départ et d'arrivée de la torche

Le travail sur les éprouvettes « PVR » s'est orienté sur l'analyse des fissures. La figure III.24 montre le résultat de l'observation pour différents teneurs en bore à l'aide de la loupe binoculaire. Nous n'avons pas observé de fissure de solidification dans la zone fondue. Des fissures très petites semblent apparaître dans la ZAT pour toutes les teneurs en Bore. Elles sont perpendiculaires à la ligne de fusion. Ces fissures semblent être très proches de la zone fondue pour les nuances 20 ppm, 35 ppm et 44 ppm. En revanche, quelques fissures semblent être plus éloignées de la zone de fusion que d'autres fissures pour la nuance 50 ppm.

Rappelons que l'essai PVR est certes, un essai pour lequel on utilise une vraie source thermique de soudage, cependant, les efforts mécaniques sont en revanche différents de ceux d'un vrai soudage (chargement externe). Dans tous les cas, sous chargement externe de plus en plus intense, les fissures apparaissent quelle que soit la teneur en bore. Par contre, l'importance

réside dans le moment d'apparition de ces fissures, ou plus précisément le niveau de contraintes moyennes dans la section au moment de l'apparition de ces fissures. En effet, plus le niveau de contraintes moyennes dans la section est important; plus le risque de la fissuration à chaud par liquation est élevé.

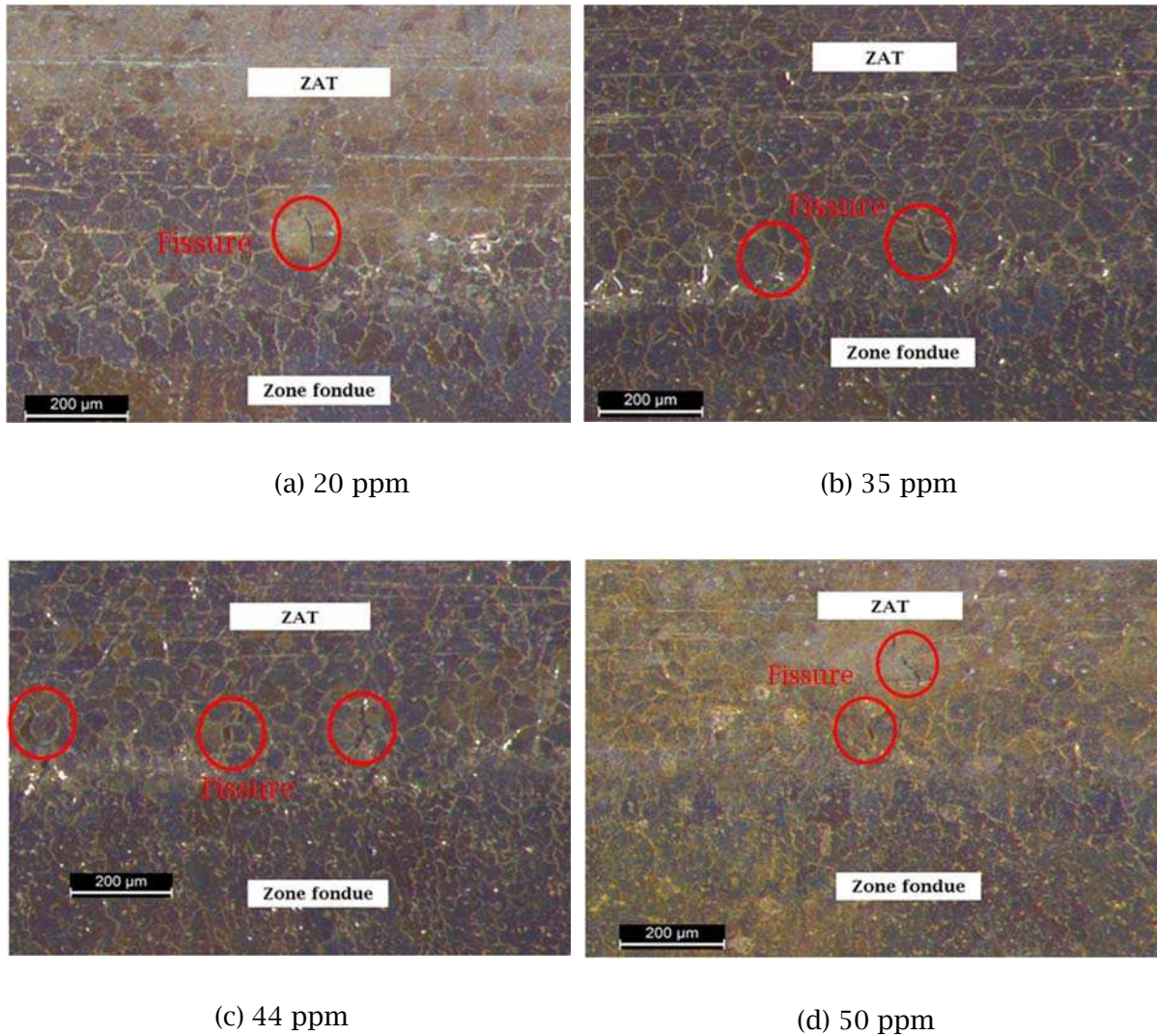


Figure III.24: Fissures observées à la binoculaire pour différentes teneurs en Bore

Ainsi, nous avons mis en évidence le rôle du bore sur le phénomène de Fissuration A Chaud à l'aide de l'exploitation à la binoculaire des éprouvettes PVR. En revanche, nous ne pouvons pas déterminer le type de Fissuration A Chaud de nos fissures. Pour ce faire, nous devons exploiter les zones fondues et affectées thermiquement avec des analyses métallographiques.

III.2.3.3. Analyse métallographique

La première analyse a montré que les fissures sont perpendiculaires à la ligne de fusion et qu'elles semblent se trouver dans la ZAT. Afin de valider cette hypothèse et surtout de confirmer que ce sont des fissures par liquation, nous cherchons à vérifier que les fissures se trouvent aux joints de grains. Pour ce faire, nous avons besoin d'une méthode permettant de distinguer la zone fondue de la ZAT. Or, nous savons par la littérature que les grains de la zone fondue ont été reformés lors de la solidification et qu'ils ont une structure différente de ceux de la ZAT. Nous avons donc décidé d'utiliser une analyse métallographique avec une attaque oxalique permettant de distinguer la zone fondue et la zone affectée thermiquement. L'expérience a été réalisée seulement pour la nuance de 44 ppm. Un échantillon de dimensions 10mm×10mm×3mm a été prélevé dans la zone de l'éprouvette PVR où les fissures apparaissent. La face d'observation est la face endroit. L'échantillon a été enrobé, puis poli jusqu'à un niveau de rugosité de 250 nm (Notons que ce polissage enlève environ 200 µm de la surface de l'échantillon). Ils ont été ensuite, après attaque, observés à la binoculaire pour mettre en évidence des fissures. La figure III.25 montre le résultat de cette observation.

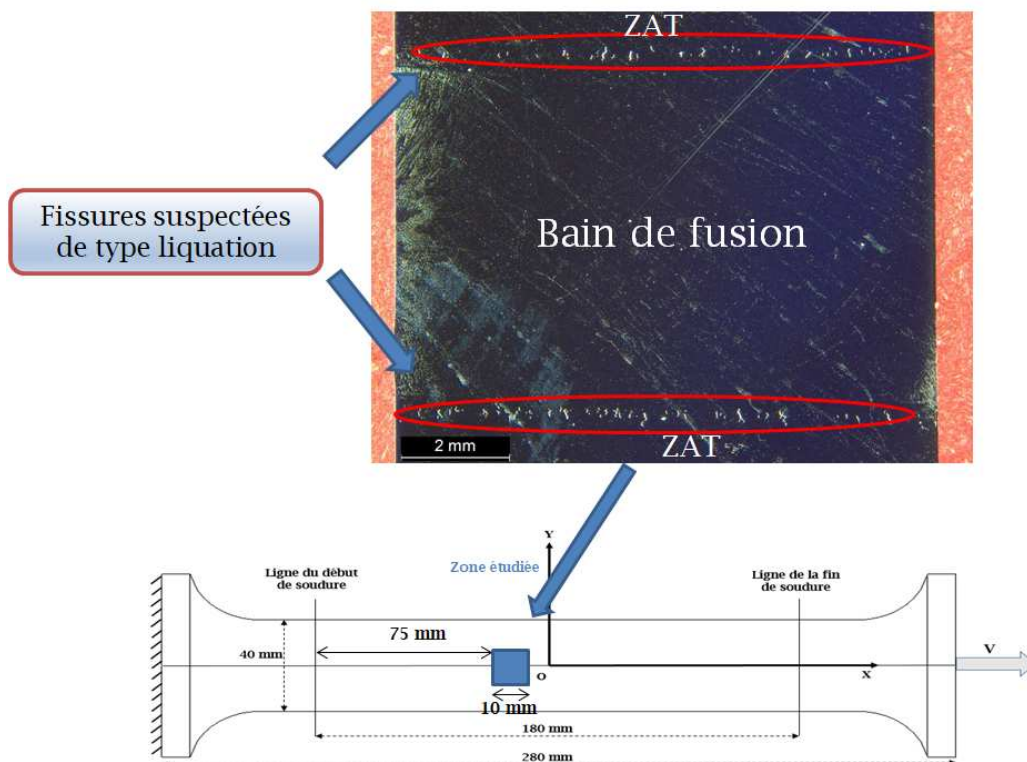


Figure III.25 : Observation à la binoculaire sans attaque chimique

Nous voyons bien deux lignes de fissures parallèles à la ligne de fusion. De plus, sur chaque ligne, les fissures apparaissent en général perpendiculaires à la ligne de fusion. En complément, afin de positionner ces fissures vis-à-vis de la zone de fusion, une attaque électrochimique en utilisant la solution oxalique est réalisée sur trois échantillons à 3

positions différentes 7 cm, 8 cm et 9 cm, sous une tension électrique de 1.7 V pendant 90 secondes. Ensuite, ces échantillons ont été observés de nouveau à la binoculaire. Les figures III.26 et III.27 montrent le résultat de cette expérience.

Nous pouvons faire les constatations suivantes :

- Nous retrouvons bien les deux lignes de fissures identifiées ci-dessus.
- Nous distinguons très clairement la zone fondue de la ZAT. La structure des grains dans la zone fondue a été reformée lors de la solidification. En revanche, les grains dans la ZAT gardent leur structure initiale (zone lointaine de la zone fondue) mais grossissent par rapport à ceux observés dans les zones plus lointaines (cohérent avec la littérature).
- Les fissures ont lieu effectivement dans la ZAT très proche de la zone fondue (300 μm de la zone fondue au maximum - figure III.27). De plus, elles se localisent dans des joints de grains et dans une direction à peu près perpendiculaire de la ligne de fusion. Cette visualisation confirme bien que ces fissures sont des fissures par liquation.
- Nous avons vu dans le chapitre 2 à l'aide de la technique SIMS que le bore se situe en forte concentration aux joints de grains. Or, nous avons également vu dans cette section que le bore même à très faible teneur peut changer la position des premières fissures de liquation aux joints de grains. Nous pouvons donc confirmer que le bore est responsable de ces fissures.

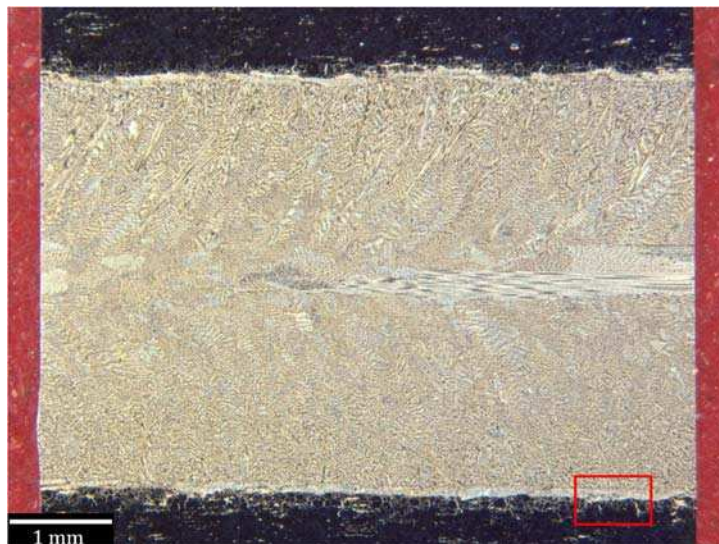


Figure III.26 : Observation à la binoculaire avec attaque oxalique

Le fait que ces fissures se trouvent dans la ZAT très proche de la zone fondue prouve que la température maximale du cycle thermique au niveau de ces fissures est assez proche de la température de solidus.

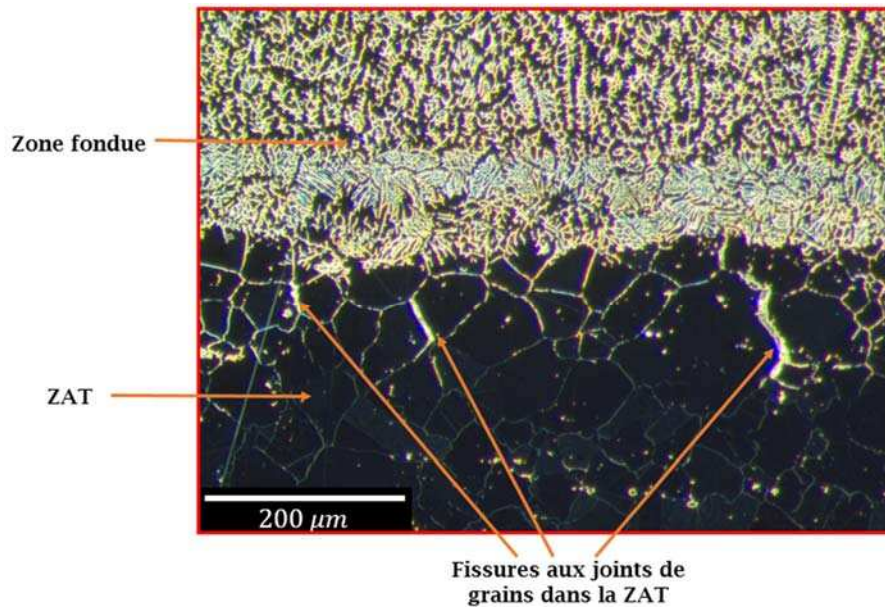


Figure III.27 : Zoom sur quelques fissures

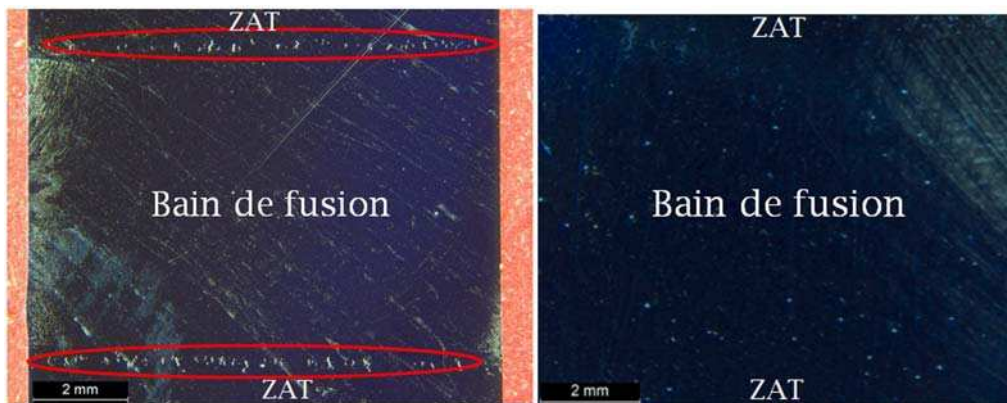


Figure III.28 : Observation à la profondeur de 200 µm (gauche) et de 500 µm (droite)

Nous avons donc mis en évidence la présence des fissures par liquation pour des essais PVR. Or, l'état des fissures tel que l'on a observé se positionne à 200 µm en-dessous de la face endroit car la procédure de polissage enlève une couche de matière à la surface. Dans le but d'alimenter la détermination d'un critère de Fissuration A Chaud par liquation, nous voulons savoir si les fissures ont lieu seulement à la surface ou si elles peuvent également se produire dans la profondeur. Pour cela, nous avons repoli l'échantillon une nouvelle fois pour enlever environ 300 µm de plus et nous l'avons observé à la binoculaire avant et après attaque chimique. Nous constatons que les fissures disparaissent totalement (figure III.28). Ainsi, nous pouvons conclure qu'aucune fissure n'apparaît à une profondeur de 500µm et que la zone proche de la surface est beaucoup plus sensible à la Fissuration A Chaud par liquation que celle en profondeur. Ce résultat devra être vérifié par le critère de Fissuration A Chaud final.

III.3. Conclusion

Deux types d'essais de Fissuration A Chaud par liquation (Varestraint et PVR) ont été réalisés sur des éprouvettes de la nuance 316L avec différents teneurs en bore. Ces deux essais ont été réalisés sous chargement mécanique externe sévère afin de produire des fissures pour toutes les teneurs en bore. L'essai Varestraint permet de vérifier rapidement l'influence de la teneur en bore sur le phénomène de Fissuration A Chaud par liquation via l'analyse de surface de soudure. Tandis que l'essai PVR devrait nous permettre de développer un critère de Fissuration A Chaud par liquation qui dépendrait de l'état thermomécanique et de la sensibilité du matériau par rapport à la Fissuration A Chaud par liquation déjà identifiée par l'essai Gleeble.

À l'issue de ces deux essais, on peut tirer quelques conclusions :

- Les essais Varestraint confirment le rôle du bore sur la sensibilité à la Fissuration A Chaud par liquation. En effet, aucune fissures n'a été trouvée pour la nuance de 20 ppm de bore, quelques fissures de solidification pour la nuance de 35 ppm et beaucoup de fissures pour les nuances de 44 ppm et de 50 ppm parmi lesquelles certaines sont suspectées d'être des fissures par liquation.
- Les essais PVR consolident le rôle du bore en montrant que le chargement mécanique externe minimal pour créer des fissures à chaud par liquation diminue en fonction de la teneur en bore.
- Toutes les fissures PVR identifiées sont des fissures par liquation car elles se situent toutes dans la ZAT aux joints de grains et perpendiculairement à la ligne de fusion. Contrairement au cas de l'essai Varestraint, aucune fissure n'a été identifiée dans la zone fondue. Il se peut que la vitesse de déformation qui est très élevée pour les essais Varestraint, ait une influence primordiale sur la création de ce type de fissures.
- Les fissures des essais PVR sont superficielles et disparaissent rapidement en profondeur.
- Les résultats des essais PVR pourraient permettre à déterminer un critère de Fissuration A Chaud par liquation.

Chapitre IV : Modélisation numérique de l'essai PVR – Critère de fissuration à chaud par liquation

La simulation numérique du soudage (SNS) a pour objectif principal de calculer le champ de températures ainsi que les champs de contraintes et de déformations dans les structures étudiées. Dans notre étude, notre simulation est focalisée sur la « SNS » de l'éprouvette PVR afin de pouvoir proposer un critère de Fissuration A Chaud par liquation prenant en compte ces champs. Il est important de souligner que les effets thermomécaniques sont pilotés par les évolutions de température. Pour pouvoir réaliser une bonne prédiction des effets thermomécaniques, il est donc nécessaire de correctement simuler les évolutions thermiques dans la pièce soudée. Pour modéliser l'apport de chaleur, nous rencontrons deux approches : l'approche « multiphysique » et l'approche par source de chaleur équivalente (modèle réduit ou équivalent). En soudage à l'arc, la première approche consiste à modéliser le couplage magnétohydrodynamique en tenant compte de plusieurs physiques telles que celles à l'œuvre dans le plasma d'arc, la mécanique des fluides dans la zone fondue, la métallurgie, la diffusion d'énergie dans le solide ...etc. La seconde approche consiste à modéliser l'apport de chaleur sous la forme d'une loi mathématique spatio-temporelle imposée dans une zone où seules les physiques liées à la conduction de la chaleur, la métallurgie et la mécanique sont généralement mises en avant. Les paramètres de ce modèle équivalent sont ensuite estimés a posteriori grâce à un essai dédié. Parmi ces deux approches, l'approche par source de chaleur équivalente est plus largement utilisée car son implantation numérique est plus simple, elle conduit à des temps de calcul réduits, avec cependant des phénomènes physiques non pris en compte directement qui demandent des adaptations dans les lois de comportement programmées.

Dans tout notre travail, nous utilisons l'approche par source de chaleur équivalente. La fonction mathématique représentant la distribution de la puissance de la source est la fonction de Goldak [72]. Les paramètres de cette fonction sont identifiés à l'aide des résultats de l'essai dédié tels que : les données des thermocouples, la forme et la taille de la zone fondue déterminée a posteriori par macrographie et/ou par des images vidéo.

Une fois les paramètres de la source thermique identifiés, on peut effectuer soit la simulation du problème thermique suivie de celle du problème thermomécanique et éventuellement métallurgique, soit une simulation du problème couplé thermométallurgique et mécanique plus complexe. En effet, lorsque l'on considère que le résultat du calcul thermique n'a pas une influence significative sur le résultat mécanique, hypothèse classiquement retenue en SNS, on choisit généralement la première approche consistant à réaliser le calcul thermique puis le calcul mécanique à chaque pas de temps.

Pour pouvoir simuler le problème thermomécanique à l'issue du calcul thermique, nous devons postuler une loi de comportement dont les paramètres dépendent de la température

seront identifiés par des essais de caractérisation. Dans cette étude, nous utilisons le comportement élastoviscoplastique de Chaboche à un paramètre cinématique.

Le schéma de la figure IV.1 résume la procédure de la SNS utilisée pour notre étude :

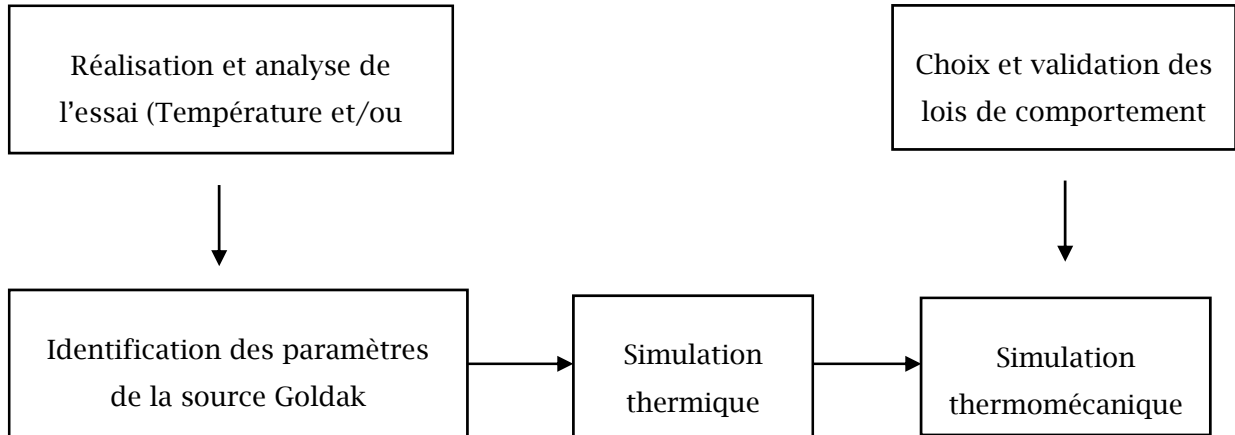


Figure IV.1 : Schéma d'une simulation numérique de soudage

Dans ce chapitre, nous allons tout d'abord valider les données mécaniques du modèle de Chaboche [73] estimées dans une étude de la littérature (thèse de Minh Le [51]). Après validation, nous présentons la simulation de l'essai PVR. Enfin, nous proposons un critère de Fissuration à Chaud basé sur cet essai PVR.

IV.1. Validation numérique de la caractérisation mécanique du matériau

Des résultats d'essais caractérisant le comportement thermomécanique du matériau de type 316L à haute température sont présents dans la littérature. Dans cette étude, nous utilisons les résultats des essais de caractérisation de la thèse de Minh Le [51] pour alimenter notre simulation. A basse température, nous considérons que le bore présent dans nos matériaux n'a pas une influence significative sur les lois de comportement et nous utilisons les résultats de Minh Le. Dans ce travail, nous utilisons le code ASTER, un code de calcul thermomécanique par éléments finis, développé principalement par le département « Analyses Mécaniques et Acoustiques » du service recherche et développement d'EDF. Le cœur du système est codé en Fortran, et de nombreux modules complémentaires sont réalisés en Python.

IV.1.1. Essais de caractérisation des matériaux de l'étude « Minh Le »

IV.1.1.1. Objectif

L'objectif des essais thermomécaniques est de permettre l'identification des paramètres d'un modèle de comportement élasto-visco-plastique. Ils se déroulent en deux étapes : la première étape correspond à une montée en température de l'éprouvette jusqu'à la température visée et la seconde étape consiste à appliquer la sollicitation mécanique en conditions isothermes. Dans l'étude proposée par Minh Le, les essais de caractérisation ont été réalisés sur la machine d'essais thermomécanique Gleeble 3500 de l'Université Bretagne Sud.

IV.1.1.2. Protocole expérimental et déroulement des essais « Minh Le »

Les éprouvettes utilisées pour les essais sont de forme cylindrique de longueur 132 mm et de diamètre 10 mm. Elles sont suffisamment longues pour que l'on puisse considérer une température uniforme dans la zone utile où est positionné l'extensomètre diamétral. Les éprouvettes sont en acier inoxydable austénitique de type AISI-316L(N).

Partie chauffage

La première étape de l'essai correspond à une phase de chauffage pour atteindre la température visée puis un maintien à cette température pour atteindre un régime établi. Durant cette phase, l'éprouvette n'est soumise à aucun effort. Pour toutes les nuances étudiées, les essais effectués balayent une plage de température comprise entre 700°C et 1250°C. Pour chaque essai, une vitesse de chauffage de 100°C/s est imposée. Le maintien à la température de consigne sans appliquer d'effort dure environ 120 secondes.

Partie mécanique

Lors de cette partie de l'essai, l'éprouvette est sollicitée en traction à diverses vitesses de déformation, chaque phase d'érouissage s'effectuant à vitesse de déformation contrôlée et étant suivie d'une relaxation, i.e. un maintien à déformation quasi constante par blocage du vérin. Pour chaque phase d'érouissage, un déplacement du vérin à vitesse constante est imposé pendant un temps donné correspondant au déplacement désiré. Le déplacement est alors bloqué durant 20 secondes. Cette opération est répétée au cours de l'essai en variant la vitesse de déplacement du vérin. Cette démarche permet d'acquérir un maximum d'informations lors de chaque essai et ainsi de limiter le nombre d'éprouvettes utilisées. Bien que la déformation soit mesurée par un extensomètre diamétral, la plupart des essais mécaniques sont pilotés à l'aide du déplacement du mors mobile pour une meilleure régulation.

L'étape de traction apporte des informations sur le module d'Young, la limite d'élasticité ainsi que sur l'érouissage du matériau. Les phases de traction à différentes vitesses de déformation et les phases de relaxation permettent de caractériser la viscosité du matériau. Pour les séries d'essais dont la température de consigne est égale ou inférieure à 1000°C, il est réalisé en complément des essais cycliques de traction/compression pour caractériser l'effet Bauschinger. Les résultats des essais seront présentés en section 2.2.3.

IV.1.2. Modèle de comportement thermo-mécanique

Dans cette partie sera présenté le modèle de comportement thermomécanique choisi pour la simulation de l'essai PVR. Les paramètres de ce modèle, issus de l'étude de Minh Le, seront validés tout d'abord en simulant les essais Gleeble à l'aide du modèle thermomécanique choisi dans cette étude. Ensuite, dans le but de tester la loi de comportement retenue dans un cas non isotherme, sera effectuée une simulation numérique d'un essai Satoh.

IV.1.2.1. Choix du modèle de comportement mécanique

Pour effectuer un calcul des structures soumises à des chargements cycliques tels que le chargement de soudage multi-passe, les érouissages isotropes et cinématique linéaire classiques ne sont plus suffisants. En effet, on ne peut pas décrire correctement les cycles obtenus expérimentalement sur une éprouvette de traction soumise à une déformation imposée de type traction-compression alternée. C'est pour cette raison qu'il faut chercher un modèle plus sophistiqué pour pouvoir modéliser correctement ce type de chargement, en particulier le chargement du soudage multi-passe. Dans le cadre de cette étude, même si nous n'utilisons pas de soudure multi-passe sur nos essais, nous adoptons tout de même un modèle de ce type. Plus précisément, nous retenons la loi de comportement élasto-visco-plastique de Chaboche. Cette loi permet à la fois de traduire l'érouissage cinématique, son évolution non linéaire, l'érouissage isotrope et éventuellement la viscosité.

Nous nous plaçons dans le cadre de la viscoplasticité unifiée. Le matériau est homogène et isotrope, et il obéit au critère de Von Mises. Ensuite, nous ajoutons un écrouissage cinématique non linéaire avec un seul paramètre cinématique. Puis, nous complétons la description de la plasticité par un écrouissage isotrope non linéaire. Finalement, pour modéliser le caractère visqueux du matériau, nous ajoutons un écoulement de type Norton. Le détail de la loi de Chaboche ainsi que son implantation dans Code_Aster apparaît dans la section 2.2.2.

Le modèle de Chaboche a été entièrement intégré dans le code_Aster avec une ou deux variables cinématiques et ce modèle implanté prend en compte toutes les variations des coefficients avec la température, ce qui convient à notre étude. L'écoulement de Norton a été également intégré dans le code_Aster comme une option. Comme le chargement dans tous nos essais ne contient qu'un cycle, une variable cinématique est suffisante. De plus, des essais d'identification seront effectués avec un seul cycle de chargement. En effet, le choix d'utiliser une variable cinématique simplifie le modèle et évite l'identification complexe des paramètres nécessitant des essais d'identification plus sophistiqués.

IV.1.2.2. Description du modèle de Chaboche à une variable cinématique

A tout instant, l'état du matériau est décrit par la déformation $\underline{\underline{\epsilon}}$, la température T , la déformation plastique $\underline{\underline{\epsilon}}_p$, la déformation plastique cumulée $\underline{\underline{p}}$, le tenseur de rappel $\underline{\underline{X}}$ et la limite d'élasticité R .

Si l'état de contrainte reste dans la limite d'élasticité, les variables de plasticité sont nulles et l'état du matériau est décrit par la relation classique : $\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{C}} : (\underline{\underline{\epsilon}} - \underline{\underline{\epsilon}}_{th})$ avec $\underline{\underline{C}}$ le tenseur de rigidité et $\underline{\underline{\epsilon}}_{th}$ est le tenseur de déformation thermique qui est dans notre cas isotrope : $\underline{\underline{\epsilon}}_{th} = \alpha(T - T_{ref})\underline{\underline{Id}}$. Notre matériau étant considéré isotrope, le tenseur $\underline{\underline{C}}$ peut se caractériser par deux paramètres du matériau : le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν . Ces deux paramètres sont des caractéristiques du matériau et peuvent dépendre de la température.

L'évolution de la déformation plastique est gouvernée par une loi d'écoulement normale à un critère de plasticité de von Mises :

$$F(\underline{\underline{\sigma}}, R, \underline{\underline{X}}) = \sqrt{\frac{3}{2}(\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}}) : (\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}})} - R(p) \quad (4.1)$$

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_p = \dot{\lambda} \frac{\partial F}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} = \frac{3}{2} \dot{\lambda} \frac{(\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}})}{\sqrt{\frac{3}{2}(\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}}) : (\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}})}} \quad (4.2)$$

Dont $\underline{\underline{\sigma}}$ désigne la partie déviatorique du tenseur $\underline{\underline{\sigma}}$, $\dot{\lambda}$ désigne le facteur multiplicatif.

La variation de la déformation plastique cumulée est définie par :

$$\dot{p} = \sqrt{\frac{2}{3} \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_p : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_p} \quad (4.3)$$

On en déduit des équations (4.2) et (4.3) :

$$\dot{p} = \dot{\lambda} \quad (4.4)$$

L'évolution de $\dot{\lambda}$ est gouvernée par la condition suivante :

$$\left\{ \begin{array}{l} \dot{\lambda} = 0 \text{ si } F < 0 \text{ ou } \dot{F} < 0 \\ \dot{\lambda} \geq 0 \text{ si } F > 0 \text{ et } \dot{F} > 0 \end{array} \right\} \quad (4.5)$$

Quant à l'évolution de la variable $\underline{\underline{X}}$, elle est donnée par :

$$\underline{\underline{X}} = \frac{2}{3} C(p) \underline{\underline{\alpha}} \quad (4.6)$$

Le paramètre cinématique $\underline{\underline{\alpha}}$ dans l'équation (4.6) est défini par sa valeur initiale nulle et par son taux de variation (4.7) :

$$\underline{\underline{\dot{\alpha}}} = \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_p - G(p) \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_p p \quad (4.7)$$

A chaque température, les fonctions $R(p)$, $C(p)$, $G(p)$ sont caractéristiques du matériau et peuvent dépendre ou pas de la déformation plastique cumulée p .

Dans notre modèle, $R(p)$ varie en fonction de p selon l'expression (4.8) :

$$R(p) = R_l + (R_0 - R_l) e^{-bp} \quad (4.8)$$

Où R_0 et R_l correspondent respectivement à la limite élastique sans déformation plastique cumulée et avec déformation plastique cumulée infinie, b est un paramètre caractéristique à la variation de $R(p)$ par rapport à p . Ces deux paramètres ainsi que le paramètre b sont également des caractéristiques du matériau.

La viscosité peut être prise en compte en utilisant un écoulement de type Norton :

$$\dot{p} = \left(\frac{\langle F \rangle}{K} \right)^N \quad (4.9)$$

Avec K et N deux paramètres caractéristiques du matériau. Le signe crochet désigne la partie positive.

Le modèle de Chaboche a été programmé dans code Aster avec des fonctions C(p) et G(p) qui dépendent de la déformation plastique cumulée p selon les formules suivantes :

$$C(p) = C_I[1 + (k - 1)e^{-wp}] \quad (4.10)$$

$$G(p) = G_I[a_I + (1 - a_I)e^{-bp}] \quad (4.11)$$

Dans notre cas nous utilisons un modèle simplifié avec des paramètres C et G constant en prenant $C_I = C, k = 1, w = 0, G_I = G, a_I = 1$.

Pour résumer, dans notre modèle de Chaboche, nous devons disposer des paramètres du matériau suivants : $E, \nu, R_0, R_I, b, C, G, K, N$. Parmi ces paramètres, seul ν est fixé à 0.3. Les autres paramètres dépendent de la température et sont à identifier en se basant sur des résultats d'essais de traction à chaud. Notons que tous ces paramètres caractéristiques du matériau seront identifiés en basant sur des essais isothermes. Cependant, ce modèle peut s'utiliser dans un cas non isotherme tel que pour la simulation numérique de soudage où le champ de température n'est pas homogène et évolue au cours du temps.

IV.1.2.3. Simulation de l'essai et validation des paramètres mécaniques

Nous utilisons les paramètres calés à partir des essais de la thèse de Minh Le [51] pour la nuance AISI-316L(N). Le tableau IV.1 présente ces paramètres :

	E (MPa)	R₀ (MPa)	R_I (MPa)	b (-)	K (MPa.s^{1/N})	N (-)	C (MPa)	G (-)
20°C	190000	82	142	8	151	24	162400	28000
600°C	140000	6	86	10	150	12	24810	300
775°C	78800	9.2	79.4	16.5	179	12.8	8118.9	279
850°C	56300	2.4	19.8	22.5	298	7.06	1324.4	154
1000°C	40000	1	15.7	7.97	192	5.25	244.6	26.3
1150°C	37200	0.2	0.2	7.97	111	4.98	0	26.3
1250°C	20300	0.1	0.1	7.97	70	4.91	0	26.3

Tableau IV.1 : Paramètres thermomécaniques identifiés dans la thèse de Minh Le [51].

Pour les températures supérieures ou égales à 775°C certaines valeurs ont été réidentifiées ultérieurement par le CEA Saclay.

La figure IV.2 présente la confrontation numérique - expérimentale de Minh Le des courbes $\sigma_{xx} = f(\epsilon_{\theta\theta})$ pour les essais de traction à chaud, à différentes températures en utilisant ces paramètres.

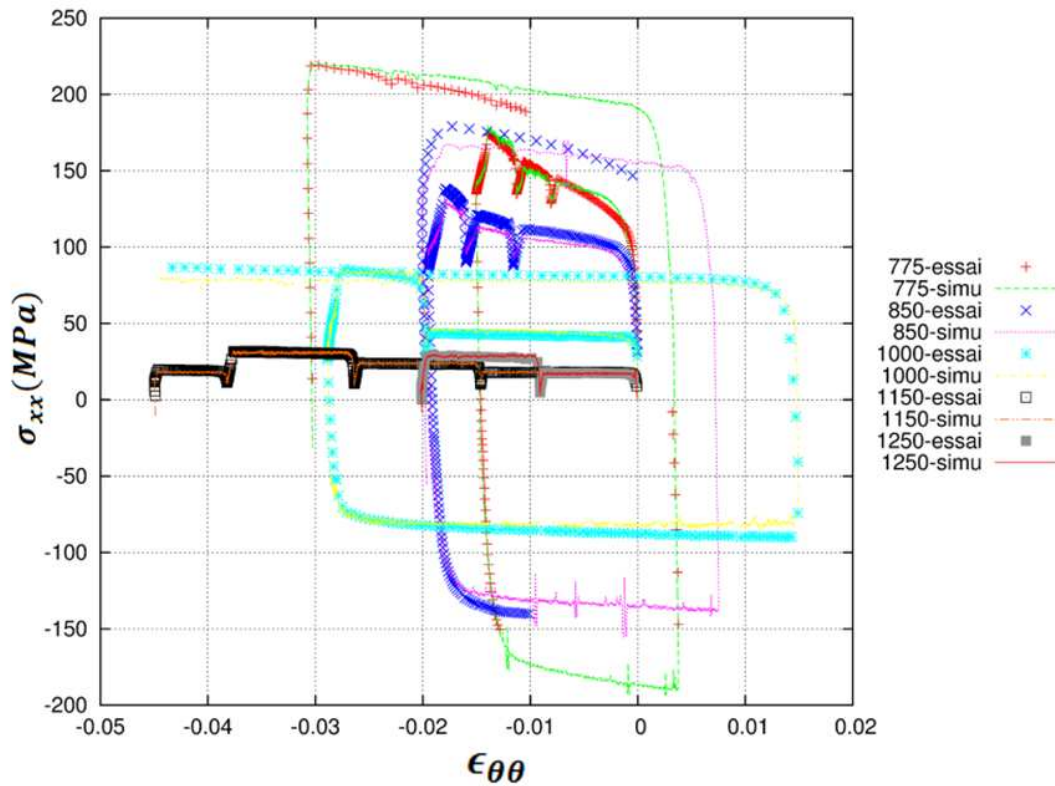


Figure IV.2: Confrontation résultats numériques - expérimentaux (thèse de Minh Le)

Dans le cadre de cette thèse, nous modélisons les problèmes avec le Code Aster. Pour cette vérification, ce problème est défini sur une seule maille rectangle de type linéaire à 4 nœuds en utilisant un modèle 2D axisymétrique. Les paramètres mécaniques du matériau en fonction de la température sont interpolés en utilisant les paramètres identifiés à des températures de 20°C, 600°C, 775°C, 850°C, 1000°C et 1150°C.

Dans un premier temps, nous avons vérifié la programmation du chargement mécanique. La figure IV.3 permet de constater en comparaison des résultats présentés à la figure IV.2 que nos résultats numériques sont proches des résultats expérimentaux et numériques de la thèse de Minh Le. En effet, pour chaque température, la courbe $\sigma_{xx} - \epsilon_{\theta\theta}$ numérique montre des valeurs maximales et minimales de contrainte qui sont proches de celles de la courbe expérimentale. Par exemple, pour le cas de 775°C, la courbe expérimentale de Minh LE commence à 0 puis monte vers 170 MPa, puis redescend vers -190 MPa avant de monter de nouveau vers les 200 MPa. Ces valeurs correspondent bien à celles trouvées par simulation numérique. Ainsi, le modèle de Chaboche utilisé permet de simuler très correctement les essais de traction effectués par Minh LE.

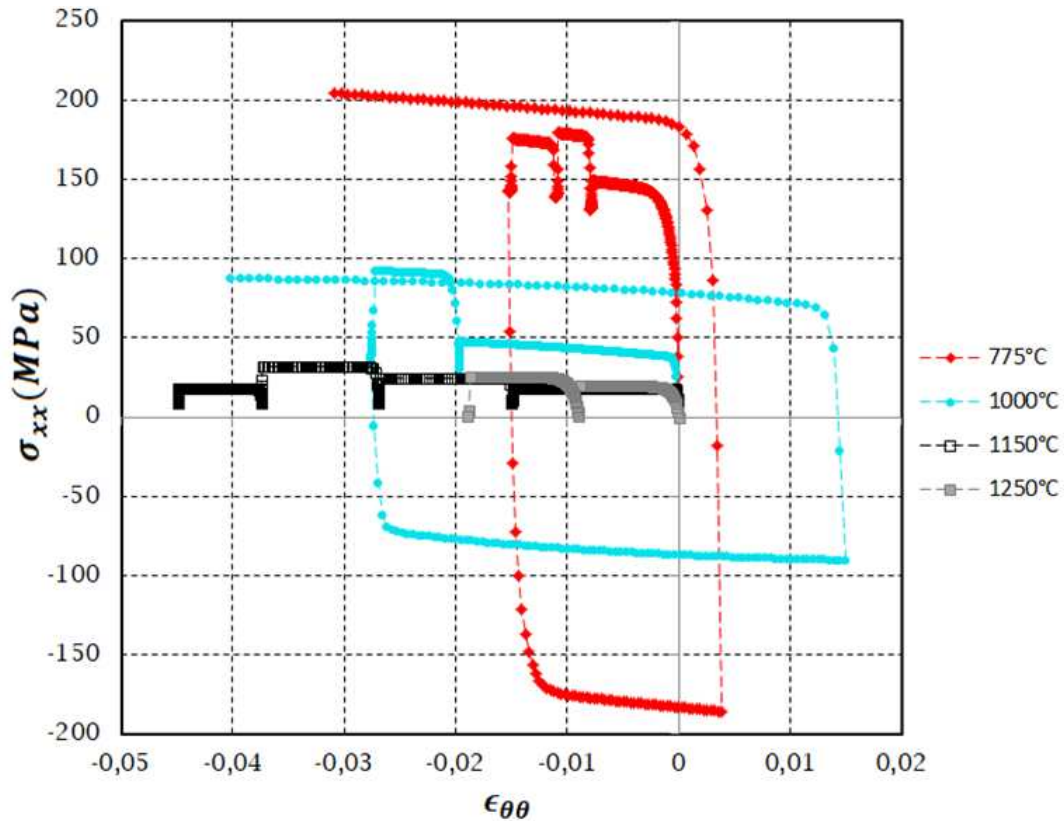


Figure IV.3: Simulation des essais Gleeble avec le modèle de Chaboche à une variable cinématique

IV.1.2.4. Modélisation et validation des données « Minh Le » via un essai Satoh numérique

Dans le but de tester la loi de comportement dans un cas non isotherme, nous faisons une simulation numérique d'un essai Satoh à l'aide du code Aster en utilisant le modèle de Chaboche à une variable cinématique et avec les paramètres présentés précédemment.

L'essai Satoh a été réalisé pour la première fois par Kinishino Satoh il y a plus de 40 ans [74]. Il consiste à appliquer un cycle thermique à une éprouvette dont le déplacement est maintenu constant pendant tout le cycle. Cet essai est important en vue de la validation de modèles de comportement thermo-mécanique car il est simple à réaliser (essai uniaxial), et il fait intervenir de nombreux phénomènes thermo-mécaniques tels que les écrouissages isotropes et cinématique ainsi que la viscosité (relaxation à haute température et restauration visqueuse).

Dans le cadre de notre étude, le chauffage et le refroidissement (vitesses de chauffage $V_{ch} = 90^{\circ}\text{C}/\text{s}$ et de refroidissement $V_{rf} = 10^{\circ}\text{C}/\text{s}$) sont imposés théoriquement uniformément sur une éprouvette cylindrique dont les deux côtés sont bloqués dans le sens longitudinal. Un cycle thermique dont la température maximale de 1100°C , est appliqué.

La figure IV.4 montre le cycle thermique ainsi que les conditions aux limites mécaniques :

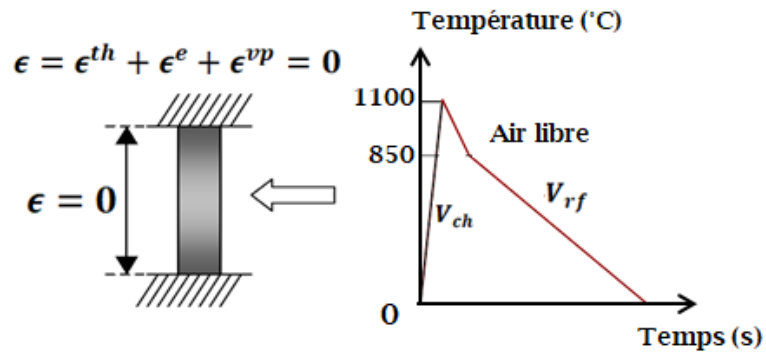


Figure IV.4 : Conditions aux limites mécaniques et chargement thermique de l'essai Satoh

Les calculs effectués sont des calculs 2D axisymétriques. Nous utilisons pour cela un seul élément de type linéaire à 4 nœuds. La température est considérée comme homogène et suit les conditions décrites par la Figure IV.4. L'analyse s'effectue après résolution du problème thermomécanique. Un post-traitement est réalisé afin de récupérer la contrainte axiale en fonction du temps. Connaissant la température en fonction du temps, il est possible de tracer la courbe de contrainte axiale en fonction de la température. La figure IV.5 présente cette dépendance.

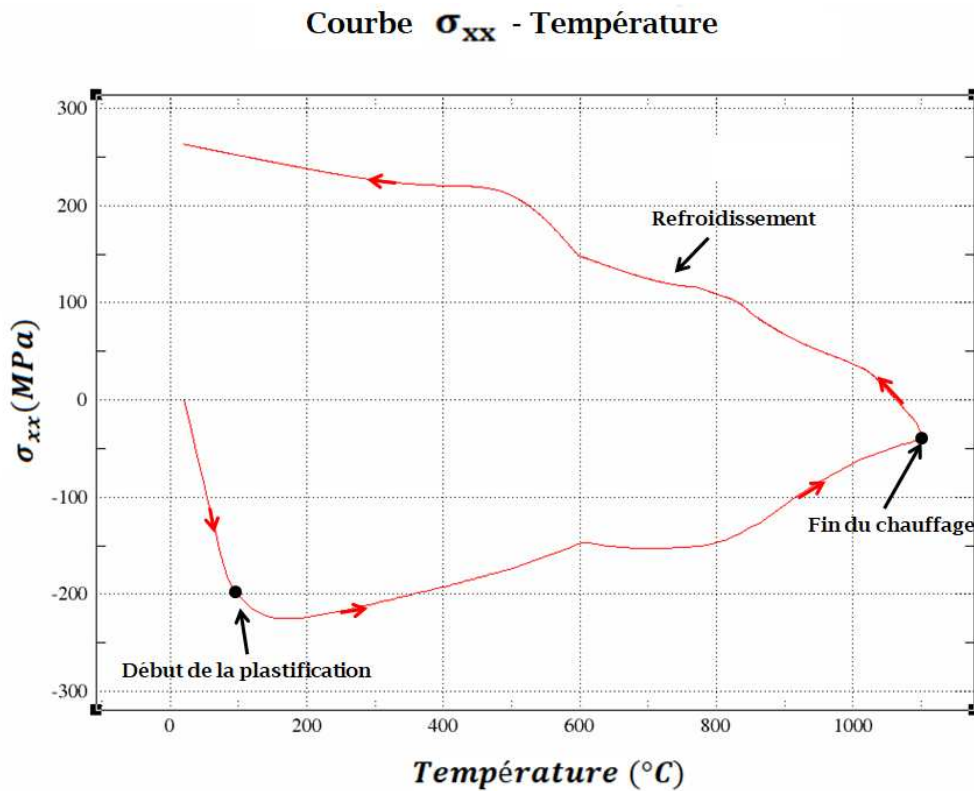


Figure IV.5 : Courbe contrainte axiale - température de l'essai Satoh simulé

Nous constatons que la courbe contrainte axiale -température a une forme globale qui est classique pour ce type d'essai. En effet, nous avons une compression élastique tout au début de la montée en température (compensation de la dilatation thermique de la pièce bridée par une déformation élastique) jusqu'à ce que le matériau commence à plastifier. Par la suite il y a une baisse de la contrainte de compression due à la chute des propriétés mécaniques avec la température (module d'Young et limite élastique). A la fin du chauffage, la contrainte reste toujours en légère compression. Lors du refroidissement l'éprouvette se contracte et le matériau subit une décharge élastique conduisant à un passage en traction. La contrainte de traction augmente alors progressivement jusqu'à plastification. Notre courbe numérique a la même allure que celle obtenue expérimentalement sous les mêmes conditions d'essai mais pour un autre acier inoxydable [75] (premier cycle de la figure IV.6).

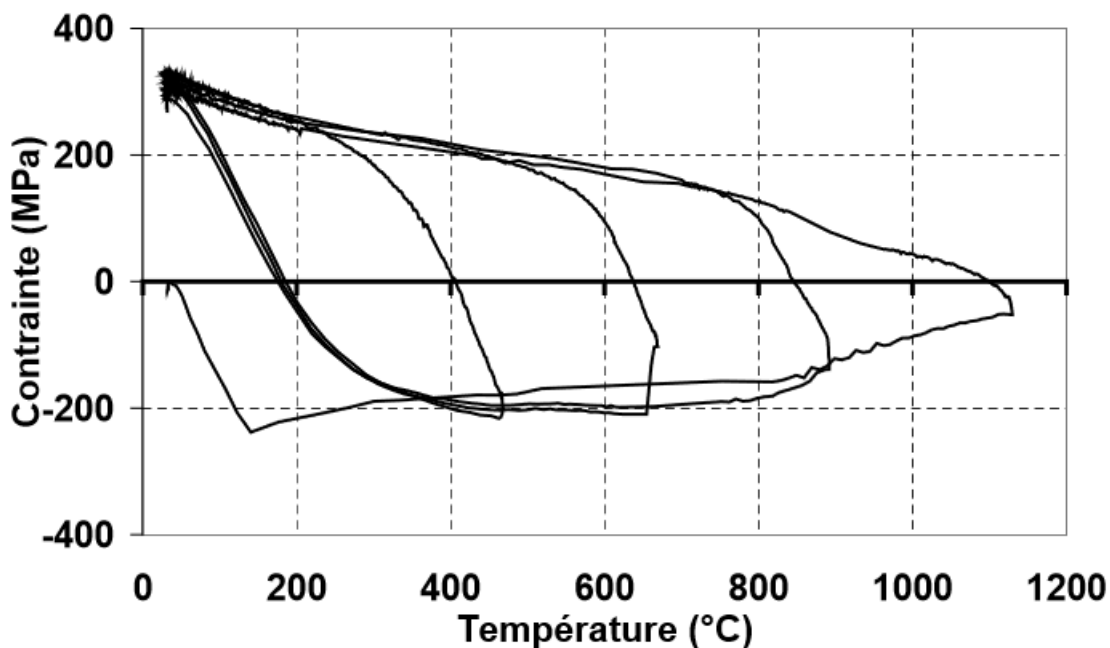


Figure IV.6 : Courbe expérimentale contrainte axiale - température [75]

Nous constatons que la courbe contrainte axiale - température possède toutefois une irrégularité à 600°C. En effet, on observe une rupture de pente à cette température, et ce pour le chauffage ainsi que pour le refroidissement. Ce problème vient du fait que la dépendance des paramètres mécaniques par rapport à la température a été modélisée par une simple interpolation linéaire dans l'intervalle (20°C, 600°C), qui est beaucoup trop grand pour espérer capturer les variations des propriétés mécaniques de façon réaliste, puis dans l'intervalle (600°C, 775°C). 600°C est donc une température charnière entre ces deux domaines entre ces deux domaines d'interpolation ce qui se retrouve sur la courbe contrainte-température. Comme on le verra ultérieurement, puisque nous ne nous intéresserons qu'au domaine des hautes températures pour l'établissement du critère de fissuration à chaud, cette irrégularité ne posera pas de problème pour notre étude.

Ce travail préliminaire de validation effectué, nous allons utiliser cette loi de comportement thermomécanique pour modéliser l'essai PVR.

IV.2. Modélisation de l'essai PVR

L'essai PVR présenté dans le chapitre précédent est modélisé en utilisant le modèle thermomécanique présenté précédemment. L'objectif de cette simulation est de calculer les champs de température et de contraintes au regard d'une double sollicitation thermique et mécanique. La sollicitation thermique est appliquée par une torche de soudage TIG déplacée sur une face de l'éprouvette et suivant une trajectoire définie. La sollicitation mécanique quant à elle, est imposée à travers le déplacement du vérin de traction permettant d'obtenir une vitesse de déformation qui augmente linéairement avec le temps (cf chapitre 3).

La figure IV.7 présente la géométrie à simuler. Cependant, en raison de la symétrie axiale de la pièce mais aussi des chargements thermique (apport de chaleur centré sur l'axe de l'éprouvette) et mécanique (efforts répartis de manière uniforme sur les mors), le choix est fait de ne simuler que la moitié de cette éprouvette.

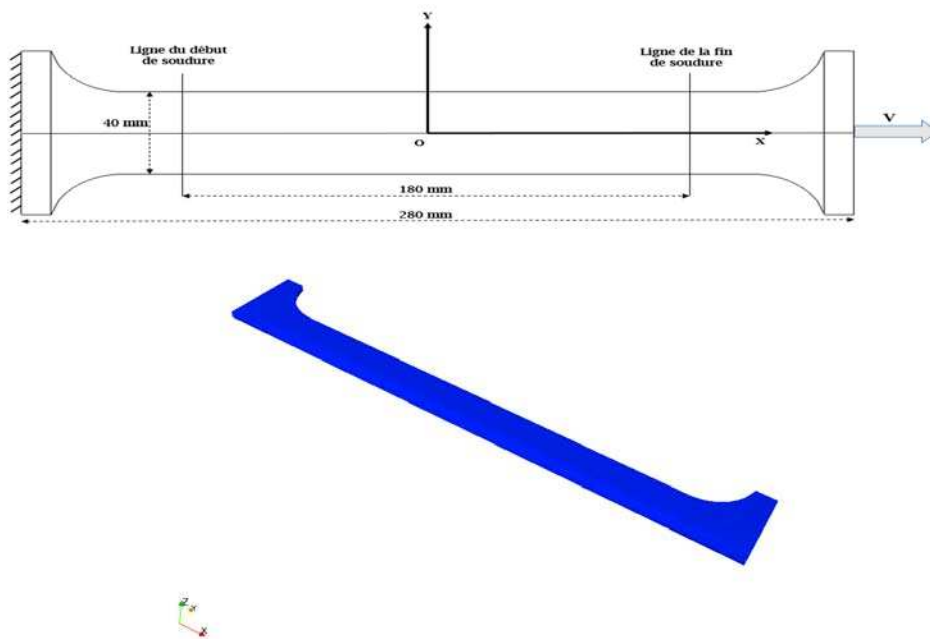


Figure IV.7 : Essai PVR - Géométries de l'éprouvette et du cas de calcul

IV.2.1. Les systèmes d'équations

La simulation de l'essai PVR est un problème faisant intervenir plusieurs phénomènes physiques que l'on simplifie par une approche thermique par source équivalente et une traction mécanique. Pour l'essai PVR, ces deux processus thermique et mécanique ont lieu en même temps car la traction est réalisée en parallèle de l'avance de la source. Ces deux

processus sont théoriquement interdépendants. En effet, le champ de température influence les champs mécaniques dont le champ de déplacement, via la dépendance des caractéristiques mécaniques par rapport à la température et la dilatation thermique du matériau. Dans le sens inverse, le fait que les points matériels de l'éprouvette se déplacent, peut influencer la position relative de la source par rapport à ces derniers, ce qui influence l'apport thermique. Ainsi, pour bien simuler le phénomène, il faudrait un couplage thermomécanique. Or, si l'influence du problème thermique sur le problème mécanique est indiscutable, l'influence dans le sens inverse reste très limitée. En effet, la traction dans nos essais s'effectue avec une montée progressive en vitesse de 0 à 20mm/minute, et les essais durent environ 90s, ce qui donne un allongement maximal de 20 mm. Cependant, dans notre travail, nous nous intéressons au début de la fissuration dans une zone comprise entre 0 et 100 mm sur l'éprouvette. L'examen de l'allongement expérimental (figures III.21 et III.22) montre que l'allongement à 100 mm est inférieur à 5 mm. Ce déplacement est faible par rapport à la longueur parcourue. On peut donc raisonnablement négliger cette influence sur le problème thermique.

Pour résumer, le couplage fort thermo-mécanique n'est pas nécessaire et alourdirait les temps de calcul. Ainsi, nous réalisons d'abord une simulation thermique, puis nous récupérons le champ de température à chaque pas de temps pour réaliser la simulation mécanique.

IV.2.1.1. Modélisation thermique

Nous présentons la modélisation et la formulation par éléments finis d'un problème général de thermique transitoire non linéaire. Dans ce problème apparaissent des phénomènes de conduction et de changement de phase en volume avec des conditions aux limites en convection et rayonnement.

Un problème général de thermique transitoire non linéaire, sur un domaine, est gouverné par l'équation de la chaleur et la loi de Fourier. Pour un milieu isotrope :

$$\rho c_p \frac{dT}{dt} + \text{div } \vec{q} = q_{imp} \quad (4.12)$$

$$\vec{q} = -\lambda \overrightarrow{\text{grad}} T \quad (4.13)$$

en tout point du domaine Ω

avec T le champ de température, \vec{q} le vecteur de la densité du flux de chaleur, t le temps, q_{imp} la source volumique de chaleur, c_p la capacité thermique massique à pression constante, ρ la masse volumique et λ la conductivité thermique.

À cette équation s'ajoutent une condition initiale et des conditions aux limites.

- la condition initiale : $T(t = t_0) = T_0$

- les conditions aux limites sont généralement du type « Fourier » en tenant compte de transfert par convection et rayonnement entre le milieu et l'extérieur.

$$\vec{q} \cdot \vec{n} = -\lambda \frac{\partial T}{\partial n} = h(T - T_{ext1}) \quad (4.14)$$

ou

$$\vec{q} \cdot \vec{n} = -\lambda \frac{\partial T}{\partial n} = \varepsilon \sigma (T^4 - T_{ext2}^4) \quad (4.15)$$

en tout point sur la surface du domaine

Avec T la température de surface, \vec{q} le vecteur densité de flux de chaleur comptée positivement lorsque le flux est dirigé vers l'extérieur du système, \vec{n} la normale sortante à la surface, h le coefficient d'échange convectif, T_{ext1} la température du fluide environnant, ε l'émissivité de la surface, σ la constante de Stefan-Boltzmann, T_{ext2} la température de paroi environnante.

La discrétisation spatiale de cette équation sur un maillage éléments finis est présentée en annexe A. Elle permet de se ramener au système d'équations :

$$\underline{C} \cdot \dot{\underline{T}} + \underline{K} \cdot \underline{T} = \underline{Q} \quad (4.16)$$

à résoudre à différents pas de temps avec \underline{T} la température aux nœuds, $\dot{\underline{T}}$ la dérivée temporelle des températures aux nœuds, \underline{Q} le flux de chaleur intégré aux nœuds, \underline{C} la matrice de capacité thermique et \underline{K} la matrice de conductivité thermique.

Les conditions aux limites de type Fourier impliquent l'addition d'une matrice de convection \underline{H} , intégrant le rayonnement, et d'un terme \underline{Q}_C , représentant les termes hT_{ext} , au second membre :

$$\underline{C} \cdot \dot{\underline{T}} + (\underline{K} + \underline{H}) \cdot \underline{T} = \underline{Q} + \underline{Q}_C \quad (4.17)$$

IV.2.1.2. Les paramètres du modèle thermique

La modélisation de l'essai PVR fait apparaître plusieurs paramètres :

- les caractéristiques thermophysiques λ , C_p et ρ : pour le matériau type 316L nous utilisons les données de la thèse de Minh Le [51]. Les évolutions de λ , C_p et ρ en fonction de la température utilisées dans la simulation sont présentées aux figures IV.8, IV.9 et IV.10. La variation de ces trois paramètres du matériau 316L est en très bonne cohérence avec celle venant d'autres sources (données du RCCMR et données issues de bases de données EDF-CEA).

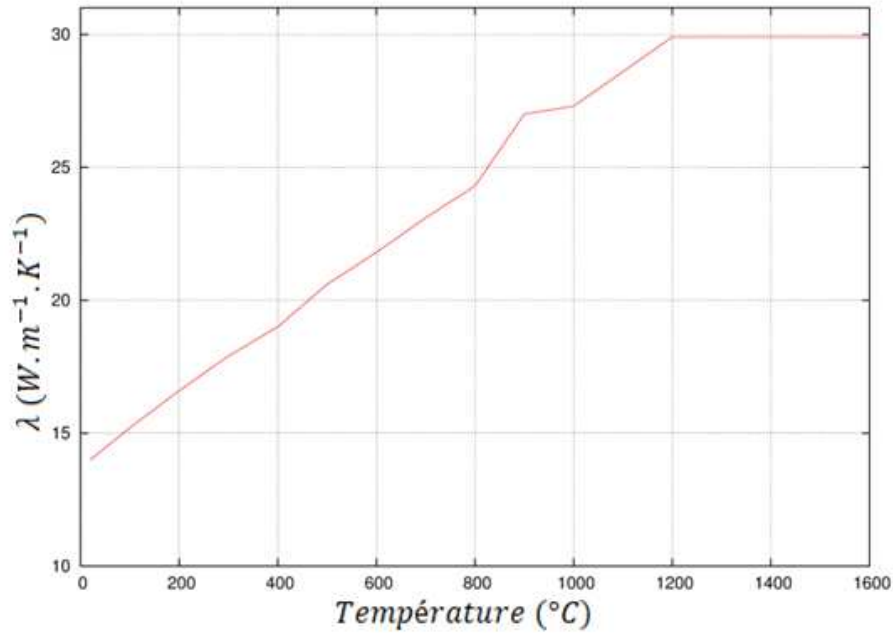


Figure IV.8 : Evolution de la conductivité thermique en fonction de la température

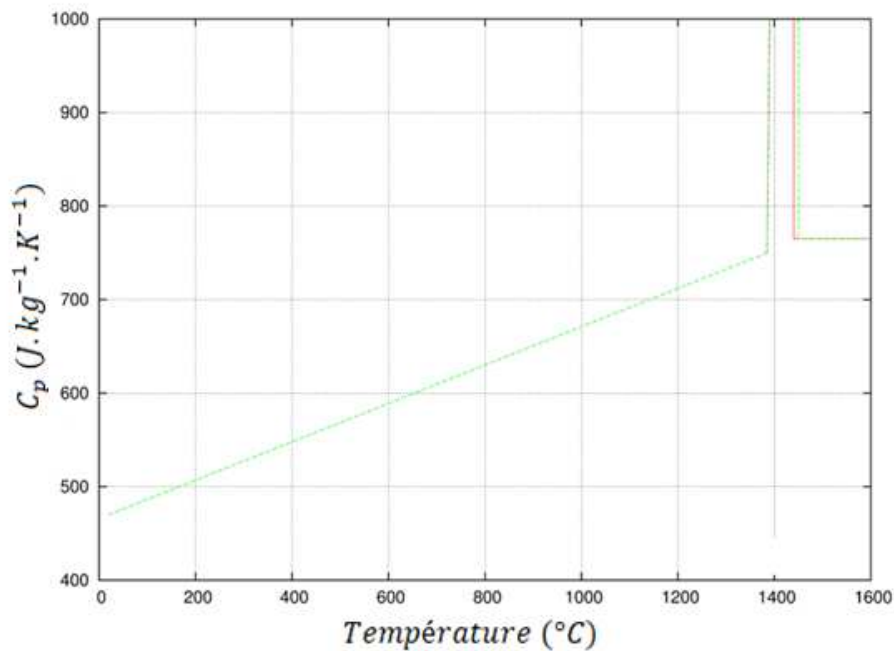


Figure IV.9 : Evolution de la capacité thermique massique en fonction de la température

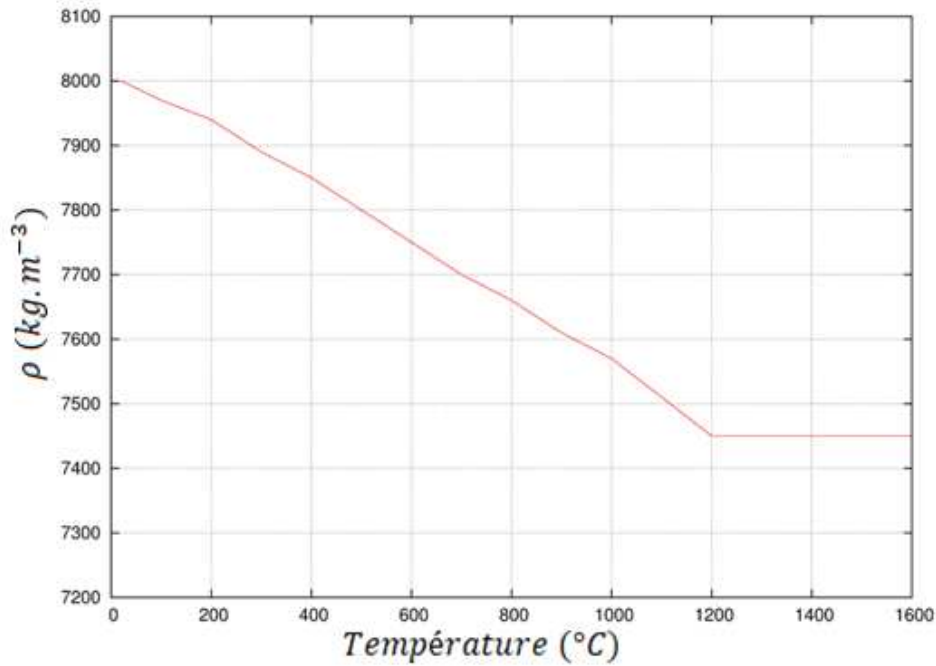


Figure IV.10 : Evolution de la masse volumique en fonction de la température

- les paramètres de transfert convectif (h, T_{ext1}) = (15 W/m²/K, 20°C) et radiatif (ϵ, T_{ext2}) = (0,2 , 20°C)
- la condition initiale en température : $T(t = t_0) = T_0 = 20^\circ\text{C}$
- les paramètres liés à la source de chaleur : la modélisation de la source de la chaleur lors d'une opération de soudage tient un rôle primordial dans la détermination de la quantité d'énergie mise en jeu ainsi que dans la prédiction de la forme du bain de fusion. Pour notre étude, la source de type double ellipsoïde de Goldak est retenue [72]. C'est une source volumique dont l'intensité en un point dépend de la position relative de ce point par rapport au point du centre de la source. Si nous supposons que la source de chaleur est mobile dans l'essai, nous considérons une translation rectiligne à vitesse constante de la source selon l'axe Ox. Deux repères sont alors considérés :
 - o (O', x, y, z) lié à la torche de soudage
 - o (O, X, Y, Z) lié à l'éprouvette

Si la source se déplace à vitesse constante V, parallèlement à X, et qu'elle est en X=0 pour t=0, alors nous avons pour les coordonnées d'un point les relations :

$$\begin{cases} X = x + Vt \\ Y = y \\ Z = z \end{cases} \quad (4.18)$$

La fonction de distribution de Goldak permet de représenter, en trois dimensions, une source de chaleur avec une répartition supposée gaussienne (densité de probabilité de la loi normale) :

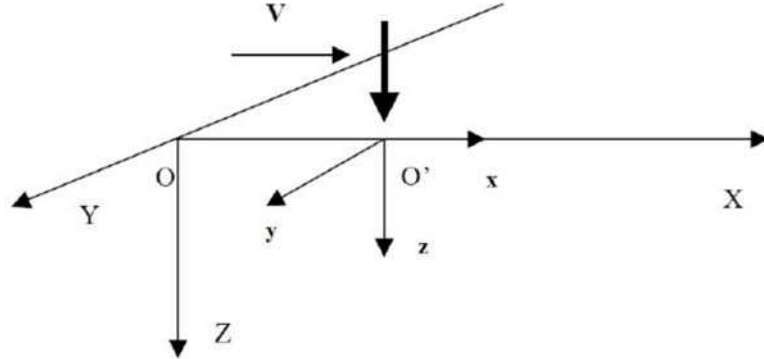


Figure IV.11 : Définition des repères liés à la source

$$f(X, Y, Z) = \frac{1}{\sigma_x \sigma_y \sigma_z \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(x - x_0)^2}{2\sigma_x^2} - \frac{(y - y_0)^2}{2\sigma_y^2} - \frac{(z - z_0)^2}{2\sigma_z^2}\right) \quad (4.19)$$

Dans notre cas, $(x_0 = Vt, y_0 = 0, z_0 = 0)$ est la position de la source. En prenant 95% de la gaussienne et en introduisant les demi axes de l'ellipsoïde a, b, c dans les directions respectives x, y, z , l'équation devient :

$$f(X, Y, Z) = \frac{3\sqrt{3}}{abc \pi \sqrt{\pi}} \exp\left(-\frac{3(x - x_0)^2}{a^2} - \frac{3(y - y_0)^2}{b^2} - \frac{3(z - z_0)^2}{c^2}\right) \quad (4.20)$$

Si l'on suppose souder une plaque plane, la source de chaleur ne doit être appliquée que sur une moitié de volume de l'ellipsoïde. On normalise donc la fonction sur une moitié de volume uniquement. La source thermique équivalente d'un procédé de soudage d'énergie linéique s'écrit donc :

$$q(X, Y, Z) = \frac{Q_0 6\sqrt{3}}{abc \pi \sqrt{\pi}} \exp\left(-\frac{3(x - x_0)^2}{a^2} - \frac{3(y - y_0)^2}{b^2} - \frac{3(z - z_0)^2}{c^2}\right) \quad (4.21)$$

Dans notre cas, on suppose que la puissance transmise est donné par $Q_0 = \eta UI$ avec η le rendement du procédé de soudage, U la tension et I le courant électrique. Dans le cadre du soudage, l'avancement de la torche provoque une dissymétrie de la

répartition. On peut représenter cet effet en posant un rayon pour l'« avant » a_f de la source et un autre a_r pour l'« arrière » de la source de chaleur :

$$\begin{cases} q_{imp}(X, Y, Z) = \frac{Q_0 6\sqrt{3} f_f}{a_f b c \pi \sqrt{\pi}} \exp\left(-\frac{3(x-x_0)^2}{a_f^2} - \frac{3(y-y_0)^2}{b^2} - \frac{3(z-z_0)^2}{c^2}\right) \text{ pour } x < x_0 \\ q_{imp}(X, Y, Z) = \frac{Q_0 6\sqrt{3} f_r}{a_r b c \pi \sqrt{\pi}} \exp\left(-\frac{3(x-x_0)^2}{a_r^2} - \frac{3(y-y_0)^2}{b^2} - \frac{3(z-z_0)^2}{c^2}\right) \text{ pour } x > x_0 \end{cases} \text{ avec } f_f + f_r = 2 \quad (4.22)$$

La figure IV.12 présente la forme spatiale de cette fonction à un instant donné.

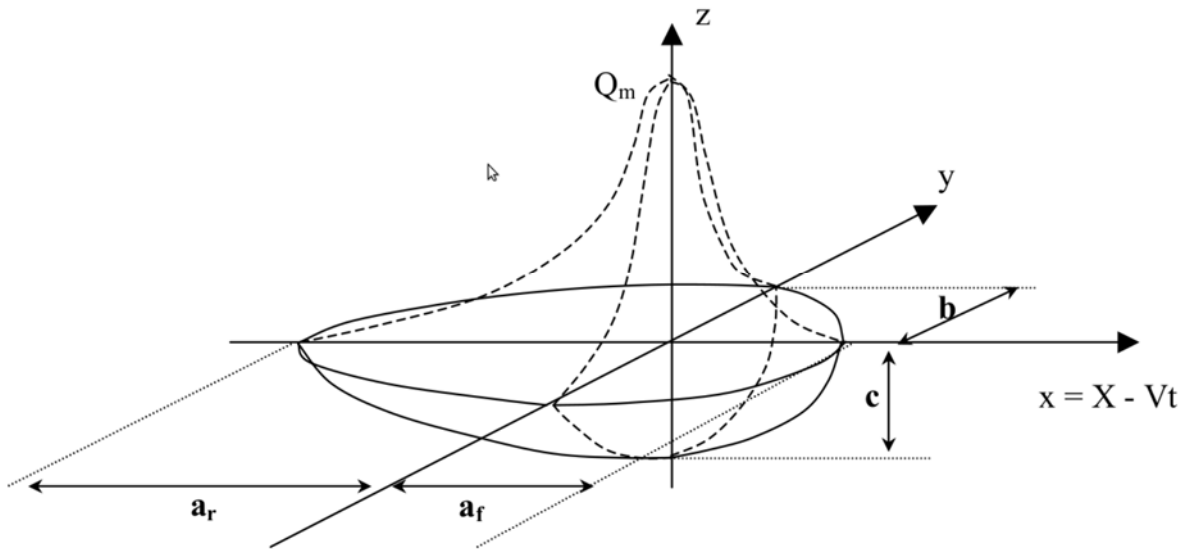


Figure IV.12 : Forme de la fonction de Goldak à un instant donné

L'estimation de la source passe par la définition de 7 paramètres de la source de Goldak : $a_r, a_f, b, c, \eta, f_f, f_r$. L'identification de ces paramètres est basée sur les résultats de l'essai dédié tels que : les données des thermocouples, la forme et la taille de la zone fondue déterminée a posteriori par macrographie et/ou instrumentation vidéo.

En s'appuyant sur la taille de la zone fondue mesurée expérimentalement et sur la réponse de thermocouples positionnés sur une éprouvette PVR, une procédure d'identification itérative a permis d'obtenir les paramètres suivants :

$$\begin{cases} a_r = 7,5 \text{ mm} \\ a_f = 3 \text{ mm} \\ b = 5 \text{ mm} \\ c = 0,8 \text{ mm} \\ \eta = 0,82 \\ f_r = 1 \\ f_f = 1 \end{cases}$$

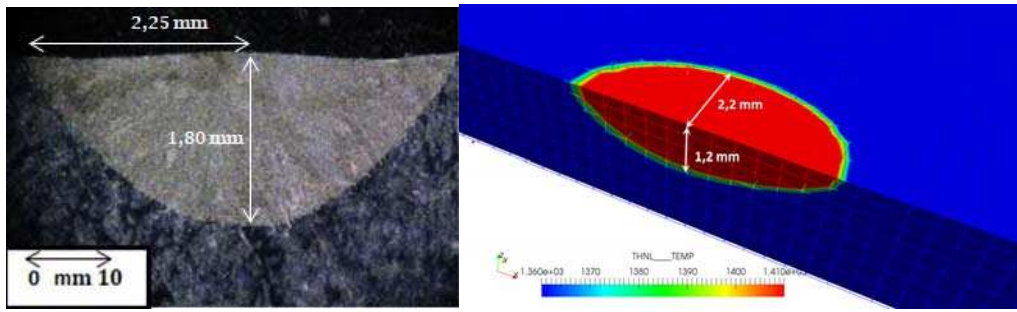


Figure IV.13 : Comparaison de la taille de la zone fondue expérimentale et celle obtenue par simulation à 60 mm de la ligne de démarrage

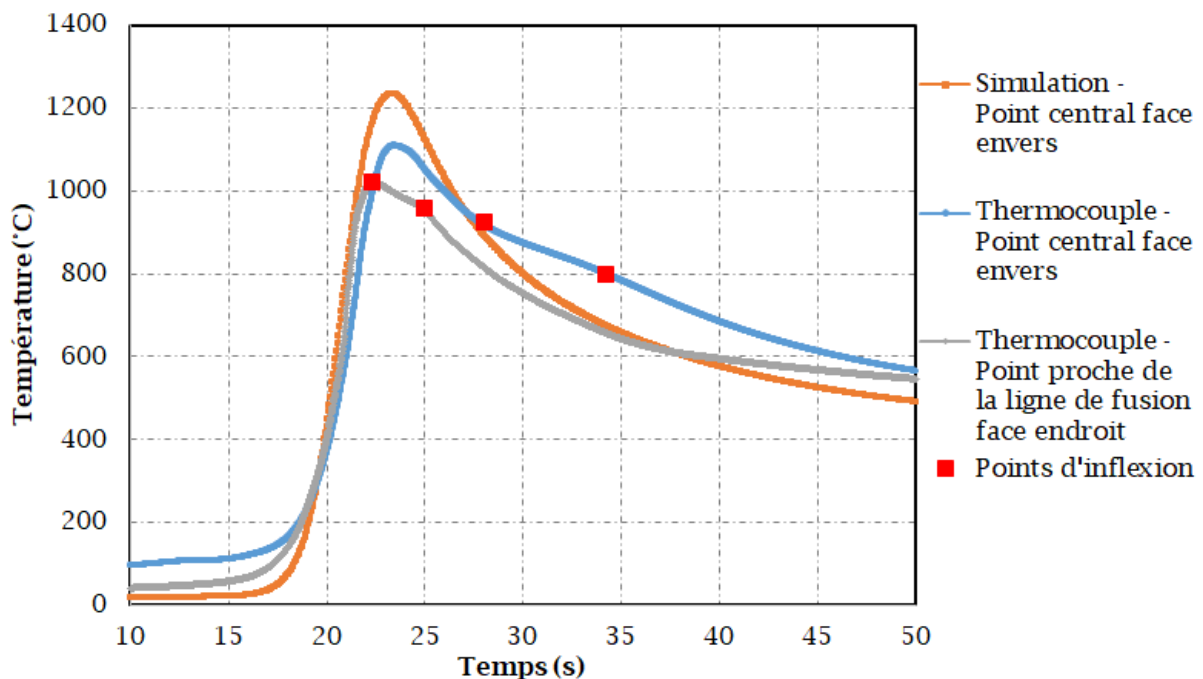


Figure IV.14: Comparaison entre mesures de température par thermocouples et simulations pour le matériau A (à noter que les mesures ne sont pas fiables (perte de contact)).

La Figure IV.13 permet de visualiser la taille de la zone fondue numérique selon une coupe transversale au sens de soudage en considérant que la zone fondue est délimitée par l'isotherme du solidus de l'alliage soit 1390°C. Les valeurs obtenues numériquement sont une largeur de 2 x 2,2 mm et une profondeur de 1,2 mm. Si la valeur numérique de la mi-largeur du bain est très proche de la valeur expérimentale (2,2 mm contre 2,25mm), il n'en est pas de même pour la profondeur. En effet, la profondeur du bain fondu mesurée par la macrographie est de 1,8 mm, plus élevée que celle obtenue numériquement (1,2 mm). Ce décalage pourrait venir du fait que nous avons calé la source thermique en prenant en compte seulement les données des thermocouples et la largeur du bain et que les mesures des thermocouples ne

sont pas fiables. En effet, les essais réalisés au Centre Technique d'AREVA NP n'ont pas permis d'exploiter les thermocouples de manière optimale. Aux plus hautes températures, les pentes des courbes de refroidissement des thermocouples rendent compte d'une anomalie (point d'inflexion) imputable à une possible perte de contact des fils en cours d'essai. Les données acquises sur une éprouvette d'épaisseur 3 mm sont tout de même utilisées pour s'assurer de la vraisemblance des résultats sur les valeurs maximales de température et sur les tendances en fin de refroidissement (figure IV.14). Toutefois le recalage numérique des paramètres de la source de chaleur pourrait être amélioré lors des prochaines campagnes PVR qui seraient réalisées à EDF R&D avec une procédure plus robuste d'implantation des thermocouples.

IV.2.1.3. Modélisation thermomécanique

La modélisation thermo-mécanique consiste à appliquer le chargement mécanique de l'essai PVR tout en utilisant l'histoire thermique précédemment calculée comme donnée d'entrée. Le chargement mécanique se traduit par un déplacement uniforme imposé dans la direction de traction sur un des mors de l'éprouvette en encastrant l'autre mors dans la même direction. Les mouvements de corps rigide sont par ailleurs empêchés. Le comportement du matériau est décrit par un modèle Elasto-Visco-Plastique EVP avec écrouissage mixte isotrope et à une variable cinématique de type Chaboche.

Les paramètres utilisés sont toujours ceux identifiés à partir des essais de traction-relaxation dans la thèse de Minh Le portant sur la fissuration à chaud de la nuance 316L(N) (tableau IV.1).

IV.2.2. Analyse des simulations

Afin de vérifier la pertinence de ces paramètres pour traduire le comportement du matériau de cette étude, la courbe expérimentale présentant la force appliquée à l'éprouvette en fonction du déplacement imposé sur les mors est comparée aux résultats de simulation sur la figure IV.15. Cette comparaison montre que les paramètres tirés des travaux de Minh LE conduisent à surestimer la résistance mécanique du matériau. Pour la suite des analyses, les paramètres du modèle de Chaboche pour l'alliage 316L sont revus de manière à réduire la résistance mécanique aux températures les plus basses ($< 775^{\circ}\text{C}$) et proposer une évolution monotone de ces paramètres avec la température. Les nouveaux paramètres sont présentés dans le Tableau IV.2. Dans la limite d'un déplacement de 5mm, les courbes force-déplacement expérimentales pour différents matériaux sont proches l'une de l'autre (figure IV.15 a). La confrontation donne d'excellentes comparaisons jusqu'à un déplacement de 5 mm (figure IV.15 b). Ce déplacement correspond à l'instant 58 s qui est atteint lorsque l'arc est à la position 116 mm par rapport à la ligne de début de l'essai, c'est-à-dire à une position qui couvre l'apparition des premières fissures pour tous les essais. La bonne comparaison calcul-mesure garantit la représentativité du modèle à l'échelle globale pour la mise en place d'un critère local permettant de définir un domaine de fissuration.

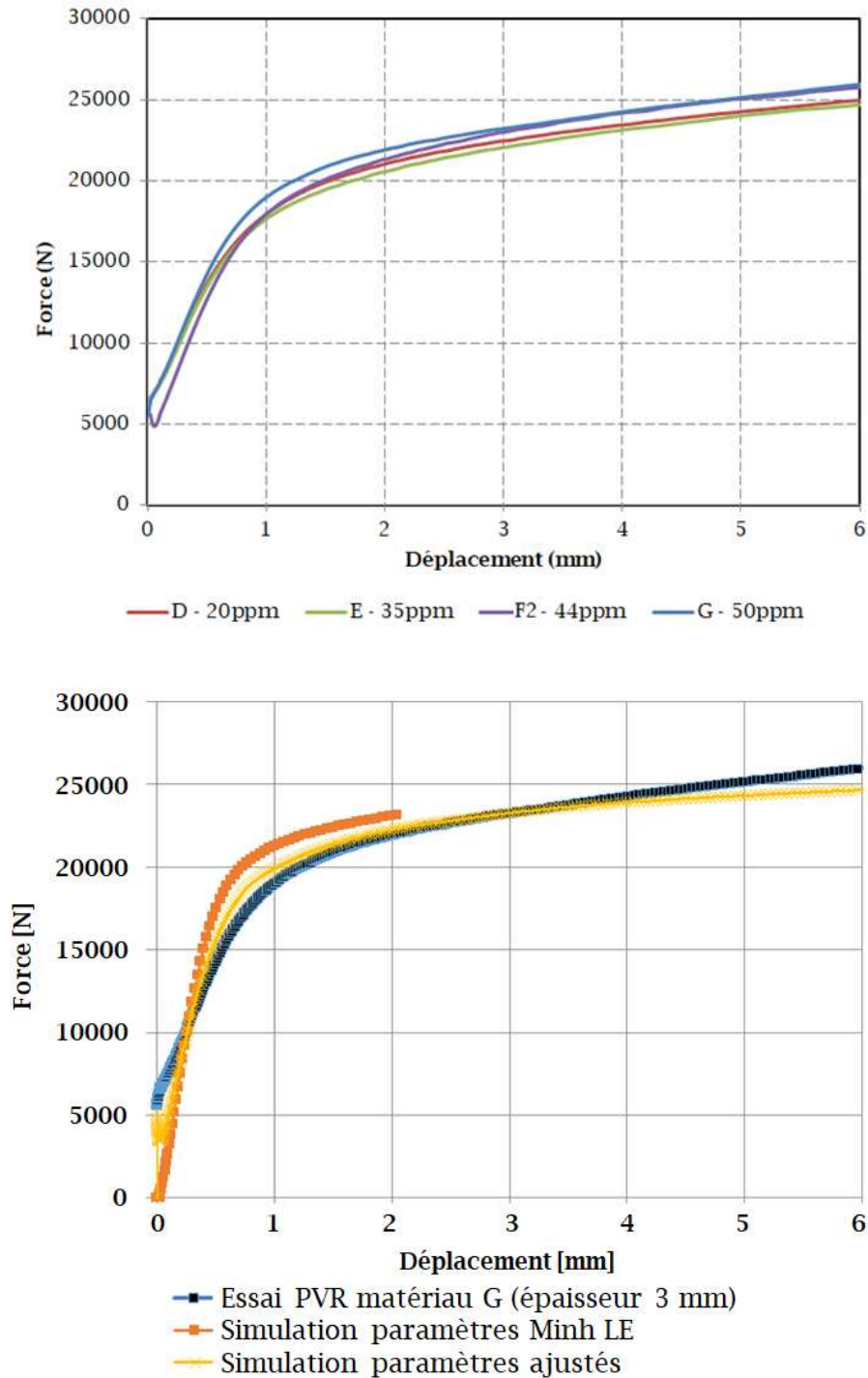


Figure IV.15 : a - courbes force - déplacement expérimentales pour différents essais ;
 b - comparaison de la courbe force - déplacement expérimentale du matériau G avec celle de simulation.

Afin d'illustrer les résultats de simulation de l'essai PVR et de mieux comprendre les sens de cet essai, le niveau des contraintes dans la direction de traction dans la direction xx est représenté sur la Figure IV.16 sous forme d'isovaleurs à différents instants correspondant aux positions de l'arc électrique à 17.5 mm, 35 mm, 70 mm, 105 mm et 170 mm de la ligne de

démarrage. Les résultats montrent qu'à mesure que l'essai progresse, les contraintes de compression obtenues par auto-équilibrage sous l'effet du soudage seul (en bleu) disparaissent au profit de contraintes majoritairement en traction et de plus forte intensité pour les derniers instants représentés (en rouge). Cela justifie le fait qu'un matériau pour lequel la première fissure apparaît plus tôt est plus sensible à la Fissuration A Chaud que celui pour lequel la première fissure apparaît plus tard. Nous avons ainsi vérifié par la voie numérique, le sens de l'essai PVR vis-à-vis de la sensibilité à la Fissuration A Chaud du matériau.

	E (MPa)	R₀ (MPa)	R_I (MPa)	b (-)	K (MPa.s ^{1/N})	N (-)	C (MPa)	G (-)
20°C	190000	60	130	8	151	24	30000	350
600°C	140000	10	80	8	150	12	20000	300
775°C	78800	9.2	79.4	16.5	179	12.8	8118.9	279
850°C	56300	2.4	19.8	22.5	298	7.06	1324.4	154
1000°C	40000	1	15.7	7.97	192	5.25	244.6	26.3
1150°C	37200	0.2	0.2	7.97	111	4.98	0	26.3
1250°C	20300	0.1	0.1	7.97	70	4.91	0	26.3

Tableau IV.2 : Paramètres du modèle de Chaboche réidentifiés pour simuler les essais PVR. En italique rouge les valeurs modifiées.

Pour pouvoir proposer un critère de fissuration à chaud par liquation basé sur les résultats des essais PVR et la simulation numérique, il est important de comprendre la liaison entre le chargement externe appliqué sur la zone à risque (ZAT) et les grandeurs mécaniques dans cette zone. Ces dernières sont la résultante du chargement externe et de la réchauffe locale de la soudure. L'observable mécanique que l'on étudie dans la ZAT est le champ de contrainte, car c'est un facteur primordial qui influence l'apparition des fissures. En effet, les fissures ne se créent pas si les contraintes sont en compression à tout moment.

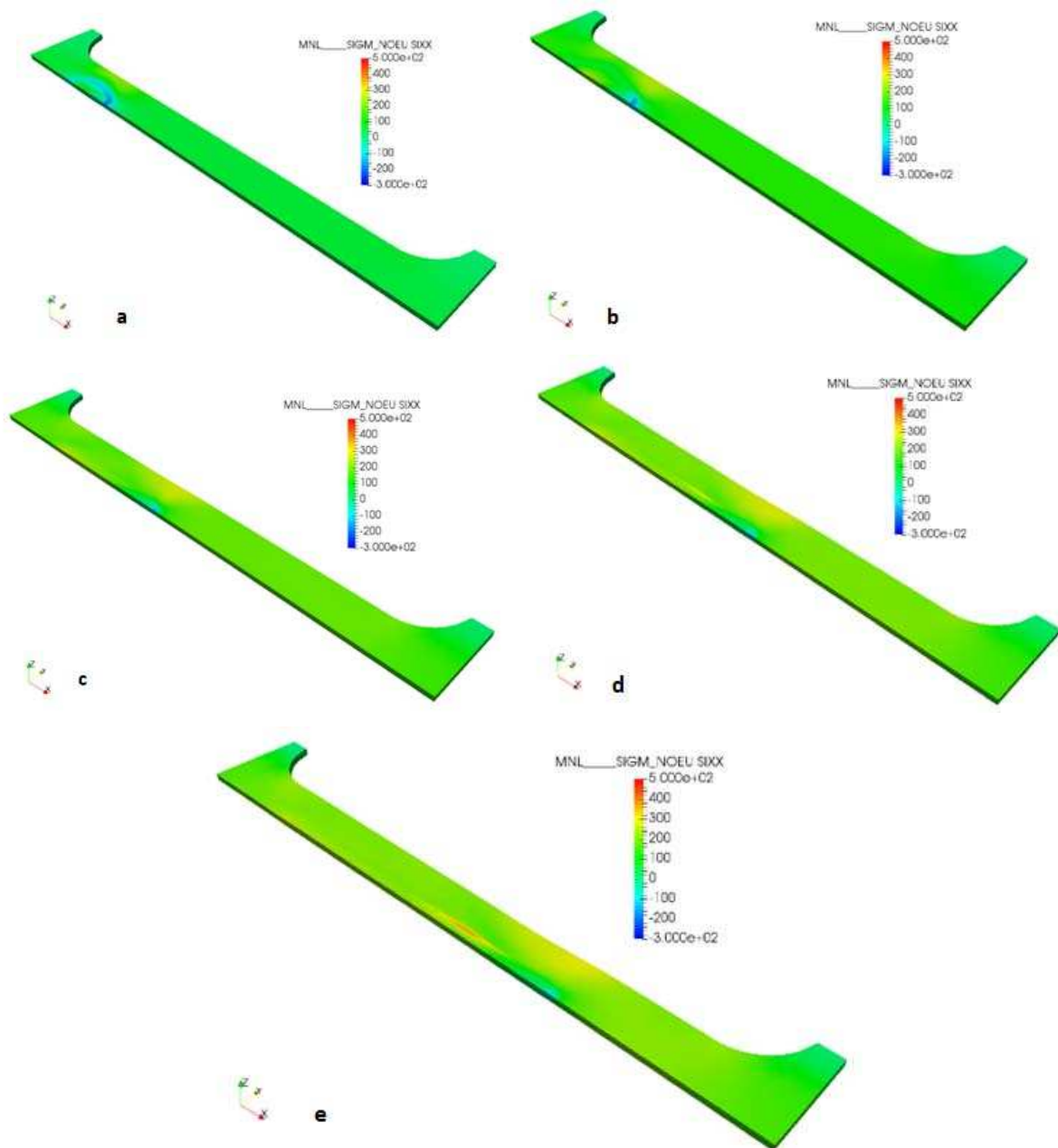


Figure IV.16 : Contraintes dans la direction de traction (perpendiculaires aux lèvres des fissures observées) à différentes positions de l'arc électrique a) 17.5 mm, b) 35 mm, c) 70 mm, d) 105 mm et e) 170 mm (déformée x2)

Le chargement externe s'appliquant sur la ZAT à chaque instant est pris comme la moyenne du champ de contrainte dans chaque section de l'éprouvette PVR perpendiculaire à l'avance de la torche. L'évolution de cette grandeur peut se calculer simplement à partir du résultat expérimental de la force qui a été enregistrée par la machine d'essai. Elle est indépendante de la section choisie car l'aire de section est, lors d'un calcul de la contrainte moyenne, considérée comme invariable le long de l'éprouvette. En effet, l'influence de la dilatation thermique sur

l'aire de section est négligeable (de l'ordre d'un pour cent). En parallèle, l'évolution de la contrainte dans la ZAT est obtenue par la simulation numérique du problème thermomécanique.

Pour ce faire, l'évolution de la contrainte σ_{xx} à différents points dans la section où se trouvent les premières fissures par liquation est analysée. Pour les nuances 44 ppm (F) et 50ppm (G) qui contiennent des teneurs en bore élevées, les premières fissures par liquation apparaissent à environ 65 mm après la ligne du début de fusion, soit dans la section en $x = -25$ mm (dans le repère centré au centre de l'éprouvette - figure IV.17). Pour pouvoir choisir les points à analyser, l'évolution du champ de température de l'éprouvette au cours du temps est analysée pour identifier la zone de fusion et la ZAT. La simulation du problème thermique nous indique que la zone de fusion a une demi-largeur de 2,15 mm et que la ZAT se trouve entre 2,15 mm et 3,05 mm du centre de la ligne de soudure. Nous avons donc choisi 5 points dans cette section qui seront analysés. La figure IV.17 montre la position relative de ces 5 points dans l'éprouvette PVR. Le premier point (-25 ; 2,17 ; 1,5) se trouve dans la ZAT très proche de la zone de fusion, le deuxième (-25 ; 2,5 ; 1,5) se trouve vers le milieu de la ZAT, le troisième (-25 ; 2,83 ; 1,5) se trouve loin de la zone fondue, le quatrième (-25 ; 4 ; 1,5) se trouve dans la zone hors de la ZAT et le dernier (-25 ; 16 ; 1,5) se trouve très loin de la ZAT. Ces cinq points se situent tous sur la face endroit de l'éprouvette. En effet, d'après l'analyse dans le chapitre précédent, les fissures par liquation sont situées près de la face endroit et ne sont pas présentes en profondeur.

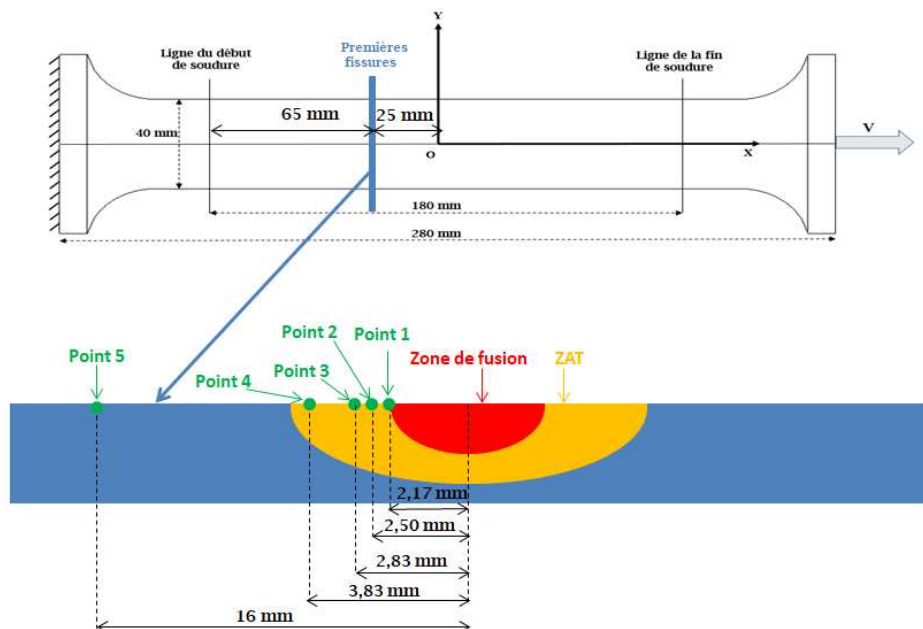


Figure IV.17 : Position des points sur l'éprouvette PVR pour l'analyse mécanique

La figure IV.18 présente l'évolution de la contrainte en fonction du temps de ces 5 points ainsi que celle de la contrainte moyenne expérimentale et de la température pour les points dans la

ZAT 1, 2 et 3. Bien que confronter les contraintes locales en plusieurs points à la contrainte expérimentale soit difficile en raison de l'incertitude dans la définition du temps initial des mesures expérimentales vis-à-vis du temps initial du calcul, nous avons fait le choix de superposer la contrainte expérimentale et la contrainte locale en un point loin de la zone fondue (point 4) afin d'amorcer une comparaison. De plus, comme les fissures apparaissent dans les 100 premiers millimètres, nous n'étudions que les 50 premières secondes de l'essai.

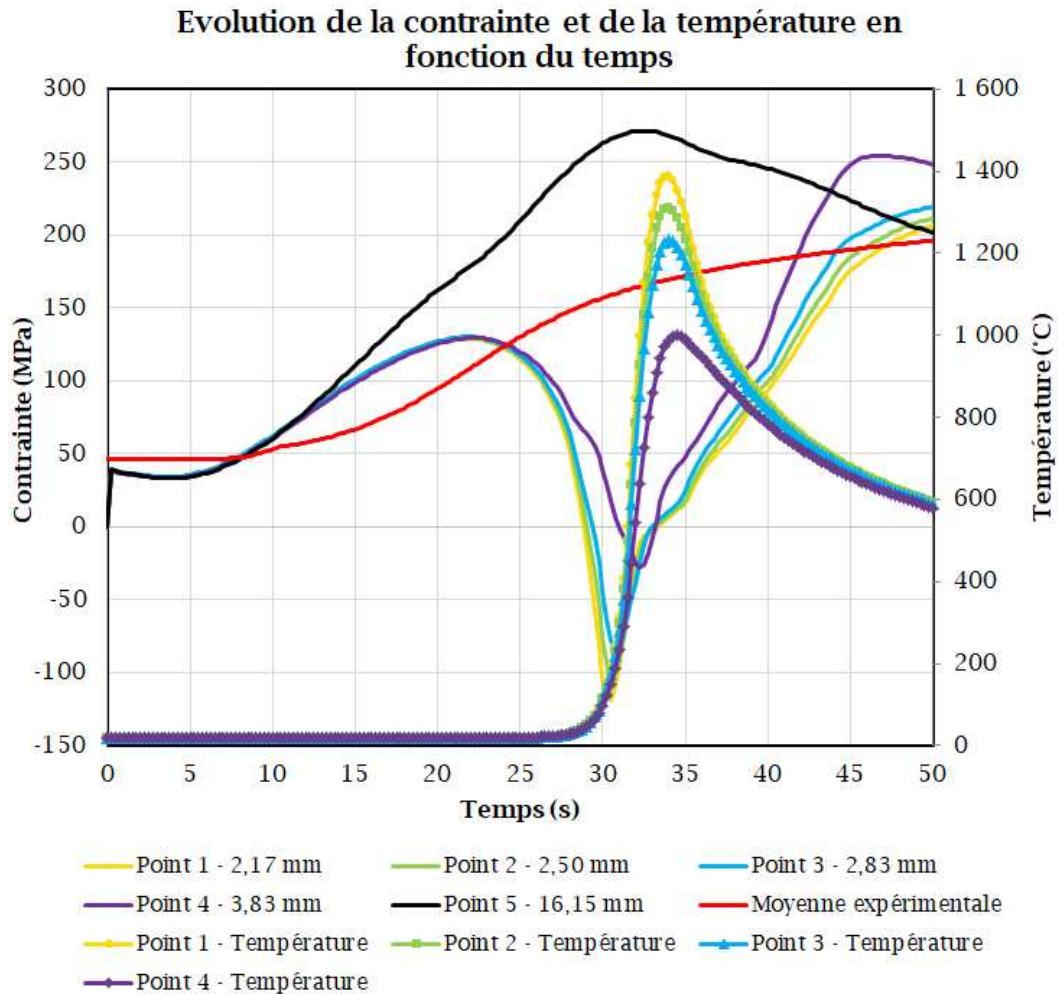


Figure IV.18 : Evolution de la contrainte pour les différents points analysés

Nous remarquons que l'apport de chaleur lors du passage de la torche de soudure influence plus ou moins l'évolution de la contrainte calculée au niveau des points analysés. Plus le point analysé est proche de la zone de fusion, plus cette influence est importante. En effet, lorsque la torche s'approche de la section étudiée qui se trouve à 65 mm après la ligne du début de fusion soit à $65/2=32,5$ secondes ($V_s = 2$ mm/s) après le début de l'essai, la contrainte σ_{xx} devient de plus en plus faible pour les points proches de la ligne de fusion, malgré la montée en chargement externe. Plus précisément, la contrainte passe de tension en forte compression pour les points 1, 2 et 3 qui se trouvent dans la ZAT lorsque la torche s'approche de ces points puis revient en tension lorsque la torche s'en éloigne. Pour le point 4, à une distance à l'axe de

3,83 mm, la température maximale atteinte est de 1000°C, la contrainte passe de tension en légère compression lorsque la torche s'approche. Pour le point 5 (16 mm) qui se trouve très loin de la ZAT, le champ d'autocontrainte fait que la contrainte en ce point est supérieure à la moyenne.

La chute de la contrainte peut s'expliquer qualitativement par la dilatation thermique de la zone chauffée. En effet, lorsque la torche s'approche de la section étudiée, le gradient de la température dans le sens transversal devient important. Ce gradient engendre un champ de contrainte auto-équilibré qui s'ajoute au champ de contrainte dû au chargement externe. En raison de la dilatation thermique, ce champ de contrainte auto-équilibré est en compression dans la zone où la température est élevée et en tension dans la zone où la température est plus faible. En particulier, dans la ZAT, la température est tellement élevée que la contrainte totale est en compression malgré la traction du vérin. Lorsque la torche s'éloigne de la section étudiée, le refroidissement de la ZAT fait que la contrainte totale redevient positive. C'est donc dans cette période que des fissures de liquation sont susceptibles d'apparaître.

Nous constatons que la courbe de contrainte du point 5 est au-dessus de la courbe de la contrainte moyenne expérimentale, ce qui est raisonnable. En effet, comme nous avons analysé plus haut, la contrainte dans la zone proche de la ligne de soudure est faible, voire négative à cause de la contrainte d'origine thermique auto-équilibrée. En revanche, pour la région plus loin de la ligne de soudure, cette contrainte auto-équilibrée s'ajoute à la contrainte due à la traction. Cela donne une valeur de contrainte en tension plus élevée que la contrainte de traction, qui n'est rien d'autre que la contrainte moyenne dans la section.

Nous venons d'analyser l'évolution de la contrainte σ_{xx} et de la température tout au long de l'essai à différents points dans l'éprouvette. Pour faciliter la recherche du critère de fissuration à chaud, nous nous limitons à une représentation 2D. Comme la température et la contrainte sont deux facteurs primordiaux pour l'établissement du critère, nous décidons de les représenter sur un diagramme contrainte - température. Le temps sera également un facteur à prendre en compte car la durée du temps de maintien influence la chute de ductilité à chaud des matériaux à haute teneur en bore.

Ainsi, nous travaillerons désormais sur la représentation contrainte - température. La figure IV.19 montre un exemple de cette représentation pour les points 1 et 2 que nous avons étudiés et qui sont positionnés dans la ZAT, siège de la fissuration à chaud par liquation. On peut noter que, comme attendu pour des points se trouvant dans la zone de risque de liquation, les points 1 et 2 sont en compression au chauffage dans l'intervalle de température 1150-1280°C mais en traction dans le même intervalle lors du refroidissement.

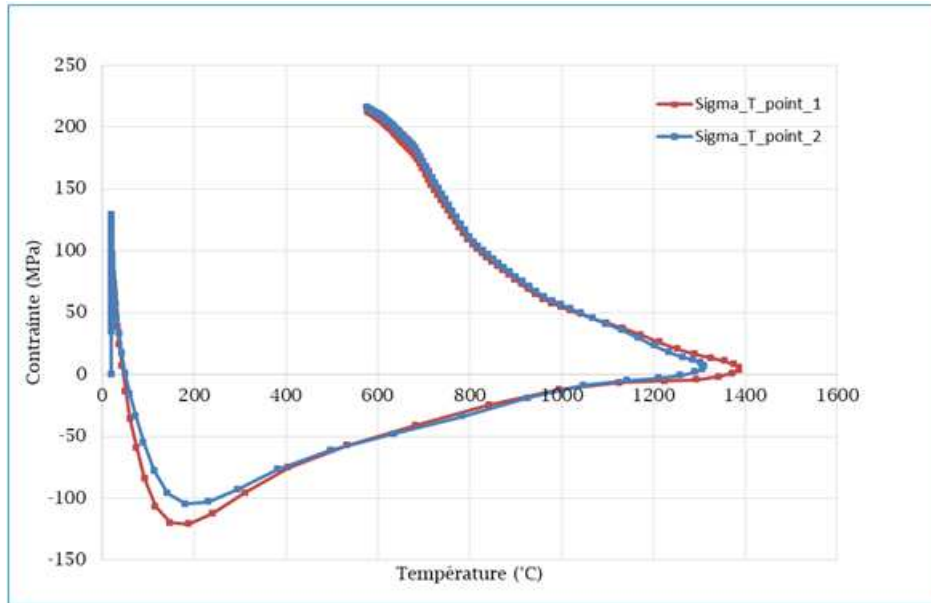


Figure IV.19 : courbes contrainte - température des points 1 et 2 au cours de l'essai

Nous avons ainsi présenté notre modèle numérique pour simuler le problème thermomécanique de l'essai PVR. Ce modèle nous permet de retrouver certains résultats expérimentaux. En effet, nous sommes partis des caractéristiques thermomécaniques de la thèse de Minh LE, de la source de Goldak pour la simulation thermique et du modèle d'élastoviscoplasticité de Chaboche pour la simulation mécanique. Nous avons utilisé ces éléments pour simuler un essai de Satoh et comparé le résultat avec celui de la thèse de Depradeux dans les mêmes conditions, ce qui montre une concordance. Nous avons ensuite effectué un recalage de la source thermique en se basant sur les données des thermocouples et sur la largeur du bain fondu, puis réalisé le calcul thermique avec cette source. Bien que la largeur du bain fondu soit cohérente avec celle mesurée avec la macrographie, la profondeur obtenue est plus faible que celle mesurée. Cela pourrait venir du fait que les fils des thermocouples perdent leur contact avec l'éprouvette à haute température.

Nous avons ensuite effectué un calcul mécanique en prenant en entrée le champ thermique obtenu lors du calcul thermique. Nous avons pu observer que la courbe force - déplacement obtenue est proche de la courbe expérimentale. Nous avons finalement effectué une analyse fine sur l'évolution de la contrainte et de la température en fonction du temps dans le but de retrouver qualitativement les résultats expérimentaux et de la bibliographie. En effet, nous avons constaté que l'évolution de la contrainte locale à un point donné varie selon sa distance par rapport à la ligne centrale de fusion. Plus il est proche de la zone fondue, plus la contrainte est en compression lors de l'approche de la source. Lors de l'éloignement de la source, le refroidissement fait que certains points dans la ZAT redeviennent en tension, ce qui pourrait créer des fissures par liquation si d'autres exigences sont satisfaites (température, temps, teneur en bore). Cela est en cohérence avec la littérature sur le fait que les fissures par

liquation apparaissent lors du refroidissement. De plus, nous avons pu remarquer que la zone en tension au refroidissement dans la ZAT s'élargit avec l'augmentation du chargement externe, ce qui pourrait expliquer l'augmentation du risque de Fissuration A Chaud par liquation à haut niveau de chargement externe pour des faibles teneurs en bore que nous avons constaté lors des essais expérimentaux. Ainsi, malgré le fait que nous n'avons pas totalement confiance envers le calcul thermique, la cohérence entre les résultats de calcul mécanique avec l'expérience et avec la littérature nous suggère d'utiliser ce modèle thermomécanique pour déterminer un critère de Fissuration A Chaud par liquation en prenant en compte différents facteurs : la contrainte locale, la température, le temps, les courbes de ductilité pour chaque matériau. Cela fait l'objet de la section 3.

IV.3. Détermination d'un critère de Fissuration A Chaud par liquation

IV.3.1. Généralités

- Nous avons réalisé des essais Gleeble pour caractériser la température de chute de ductilité de différentes teneurs en bore de la nuance 316L. Nous avons montré que l'on peut approximer un essai Gleeble au refroidissement par un essai au chauffage avec un temps de maintien équivalent. Nous avons remarqué par ailleurs que la température de chute de ductilité diminue brutalement si la teneur en bore dépasse un certain seuil à moins que l'on réalise une étape de temps de maintien isotherme avant de faire la traction. En particulier, à l'issue de la campagne d'essais Gleeble, nous disposons d'une surface de réponse montrant la dépendance de la température de chute de ductilité par rapport à la teneur en bore et au temps de maintien avant traction.
- Nous avons confirmé l'effet négatif du bore sur la sensibilité à la Fissuration A Chaud par liquation à travers des essais Varestreint et surtout des essais PVR. En effet, plus la teneur en bore est élevée, plus des fissures apparaissent à faible chargement. En particulier, à l'issue de l'essai PVR, nous disposons de la courbe montrant la dépendance de la position de la première fissure par liquation par rapport à la ligne du début de fusion en fonction de la teneur en bore.
- Nous avons ensuite réalisé une modélisation numérique de l'essai PVR à partir des données thermiques des thermocouples et des données du matériau prises dans la thèse de Minh LE. La modélisation s'est effectuée en deux étapes : identification des paramètres de la source thermique équivalente et simulation thermomécanique en prenant ces paramètres et des données thermomécaniques dans la thèse de Minh LE. A l'issue de la modélisation numérique de l'essai PVR, nous disposons d'un fichier de résultat qui contient l'évolution de toutes les grandeurs thermomécaniques en fonction du temps.

Ainsi, nous avons tous les facteurs nécessaires pour déterminer un critère macroscopique de Fissuration A Chaud par liquation. Ce critère prendrait en compte a priori la teneur en bore, le temps de maintien, la température et un ou plusieurs grandeurs mécaniques (contraintes, déformations, vitesse de déformation, énergie mécanique etc). Ce critère devrait utiliser les résultats des essais Gleeble, PVR et de la simulation numérique de l'essai PVR.

De plus, ce critère devrait fournir une méthodologie pour revaloriser les matériaux 316L dont la teneur en bore dépasse la valeur réglementaire de 18 ppm.

IV.3.2. Etablissement du critère

L'établissement du critère va se baser sur 2 résultats expérimentaux suivants : la sensibilité à la Fissuration A Chaud par liquation déterminée par les essais Gleeble et la position de la première fissure de l'essai PVR en fonction de la teneur en bore.

Tout d'abord, nous étudions la sensibilité à la Fissuration A Chaud par liquation fournie par la surface de réponse à l'issue des essais Gleeble. Pour mieux comprendre la dépendance de la température de chute de ductilité par rapport à la teneur en bore et au temps de maintien, nous préférons projeter cette surface de réponse dans un plan 2D température - temps. Pour ce faire, nous allons tracer des courbes température de chute de ductilité - temps de maintien dans ce plan 2D pour différentes teneurs en bore. Cette représentation de la surface de réponse est montrée en figure IV.20. Dans cette figure, pour chaque teneur en bore, sont représentés différents points expérimentaux avec une barre d'erreur de 10°C en température pour chacun, ainsi qu'une courbe passant approximativement par ces points.

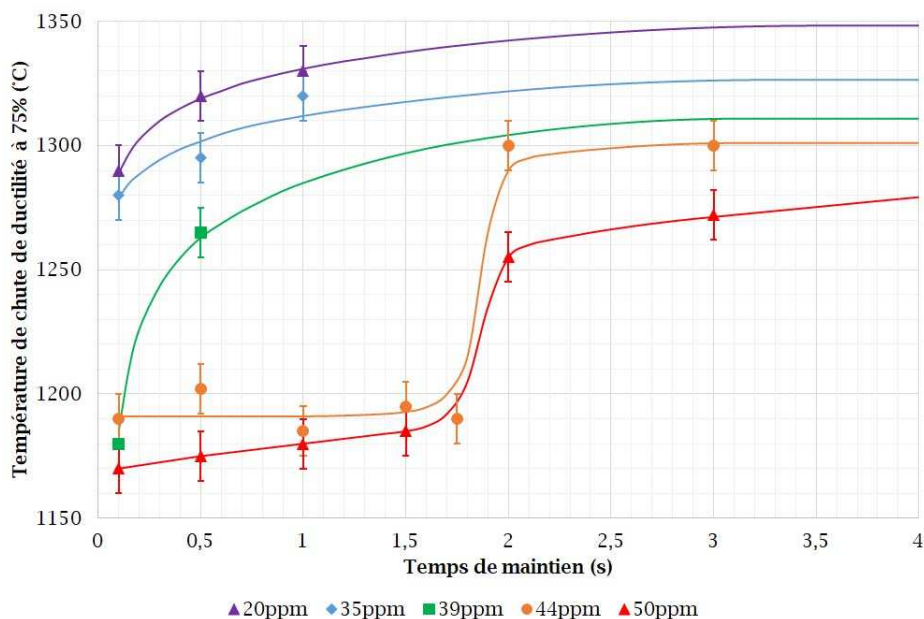


Figure IV.20 : Température de chute de ductilité en fonction du temps de maintien pour différentes teneurs en bore

On remarque qu'il y a effectivement une transition de l'évolution de la sensibilité du matériau en fonction de la teneur en bore entre 39 et 44 ppm. En effet, pour les teneurs en bore inférieures à 39 ppm, la température de chute de ductilité est élevée et augmente avec le temps de maintien. Tandis que pour les teneurs en bore supérieures à 44 ppm, la température de chute de ductilité reste basse tant que le temps de maintien n'atteint pas 1,75s et cette température augmente brutalement avec le temps de maintien à partir de 2s. A 39 ppm la situation est intermédiaire entre ces deux comportements.

Ainsi, nous avons un graphe qui résume le comportement du matériau face au risque de Fissuration A Chaud par liquation à différentes teneurs en bore. Ce graphe fait intervenir 3 facteurs : la température de chute de ductilité, le temps de maintien et la teneur en bore. L'établissement du critère de Fissuration A Chaud par liquation devrait se baser sur ces 3 facteurs et des facteurs thermomécaniques issus de la simulation numérique de l'essai PVR.

Passons maintenant au résultat de l'essai PVR. La figure IV.21 montre la position de la première fissure ainsi que la position pour laquelle la densité des fissures est 3 fissures/10mm et 9 fissures/10mm, en fonction de la teneur en bore. Nous allons nous servir de la courbe de position de la première fissure en fonction de la teneur en bore pour l'établissement du critère.

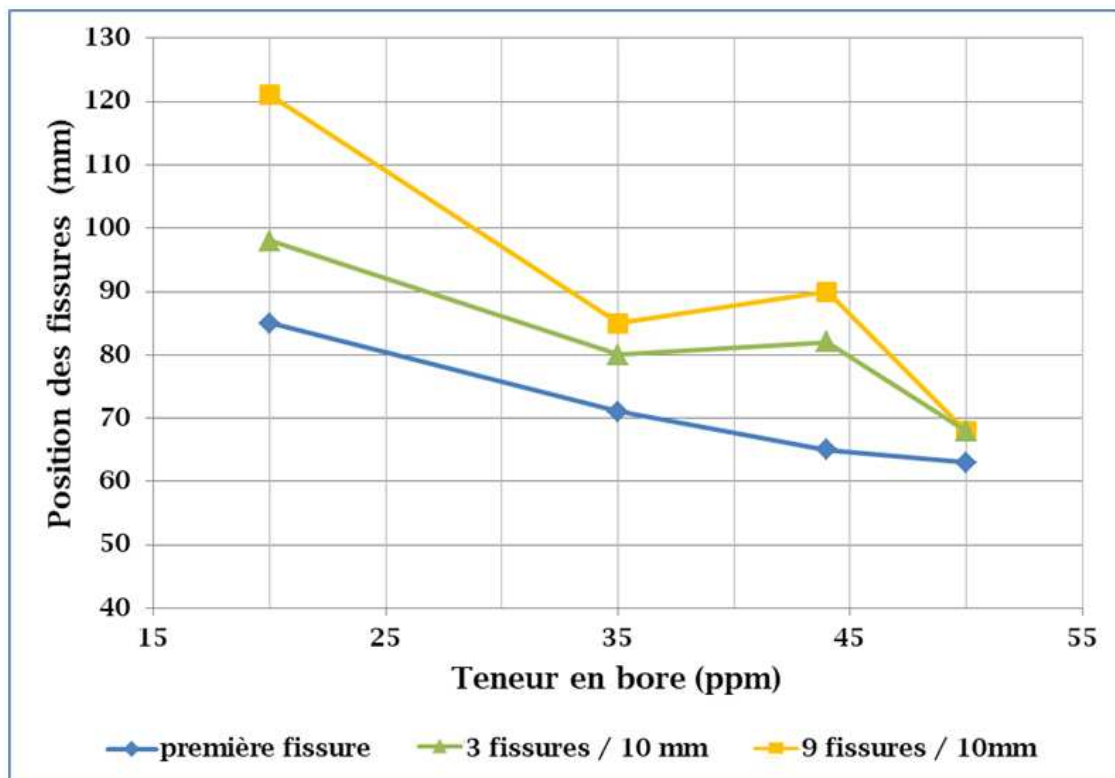


Figure IV.21 : Position de la première fissure en fonction de la teneur en bore

Si la température de chute de ductilité, le temps de maintien et la teneur en bore doivent être tous présents dans le critère, nous ne connaissons pas encore la grandeur thermomécanique qui sera utilisée pour l'établissement du critère. Nous devons donc choisir la grandeur thermomécanique appropriée. Tout d'abord, on remarque que l'état des déformations et de la déformation plastique cumulée ne sont pas des grandeurs raisonnables pour l'établissement du critère de Fissuration A Chaud. En effet, ces grandeurs peuvent prendre des valeurs très élevées sans risque de Fissuration A Chaud tant que les contraintes sont en compression. Quant à l'état des contraintes et de la vitesse de déformation plastique cumulée, ces deux grandeurs sont équivalentes vis-à-vis de l'établissement du critère de Fissuration A Chaud par liquation. En effet, en regardant les paramètres thermomécaniques du matériau à haute température (le paramètre R_f du tableau IV.2), nous remarquons que la valeur limite des contraintes est quasiment nulle dans la plage de température de liquation (dans le cas sans viscosité). Autrement dit, les contraintes sont purement visqueuses dans cette plage. Ces deux grandeurs sont donc équivalentes au sens que l'on peut en déduire l'une à partir de l'autre via la loi de Norton.

Nous préférons utiliser les contraintes pour l'établissement du critère. En effet, les contraintes semblent être une condition suffisante pour créer des fissures à chaud car elles permettent de vaincre les efforts de liaison entre deux joints de grains et le film liquide. Dans notre cas de l'essai PVR, il s'agit d'une traction unidirectionnelle (dans le sens de l'avance de la torche de soudure) et les fissures observées sont perpendiculaires à cette direction. Donc, seule la composante des contraintes dans cette direction nous intéresse. La plus simple façon d'intégrer cette grandeur dans le critère est de la comparer avec une valeur de seuil. Si elle est supérieure au seuil, il y a un risque de Fissuration A Chaud.

Ainsi, il est intéressant d'étudier la courbe 3D contrainte - température - temps de différents points dans l'éprouvette qui est issue de la simulation numérique de l'essai PVR. Ces points étudiés correspondent à des endroits où les premières fissures apparaissent pour chaque teneur en bore. Pour faciliter l'étude, nous allons représenter cette courbe dans un espace 2D contrainte - température, le temps étant représenté par des marqueurs sur la courbe. La figure IV.22 montre un exemple des courbes contrainte - température à un point dans la ZAT sur la face endroit et à 40mm et à 80mm après la ligne du début de soudure. L'intervalle de temps entre deux marqueurs est de 0,25s.

La contrainte est en tension au début de l'essai en raison d'une mise en tension avant l'essai. Elle diminue progressivement jusqu'à une valeur minimale en raison de la dilatation thermique de l'éprouvette, puis elle remonte à la fin du chauffage et pendant le refroidissement. En particulier, à la fin du chauffage, la contrainte peut être positive ou négative selon l'endroit où se trouve le point étudié. En effet, pour les points proches du début de fusion, le niveau de traction lorsque la torche de soudure passe par ces points (température

maximale atteinte) reste faible pour combler la dilatation thermique intense, la contrainte est donc en compression. Pour les points qui se trouvent loin de la ligne du début de fusion, la traction est suffisamment élevée pour combler la dilatation thermique, la contrainte est donc en tension. Nous remarquons également que lors du chauffage, le niveau de compression est plus important pour les points qui se trouvent près de la ZAT en raison de la dilatation thermique.

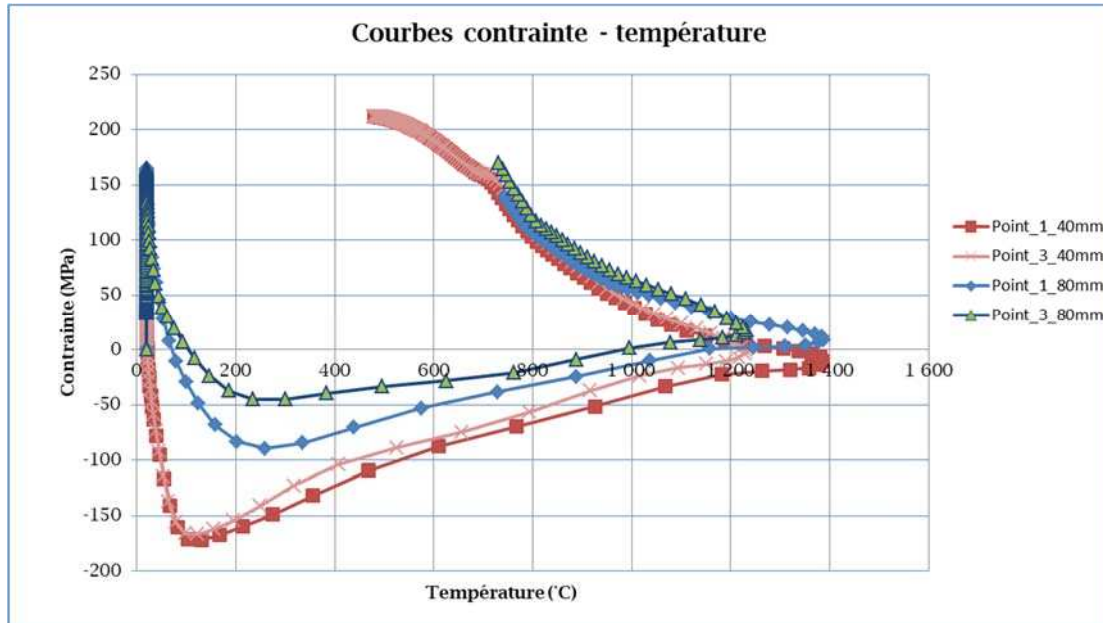


Figure IV.22 : Courbes contrainte - température à 40mm et à 80mm après la ligne du début : le point 1 se situe très proche de la zone fondue, et le point 3 se situe à 2.83mm de la ligne centrale)

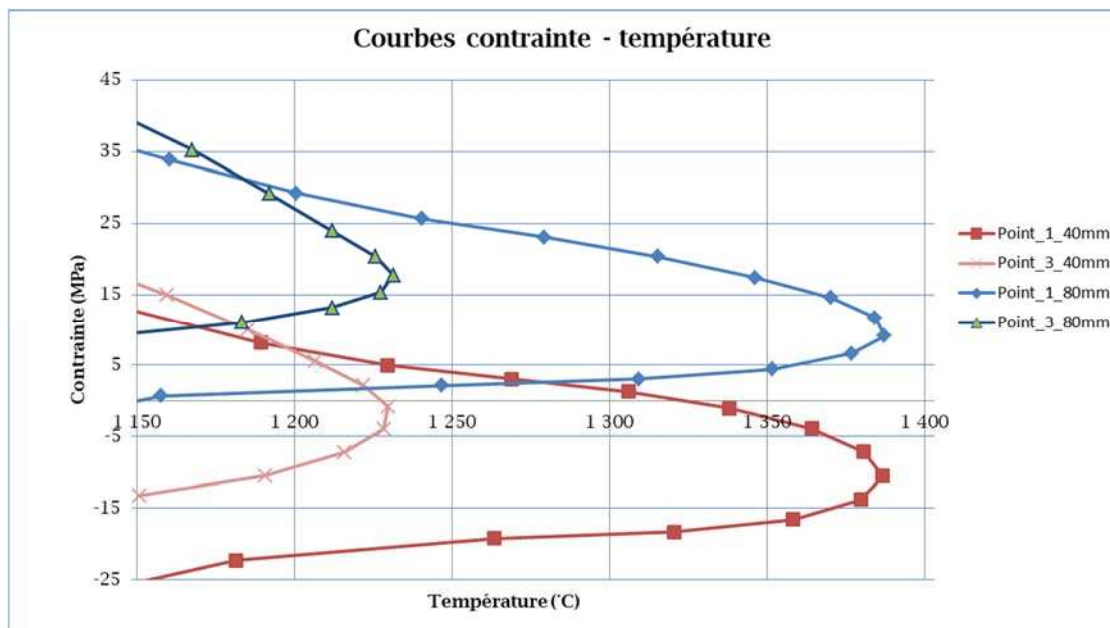


Figure IV.23 : zoom de la figure IV.22 dans la plage de température de liquation

Etant donné que la température de liquation est supérieure à 1150°C, nous nous intéresserons désormais à la partie des courbes contrainte - température pour laquelle la température est plus haute que 1150°C. Ces courbes sont ainsi représentées dans la figure IV.23.

Les courbes contrainte - température pour les points situés 80mm après le début de la ligne de fusion correspondent globalement à celles des points situés à 40mm mais décalées d'environ + 20 MPa. En effet, s'il n'y a pas de chargement externe ou un chargement externe faible (à 40mm), la contrainte reste en compression au cours de chauffage et ne devient en tension qu'au refroidissement. Tandis que la contrainte peut être en tension même au chauffage si le chargement externe est plus important (à 80mm). Le risque de Fissuration A Chaud dans le dernier cas est donc plus élevé que celui du premier cas.

Nous allons maintenant déterminer un seuil de contrainte en-dessous duquel le risque de Fissuration A Chaud par liquation est nul quel que soit la température, le temps de maintien et la teneur en bore. Nous allons proposer deux manières de choisir ce seuil qui correspondent à deux critères de Fissuration A Chaud par liquation.

IV.3.2.1. Premier critère de Fissuration A Chaud par liquation

Nous allons d'abord étudier et simplifier les résultats des essais Gleeble en déterminant deux grandeurs caractéristiques de chaque nuance : la température caractéristique et le temps caractéristique. Puis, nous allons présenter le critère de Fissuration A Chaud en se basant sur ces deux grandeurs caractéristiques et la contrainte de seuil qui sera déterminée ensuite en prenant en compte des courbes contrainte - température de la nuance la plus sensible. La vérification de ce critère sur les autres nuances se fera en dernière étape.

Nous commençons par étudier les différentes courbes de sensibilité à la Fissuration A Chaud par liquation. Nous constatons que la température de chute de ductilité est supérieure à 1280°C pour les nuances dont la teneur en bore est plus faible que 39 ppm, et dès que l'on dépasse 0,5s de temps de maintien. Pour les nuances contenant plus de 39 ppm de bore, la température de chute de ductilité dépend du temps de maintien de la façon suivante : si le temps de maintien est plus faible que 2 secondes, la chute de ductilité a lieu à 1180°C, s'il est supérieur ou égal à 2 secondes, la chute de ductilité a lieu à haute température. Ces températures 1180°C et 1280°C seront appelées températures caractéristiques de la nuance en question. Le temps de maintien sera appelé le temps caractéristique de la nuance. Pour simplifier ces résultats en étant conservatif, nous considérons ces résultats comme les suivants : pour les teneurs en bore inférieures à 39 ppm, ces deux grandeurs caractéristiques valent 1280°C et 0,5s respectivement et pour les teneurs en bore supérieures à 39 ppm, ils valent 1180°C et 2s respectivement.

Nous pouvons maintenant annoncer le critère de Fissuration A Chaud. Le risque de fissuration à chaud par liquation à un point donné et à un moment donné pour un matériau donné est non nul lorsque les 3 conditions suivantes sont satisfaites à la fois :

- Condition de la température : la température au point considéré et au moment considéré est supérieure à la température caractéristique du matériau.
- Condition du temps de maintien : l'écart temporel entre le moment considéré et le moment où la température au point considéré passe par la température caractéristique du matériau au chauffage est inférieur au temps caractéristique du matériau.
- Condition de la contrainte : la contrainte au point considéré et au moment considéré est supérieure à la contrainte de seuil positive.

Ce critère définit, à chaque instant, une zone de risque sur l'éprouvette. Cette zone est vide tout au début de l'essai car la contrainte en tout point dans la ZAT est en compression. Au fur et à mesure que la torche de soudure avance, le chargement externe devient de plus en plus important et à un moment donné, la zone de risque commence à apparaître car la contrainte devient en tension dans la ZAT.

Nous allons maintenant définir la valeur de contrainte de seuil en étudiant les courbes contrainte - température de la nuance la plus sensible (50 ppm) en 3 points dans la ZAT dont la distance par rapport à la ligne centrale est 2.17mm, 2.5 mm et 2.83 mm respectivement (figure IV.24) et dont la distance par rapport à la ligne du début est de 63 mm. Cette dernière valeur correspond à l'endroit où la première fissure de liquation apparaît. Nous rappelons que le point 1 correspond à la frontière entre la zone de fusion et la ZAT qui peut atteindre une température maximale de 1390°C. Le point 3, quant à lui peut atteindre une température maximale de 1230°C, soit un peu plus élevée que la température de fusion de l'eutectique austénite/borure de fer qui est de 1180°C. Pour déterminer la contrainte de seuil, nous devons tout d'abord déterminer le moment où la température passe la température caractéristique (1180°C) au chauffage. Ensuite, nous faisons avancer 2 secondes sur chacune des trois courbes contrainte - température, ce qui correspond à avancer 8 marqueurs sur chaque courbe (l'écart temporel entre deux marqueurs consécutifs est de 0.25 seconde). Nous notons les valeurs de contrainte de ces trois points. La contrainte de seuil est déterminée comme le minimum de ces trois valeurs. La figure IV.25 présente la manière de déterminer cette contrainte de seuil. La valeur obtenue est de 10 MPa (seuil 1).

La dernière étape consiste à valider ce critère sur les trois autres nuances à plus basse teneur en bore. Pour ce faire, nous allons analyser les différentes courbes contrainte - température pour différentes distances par rapport à la ligne du début de fusion. Nous avons choisi ces distances suivantes : 40 mm, 63 mm, 71 mm et 85 mm. Ces trois dernières valeurs correspondent aux 3 points où la première fissure apparaît pour 3 nuances considérées (20,

35 et 44 ppm). La figure IV.26 montre toutes ces courbes avec la prise en compte de la contrainte de seuil.

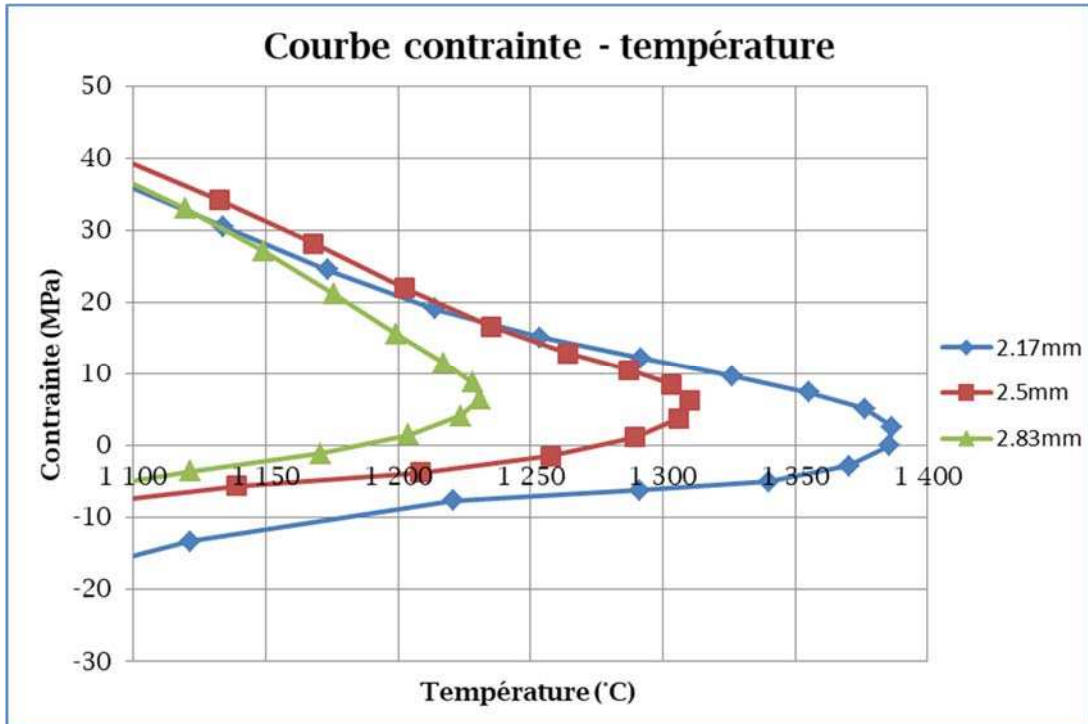


Figure IV.24 : Courbe contrainte - température en point 1, 2 et 3 à 63 mm

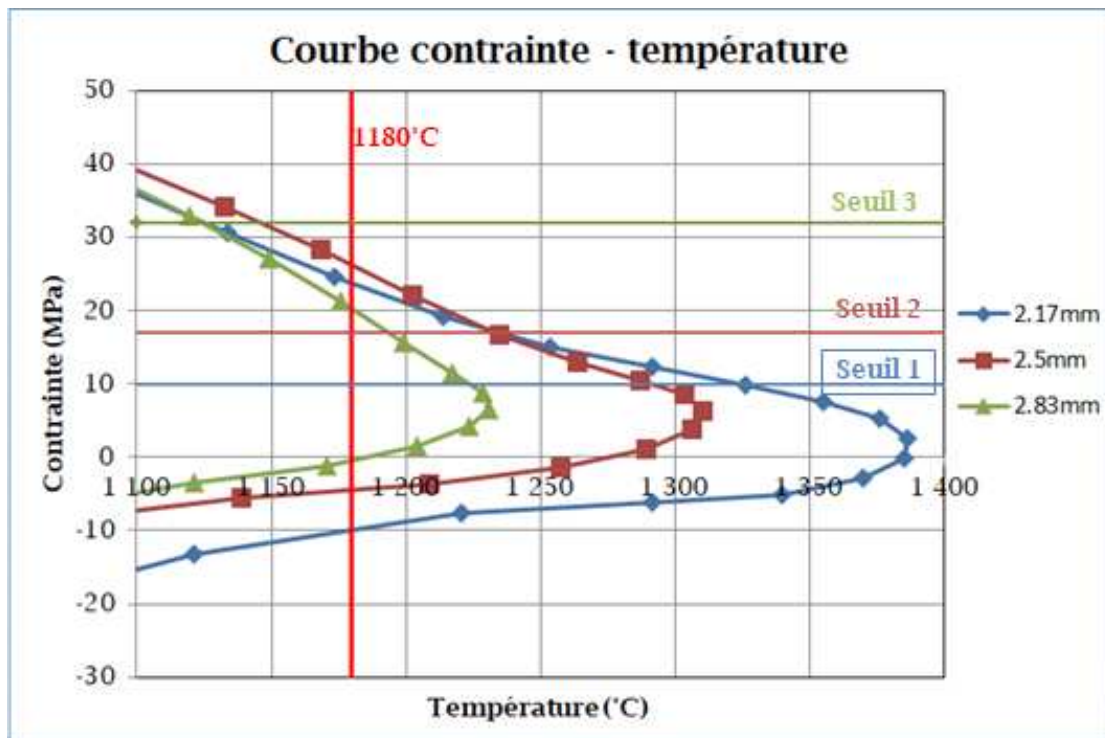


Figure IV.25 : Choix du seuil de contrainte

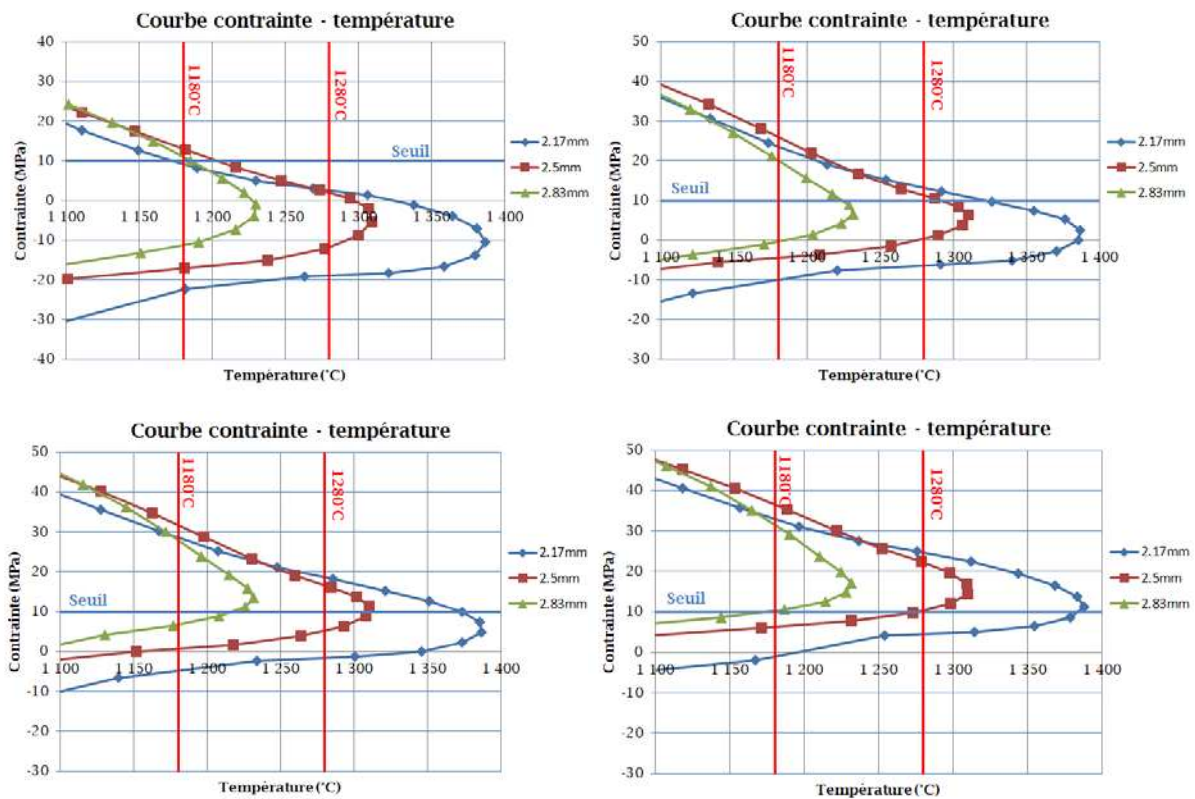


Figure IV.26 : Validation du critère : courbes contrainte - température à 40 mm (haut, gauche), 63 mm (haut, droite), 71 mm (bas, gauche), 85 mm (bas, droite)

Nous allons analyser tous ces graphes un par un.

- A 40 mm, aucune fissure n'a été observée. Au point 3 (2.83 mm de la ligne centrale), la température dépasse 1180°C au chauffage et lors du refroidissement, la température repasse à 1180°C pour une contrainte de 10 MPa. Partout ailleurs on n'atteint pas 10 MPa après 2 secondes d'excursion au-delà de 1180°C ou 0.5 seconde au-delà de 1280°C. On en conclut donc qu'en dessous de 10 MPa, aucun risque de fissuration quel que soit l'excursion en température, y compris pour les teneurs en bore élevées de 44 ppm et 50 ppm.
- A 65 mm, les premières fissures sont observées pour 50 ppm et 44 ppm mais pas pour 20 et 35 ppm. Loin de la zone fondue (2.83 mm), on atteint environ 21 MPa au refroidissement après 2s de maintien au-dessus de 1180°C mais on n'atteint jamais 1280°C. A 2,5mm de la ligne centrale, on atteint environ 15 MPa au refroidissement après 2s de maintien au-dessus de 1180°C mais seulement 5 MPa après 0,5s au-dessus de 1280°C. A 2,17mm de la ligne centrale, on atteint environ 11 MPa au refroidissement après 2s de maintien au-dessus de 1180°C mais on reste en compression après 0,5s au-dessus de 1280°C. Cela justifie le fait que les fissures sur les aciers à 20 et 35ppm ne sont pas observées. Autrement dit, la tension de 5MPa entre 0 et 0,5s au-dessus de

1280°C n'est pas suffisante. Pour les teneurs 44 ppm et 50ppm il faut considérer la contrainte maximale après 2s de maintien au-dessus de 1180°C (et avant d'être en dessous de 1180°C) qui est entre 21 MPa (assez loin de la zone fondue, 2,83 mm) et 10 MPa (très proche de la ZF, 2,17mm).

- A 71 mm, la première fissure est observée pour 35 ppm mais pas pour 20 ppm.
- A 85 mm, la première fissure est observée pour 20 ppm.

Ainsi nous avons validé le critère sur toutes les teneurs en bore testées par l'essai PVR. Il est toutefois important de noter que ce critère étant conservatif, il permet donc de déterminer un domaine de chargement de danger pour les teneurs en bore dépassant 18 ppm mais il ne permet pas d'expliquer l'absence de fissures dans ce domaine de chargement.

IV.3.2.2. Second critère de Fissuration A Chaud par liquation

Notre second critère de Fissuration A Chaud par liquation s'annonce comme suivant : un point se trouvant dans la ZAT présente un risque de Fissuration A Chaud par liquation si à un moment donné de son cycle thermique, deux conditions suivantes sont satisfaites à la fois :

- La contrainte est supérieure à une valeur de seuil
- La température est supérieure à la température de chute de ductilité correspondant à la teneur en bore de l'éprouvette en question et au temps de maintien. Ce temps de maintien est déterminé comme l'écart temporel entre le moment où la contrainte dépasse la valeur de seuil au refroidissement (point critique) et le moment où la température atteint la température du point critique au chauffage

Il reste à déterminer la contrainte seuil et à valider le critère pour toutes les teneurs en bore. La détermination du seuil se fera en basant sur le résultat de l'essai PVR pour la nuance de 20 ppm et la validation du critère s'effectuera sur les autres nuances. En fait, nous traçons d'abord dans le plan contrainte - température la courbe correspondant à l'endroit où apparaît la première fissure pour l'éprouvette contenant 20 ppm de bore (85 mm). Ensuite, nous allons introduire dans ce plan, la température de chute de ductilité T_c correspondant à la teneur en bore de 20 ppm en traçant dans ce plan la courbe $T=T_c$. Notons que cette température varie en fonction du temps de maintien mais pour le cas de 20ppm de bore, cette variation est légère. On prendra la valeur de $T= 1340^\circ\text{C}$. La valeur seuil de la contrainte est l'intersection entre la courbe $\sigma_{xx} - T$ et la courbe $T = 1340^\circ\text{C}$ au refroidissement. Nous obtenons donc une valeur de 20MPa.

Ainsi, le domaine de risque pour la teneur en bore de 20 ppm est déterminé dans le plan 2D contrainte - température comme dans la figure IV.27. Sachant que pour cette représentation du critère dans le plan 2D, comme le temps de maintien n'est pas pris en compte, il faut

calculer ce temps de maintien de chaque courbe puis vérifier que ce temps de maintien correspond bien à la température de chute de ductilité pour cette teneur en bore.

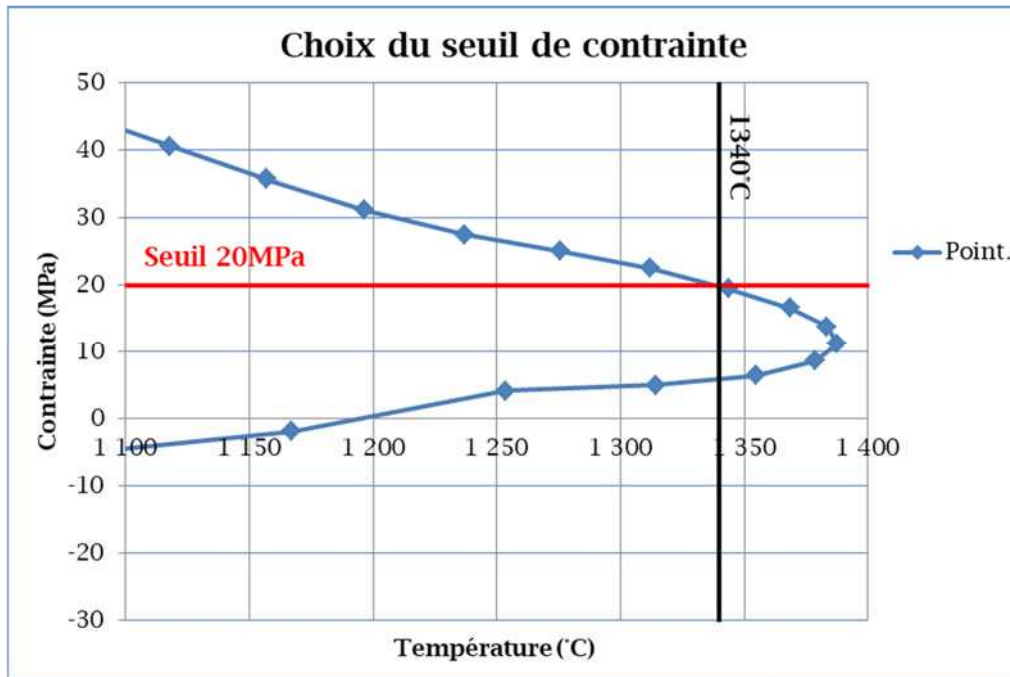


Figure IV.27: Choix du seuil de contrainte

Nous pouvons également représenter notre critère dans un espace 3D dont le troisième axe est le temps. Dans ce cas, domaine de risque est délimité par le plan $\sigma_{xx} = 20 \text{ MPa}$ et la surface T_c (temps de maintien). Si la courbe 3D contrainte - température - temps d'un cycle thermique entre dans ce domaine, il y a un risque de Fissuration A Chaud. Cependant, la représentation 3D du critère est plus difficile à visualiser, nous préférons rester dans le plan 2D $\sigma_{xx} - T$. On remarque que pour une distance par rapport au point du début de soudure donnée, le risque est plus élevé quand on s'approche de la zone fondue car la contrainte est plus élevée à une température donnée.

Maintenant, nous allons vérifier ce critère pour les teneurs en bore plus élevées. La vérification consiste à voir si la courbe $\sigma_{xx} - T$ à l'endroit où apparaît la première fissure pour chacune de ces teneurs en bore entre justement dans le domaine de risque correspondant à cette teneur en bore. La figure IV.28 montre cette vérification pour les teneurs en bore de 35 ppm, de 44 ppm et de 50 ppm. Nous constatons bien que la courbe $\sigma_{xx} - T$ correspondant à l'endroit où apparaît la première fissure entre tout juste dans le domaine de risque pour les teneurs en bore de 35 ppm et de 44 ppm. En revanche, pour la nuance de 50 ppm, la courbe $\sigma_{xx} - T$ à l'endroit où apparaît la première fissure n'entre pas dans le domaine de risque correspondant qui est déterminé par une température de chute de ductilité de 1290°C. Il n'en est rien. En effet, la courbe $\sigma_{xx} - T$ dans la ZAT proche de la zone fondue n'est pas la courbe la plus risquée contrairement aux autres teneurs en bore. Cela vient du fait que la température de chute de

ductilité reste basse jusqu'à 1,75s de maintien (voir figure IV.20). Cela fait qu'un point de la ZAT plus loin de la zone fondue peut atteindre une température plus basse (vers 1180°C) et une contrainte de 20MPa avec un temps de maintien plus court que 1,75s. Dans ce cas, cette courbe présente plus de risque que la courbe précédente. La figure IV.29 compare deux courbes : une courbe avec un temps de maintien long et une température de chute de ductilité élevée (correspond à un point dans la ZAT proche de la zone fondue) et deux courbes avec des temps de maintien plus courts et des températures de chute de ductilité basses (correspond à un point dans la ZAT loin de la zone fondue). On constate que la première ne présente pas de risque de Fissuration A Chaud par liquation car cette courbe n'entre pas dans leur domaine de risque correspondant. En revanche, la deuxième courbe présente un risque de Fissuration A Chaud par liquation car elle entre justement dans son domaine de risque correspondant. Donc la deuxième courbe est celle présentant plus de risque.

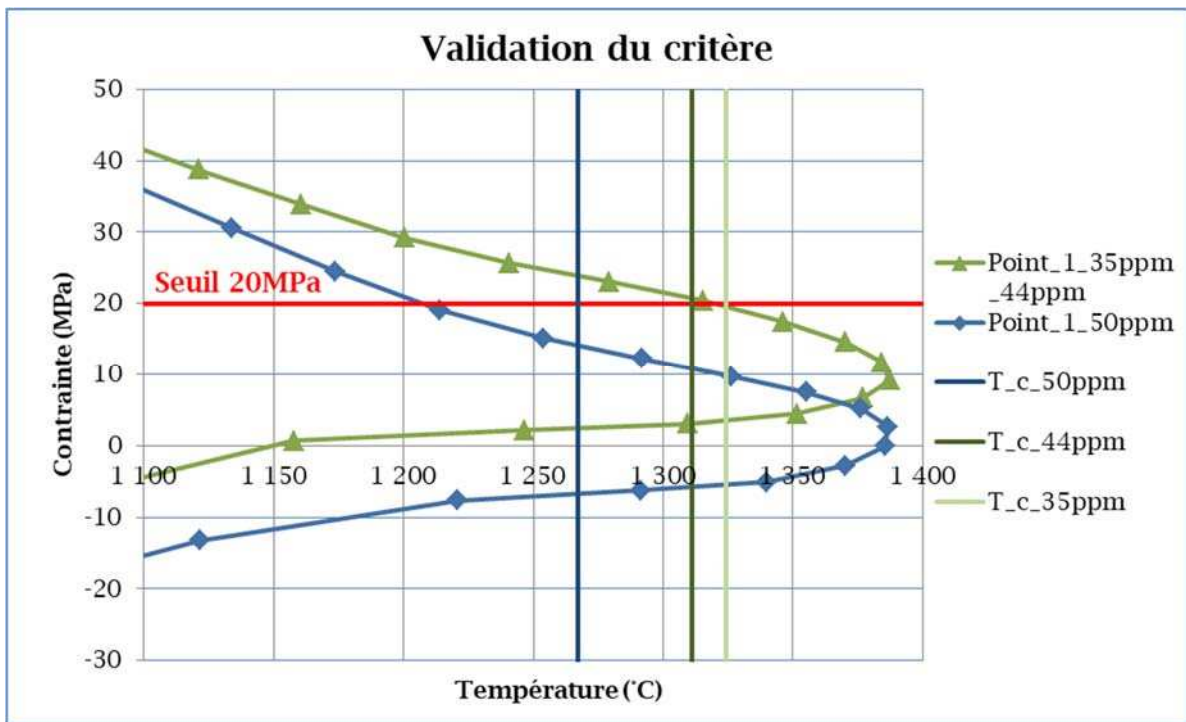


Figure IV.28 : Validation du critère pour les teneurs en bore de 35 ppm, 44 ppm et 50 ppm pour la ZAT très proche de la zone fondue

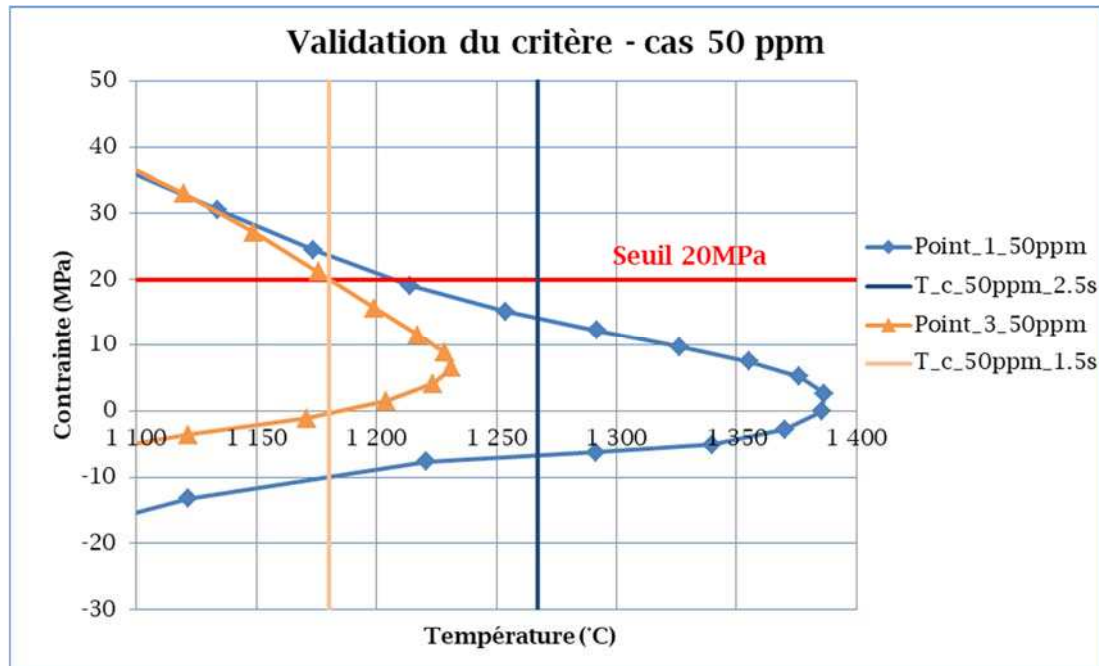


Figure IV.29 : Comparaison de risque entre deux courbes pour la nuance de 50 ppm : point_1 très proche de la zone fondue, et point_3 à 660 μm de la zone fondue, $T_{c_1.5s}$ et $T_{c_2.2s}$ sont les températures de chute de ductilité à 1.5s (point_1) et 2.2s (point_3)

IV.3.3. Bilan

Nous avons établi deux critères de fissuration à chaud par liquation en se basant sur le résultat des essais Gleeble, le résultat expérimental de l'essai PVR ainsi que la simulation thermomécanique de cet essai. Nous avons ensuite validé ces critères pour toutes les teneurs en bore. Ces critères sont simples car ils ne font intervenir qu'un seul paramètre à déterminer, c'est la contrainte de seuil qui représente la force de cohérence entre deux joints de grains. Tous les autres paramètres sont issus des résultats expérimentaux et numériques. Le premier critère est plus conservatif car la contrainte de seuil est plus faible que celle du second critère. Ce premier critère assure que le risque de fissuration est nul si ses conditions sont satisfaites mais ne permet pas d'expliquer l'absence de fissures dans la zone de danger. Ce critère sera donc choisi dans l'application industrielle pour revaloriser des tôles dont la teneur en bore est supérieure à 18 ppm. Cependant, dans des études académiques, le second critère sera privilégié car il permet de mieux s'approcher de la frontière fissure/non fissure. En effet, le second critère utilise directement les courbes de ductilité issues des essais Gleeble sans simplification comme le cas du premier critère.

Dans le cadre de ce critère, la contrainte critique est supposée indépendante de la teneur en bore tant que le bore reste en quantité de trace dans le matériau (jusqu'à une centaine de ppm). Notons en revanche qu'elle peut dépendre de la composition chimique du matériau qui

varie dans un même type d'acier et entre différents types d'acier. Elle peut donc être différente pour un autre matériau.

Plusieurs résultats expérimentaux sur d'autres types d'aciers inoxydables austénitiques sont cohérents avec nos résultats sur le fait que la teneur en bore critique se trouve entre 35 ppm à 45 ppm. Ainsi, en supposant que le comportement de chute de ductilité en fonction de la teneur en bore reste identique pour tous les aciers inoxydables, un essai PVR sur un matériau à très faible teneur en bore est suffisant pour déterminer la contrainte critique correspondant à ce matériau. Un essai PVR et ses exploitations numérique et expérimentale seront donc suffisants pour appliquer ce critère.

IV.4. Conclusion

Pour décrire le comportement thermomécanique des différents matériaux lors de l'essai PVR, le modèle élastoviscoplastique de Chaboche a été utilisé. Les paramètres de ce modèle ont été identifiés en se basant sur résultats expérimentaux effectués dans la thèse de Minh LE. Nous considérons que ces paramètres sont indépendants de la teneur en bore, nous avons utilisé ceux dans la thèse de Minh LE qui sont en très bonne cohérence avec ceux venant d'autres sources. Puis, afin de simplifier le problème, nous avons décidé de découpler le problème thermique et le problème mécanique car le couplage thermomécanique est très faible au début de l'essai PVR. Ainsi, le premier travail consiste à effectuer un calcul thermique et de recalibrer la source thermique grâce aux résultats expérimentaux présentés dans le chapitre 3. Nous avons ensuite réalisé la simulation du problème mécanique en prenant en compte le champ thermique obtenu lors de la première étape. A la fin de cette deuxième étape, nous avons l'évolution du champ de contrainte et du champ de température tout au long de l'essai. La dernière étape consiste à exploiter l'évolution de ces champs ainsi que les résultats expérimentaux de l'essai PVR et le comportement de Fissuration A Chaud obtenu par les essais Gleeble afin de proposer un critère de Fissuration A Chaud par liquation. Dans ce but, nous avons décidé de choisir l'évolution de la contrainte en fonction de la température et du temps comme la grandeur à étudier. Comme les conditions d'essai sont les mêmes pour différentes teneurs en bore et que tous les paramètres thermo-mécaniques sont supposés être indépendants de la teneur en bore, la courbe contrainte - température est identique pour toutes les nuances. La différence réside dans le comportement vis-à-vis de la Fissuration A Chaud déterminé par les essais Gleeble. Cela se manifeste lors de l'essai PVR par une différence de l'effort de traction nécessaire pour engendrer les premières fissures à chaud. Plus la teneur en bore est élevée, plus cet effort est faible, plus les premières fissures apparaissent tôt.

Après avoir confronté le résultat numérique et les résultats expérimentaux (essais PVR et Gleeble), nous avons proposé deux critères de Fissuration A Chaud. Pour appliquer ces critères

sur nos matériaux, nous avons identifié un seul paramètre du critère, le seuil de contrainte. Le seuil de contrainte est de 10 MPa pour le premier critère et de 20 MPa pour le second. Le premier critère est donc plus conservatif par rapport au second. Ces deux critères ont été vérifiés sur toutes les nuances utilisées pour l'essai PVR.

Ainsi, nous avons proposé et validé le critère de Fissuration A Chaud par liquation en se basant sur les essais Gleeble, les essais PVR et la simulation numérique de ces derniers. Ce type de critère pourrait être appliqué sur d'autres types d'acier à conditions de ré-identifier le seuil de contrainte en se basant sur des essais expérimentaux et leur simulation.

Conclusion générale

Cette thèse, menée dans le cadre d'une collaboration entre EDF R&D et l'IRDL, avait pour objectif de proposer un critère de fissuration à chaud par liquation permettant de revaloriser des tôles en acier inoxydable austénitique 316L destinées au soudage et contenant une teneur en bore supérieure à la valeur réglementaire qui est de 18ppm. Cette exigence a été imposée dans le code RCC-M afin d'éviter tout risque de fissuration à chaud par liquation pour lequel le bore est connu comme un des éléments contributeurs principaux. Les tôles dont la teneur en bore est supérieure à 18ppm sont, dans la grande majorité des cas, requalifiées soudables après une procédure expérimentale destinée à vérifier leur soudabilité. Il a donc été jugé utile de questionner la valeur réglementaire et d'identifier un critère de fissuration à chaud par liquation prenant en compte la teneur en bore dans le but de revaloriser les tôles non conformes via un essai simple. Pour ce faire, une campagne d'essais ainsi que l'exploitation expérimentale et la simulation numérique de ces essais ont été réalisées afin de quantifier l'effet du bore sur le phénomène de fissuration à chaud par liquation.

L'étude bibliographique constituant le premier chapitre de ce manuscrit, a présenté différents travaux de recherche sur le phénomène de fissuration à chaud par liquation en général et sur l'influence du bore en particulier. Ce chapitre commence par la présentation du principe du phénomène de fissuration à chaud en présence du bore communément acceptée dans la communauté scientifique : traction mécanique + basse température de fusion de l'eutectique austénite/borure. Le chapitre se poursuit par le modèle théorique de la ségrégation hors équilibre du bore souvent décrite comme un facteur primordial du phénomène de fissuration à chaud par liquation. Le chapitre se poursuit par la réalisation d'une simulation sur la solubilité du bore dans l'acier 316L à l'aide du logiciel Matcalc. Cette simulation a confirmé que la solubilité du bore dans l'acier 316L se trouve entre 35ppm et 45ppm en cohérence avec les travaux de la littérature. Ensuite, des résultats d'essais expérimentaux issus de la littérature permettant de mettre en évidence l'influence du bore sur le phénomène de fissuration à chaud ont été présentés. Tous ces essais ont montré que la teneur en bore critique se trouve entre 35ppm et 45ppm, ce qui tend à montrer que la valeur réglementaire de 18ppm présente une marge conséquente vis-à-vis du risque dont il faut se prémunir.

Le chapitre 2 présente les différentes nuances de l'acier 316L utilisées dans l'étude ainsi que différentes caractérisations chimiques et métallurgiques de ces matériaux. Il s'intéresse en particulier à leur sensibilité à la fissuration à chaud par liquation. Ce chapitre commence par la présentation des sept nuances de l'acier 316L contenant différentes teneurs en bore, dont trois sont des nuances industrielle et quatre sont issues de coulées synthétiques. Ces nuances

ont été ensuite caractérisées par différentes analyses : analyse de la composition chimique, mesure du taux de ferrite, analyse par spectrométrie X, analyse EBSD, analyse SIMS. En particulier, l'analyse de la composition chimique a montré que ces sept nuances sont toutes des aciers de type 316L et qu'elles contiennent des teneurs en bore allant de 2 ppm à 50 ppm, ce qui entoure la teneur en bore réglementaire de 18 ppm ainsi que la teneur critique apparaissant dans la littérature (déterminée expérimentalement entre 35 et 45 ppm). Le chapitre se poursuit par la campagne d'essais Gleeble permettant de caractériser la sensibilité à la fissuration à chaud par liquation des différentes nuances. Les essais réalisés sur les nuances industrielles ou synthétisées ont confirmé une teneur en bore critique comprise entre 35 et 45 ppm identique à celle de la littérature. Pour les nuances dont la teneur en bore est supérieure à la valeur critique, la chute de ductilité due à la fusion de l'eutectique austénite/borure de fer, a lieu à basse température (1180°C). Cette valeur de 1180°C est cohérente avec la température de fusion de l'eutectique austénite/borure de fer. Pour les nuances à basse teneur en bore, la chute de ductilité a lieu à haute température (> 1280°C). Enfin, le rôle du temps de maintien à la température d'essai a été mis en évidence. En effet, un temps de maintien supérieur à 2 secondes peut augmenter la température de chute de ductilité et donc diminuer le risque de fissuration à chaud par liquation. Un temps de maintien équivalent a par ailleurs été introduit pour les essais au refroidissement. Ainsi, ce chapitre a confirmé une nouvelle fois le rôle du bore sur le phénomène de fissuration à chaud par liquation ainsi qu'une valeur critique plus élevée que la teneur en bore réglementaire. A été par ailleurs introduit un nouveau paramètre qui influence ce phénomène : le temps de maintien.

Le chapitre 3 a concerné deux essais de fissuration à chaud en conditions de soudage : l'essai Varestraint et l'essai PVR. Les résultats des essais Varestraint ont mis en évidence le fait que le bore influence négativement le phénomène de fissuration à chaud lors d'une refusion sous contrainte externe. Cela se manifeste au travers de l'apparition de multiples fissures d'autant plus nombreuses que la teneur en bore est élevée. Cependant, la nature des fissures n'a pas pu être étudiée finement. De plus, l'essai Varestraint ne permet de confirmer que qualitativement l'effet du bore pour diverses raisons : chargement externe brutal, un seul niveau de chargement pour chaque essai, modélisation numérique délicate compte tenu des conditions d'essai, manque de place pour l'installation des thermocouples et présence évidente de fissures de différentes natures. En vue de proposer un critère de fissuration à chaud, il est apparu indispensable de s'appuyer sur un autre essai qui règle ces difficultés : l'essai PVR. Cet essai a mis en évidence une nouvelle fois l'influence négative du bore sur le phénomène de fissuration à chaud via une grandeur quantitative : la position de la première fissure, qui correspond au niveau de chargement externe. Des mesures expérimentales ont montré que plus la nuance contient de bore, plus le chargement externe nécessaire pour faire apparaître la première fissure est faible. D'autres mesures ont également été effectuées afin d'aider à la modélisation numérique : l'évolution de la température à différents points,

l'évolution de la force externe, la profondeur et la largeur du bain de fusion à différents niveaux. De plus, des exploitations micrographiques réalisées sur les éprouvettes fissurées ont confirmé que ces fissures sont toutes des fissures de liquation.

Le chapitre 4 présente la simulation numérique du problème thermomécanique des essais PVR ainsi que le critère proposé s'appuyant sur les quantités physiques prédites par cette simulation. Il commence par un recalage de la source de chaleur supposée de type Goldak via les données enregistrées de la température à différents points lors des essais PVR. Les paramètres thermophysiques du matériau sont supposés indépendants de la teneur en bore et sont pris dans la littérature. La modélisation thermomécanique effectuée a produit une courbe contrainte - température qui évolue au cours de l'essai. Le critère de fissuration à chaud a été ensuite proposé en se basant sur les trois facteurs suivants :

- La sensibilité du matériau par rapport à la fissuration à chaud par liquation en fonction de la teneur en bore et du temps de maintien. Cela a été obtenu au chapitre 2. Plus précisément, selon les résultats des essais Gleeble, on définit deux paramètres que sont la température caractéristique et le temps de maintien caractéristique. Pour les teneurs en bore inférieures à 40 ppm, ils valent 1280°C et 0,5s respectivement et pour les teneurs en bore supérieures à 40 ppm, ils valent 1180°C et 2s respectivement.
- La position de la première fissure sur l'éprouvette PVR en fonction de la teneur en bore. Cela a été obtenu au chapitre 3.
- La courbe d'évolution contrainte - température en fonction du temps obtenue au chapitre 4.

Le critère s'annonce donc comme suit : il existe un risque de fissuration à chaud par liquation à un point donné et à un instant donné pour un matériau donné lorsque les 3 conditions suivantes sont satisfaites à la fois :

- Condition de la température : la température au point considéré et au moment considéré est supérieure à la température caractéristique du matériau.
- Condition du temps de maintien : l'écart entre le moment considéré et le moment où la température au point considéré passe par la température caractéristique du matériau au chauffage est inférieur au temps caractéristique du matériau.
- Condition de la contrainte : la contrainte au point considéré et au moment considéré est supérieure au seuil de 10 MPa.

Ce critère est simple à utiliser car il n'a fait intervenir qu'un seul paramètre supplémentaire à déterminer : la contrainte seuil. La valeur de 10 MPa a été déterminée en étudiant tous les résultats d'essais. Il est toutefois important de noter que ce critère étant conservatif, il permet donc de déterminer un domaine de sollicitation à risque pour les teneurs en bore dépassant 18 ppm mais il ne permet pas d'expliquer l'absence de fissures dans ce domaine de chargement. Il est cependant pertinent d'un point de vue industriel.

Un second critère moins conservatif faisant intervenir une valeur seuil de 20 MPa a aussi été présenté. Permettant de mieux s'approcher de la frontière fissure / non fissure il présente un intérêt plus académique que le précédent.

Ainsi, au travers de ces travaux de thèse, nous avons répondu aux deux questions principales rappelées en introduction :

- La limite réglementaire de la teneur en bore qui est de 18 ppm peut raisonnablement être relevée.
- Il est possible de définir un critère de fissuration à chaud par liquation prenant en compte la teneur en bore et les contraintes d'origine thermique lors du soudage, permettant de qualifier des tôles dont la teneur en bore est supérieure à 18ppm.

Perspectives

Ce travail de thèse permet de proposer un critère de fissuration à chaud par liquation en fonction de la teneur en bore, en se basant sur les résultats expérimentaux et la simulation numérique. Cependant, par manque de temps, nous avons simplifié le problème et nous ne sommes pas arrivés au bout dans quelques étapes. Une amélioration du critère ou des essais expérimentaux pourraient être proposés pour compléter l'étude. Cela peut se faire à travers les points suivants :

- Réalisation d'essais et d'analyses spécifiques pour étudier plus finement et mieux comprendre la répartition du bore en fonction du cycle thermique subi.
- Réalisation des analyses supplémentaires au niveau des fissures sur l'éprouvette PVR pour avoir une preuve directe de la présence de l'eutectique austénite/borure. L'étude des faciès de rupture d'éprouvettes PVR serait ainsi pertinente.
- Compléter l'analyse des faciès de rupture des éprouvettes Gleeble pour préciser les modes de rupture.
- Exploiter les films obtenus à l'aide de la caméra rapide pour disposer d'informations temporelles sur la création des fissures.
- Les caractéristiques thermophysiques ainsi que les paramètres thermomécaniques utilisés dans notre modèle viennent de la littérature et nous avons supposé que ces grandeurs sont indépendantes de la teneur en bore, ce qui paraît logique à basse température mais nécessite une vérification dans le domaine de température de liquation.
- Le modèle thermomécanique que nous avons proposé dans cette thèse, découple le problème mécanique du problème thermique. Cela semble raisonnable car le couplage reste faible lorsque le chargement est faible. Il est toutefois plus prudent de réaliser un couplage thermomécanique fort, ou mieux encore, un couplage multiphysique en faisant intervenir le vrai bain de fusion. Pour cela le modèle thermique reste cependant à améliorer.
- Dans le but de proposer notre critère, nous avons étudié la courbe numérique contrainte - température. Cependant, la contrainte étudiée est la contrainte dans la direction du chargement externe (axe Ox), alors que le chargement total subi par un point matériel est une combinaison du chargement externe et de contraintes d'origine thermique. On peut donc par exemple remplacer la contrainte dans la direction du chargement externe par la contrainte principale maximale ou d'autres types de contraintes.
- Nous pouvons également proposer un essai simple de type PVR avec un jeu des paramètres pertinent dans le but de revaloriser rapidement un acier 316L en particulier ou un acier inoxydable austénitique en général, contenant plus de 18 ppm de bore.

Références bibliographiques :

- [1] RCC-M : Règle de conception et de construction des matériels mécaniques des îlots nucléaires REP
- [2] NF EN 10028 : Produits plats en aciers pour appareils à pression
- [3] CODAP : Construction des Appareils à Pression non soumis à la flamme
- [4] Boiler, A. S. M. E., & Code, P. V. (1998). American Society of Mechanical Engineers. New York, 10017, 18
- [5] Zacharie, G. (1978). *Influence du bore sur la résistance à la fissuration à chaud dans les zones affectées par le soudage et sur la tenue au fluage des aciers 18-10Ti*. Thèse de doctorat. Université de Paris-Sud
- [6] Donati, J. R., Spiteri, P., & Zacharie, G. (1973). *Etude de la fissuration à chaud des zones affectées par le soudage d'aciers austénitiques du Type 18-10 stabilisés au titane : influence de la teneur en bore*. Mémoires Scientifiques de la Revue de Métallurgie, 70(12), 939-950
- [7] Boudot, R. & Zacharie, G. (1982). *Influence de la teneur en bore sur la résistance à la fissuration à chaud dans les zones affectées par le soudage d'acier 18%Cr-12%Ni au molybdène en relation avec le mode d'élaboration*. 25eme. Colloque de Métallurgie-Progrès Récents dans l'Elaboration des Métaux et Alliages, Conséquences sur leurs Propriétés d'Emploi : Saclay, 23-25 Juin 1982
- [8] Projet COMAT (2012) - EDF-MMC
- [9] Srinivasan, G., Divya, M., Das, C. R., Albert, S. K., Bhaduri, A. K., Lauf, S., Stubenrauch, S. & Klenk, A. (2015). *Weldability studies on borated stainless steel using Varestraint and Gleeble tests*. Welding in the World, 59(1), 119-126
- [10] Boudot, R. & Zacharie, G. (1974). Rev. Met. Paris, 71 (12), 917-930
- [11] Keown, S. R. (1973). *Boron in steel*. Scandinavian Journal of Metallurgy 2, 59-63
- [12] Fink, C., Zinke, M., & Keil, D. (2012). *Evaluation of hot cracking susceptibility of nickel-based alloys by the PVR test*. Welding in the World, 56 (7-8), 37-43
- [13] Frappier, R., Paillard, P., Le Gall, R., Dupuy, T., Fabregue, D., & Kleber, X. (2013). *Fragilisation par le zinc liquide des aciers haute résistance pour l'automobile*. Proc. MATEC Web of Conferences (. EDP Sciences, 7, P. 01014
- [14] Li, L., & Messler, R. W. (2003). *Effects of Phosphorus and Sulfur on Susceptibility to Weld Hot Cracking in Austenitic Stainless Steels*. Welding Research Council Bulletin, 480
- [15] Ogawa, T., & Tsunetomi, E. (1982). *Hot Cracking Susceptibility of Austenitic Stainless Steels*. Welding Journal, 61(3), 82s-93s
- [16] Brooks, J. A., & F. J. Lambert Jr. (1978) *The effects of phosphorus, sulfur and ferrite content on weld cracking of type 309 stainless steel*. Welding journal, 51(5),139s-144s
- [17] Young, G. A., Capobianco, T. E., Penik, M. A., Morris, B. W., & McGee, J. J. (2008). *The mechanism of ductility dip cracking in nickel-chromium alloys*. Welding Journal, 87(2), 31s-43s
- [18] Hua, C., Lu, H., Yu, C., Chen, J. M., Wei, X., & Xu, J. J. (2017). *Reduction of ductility-dip cracking susceptibility by ultrasonic-assisted GTAW*. Journal of Materials Processing Technology, 239, 240-250
- [19] Tamura, H. & Watanabe, T. (1973). *Mechanism of liquation cracking in weld heat affected zone of austenitic stainless steel*. Trans. Japan Welding Society, 4 (1), 30-42
- [20] Mallmann, C. (2012). *Remise en service de l'essai Varestraint*. Stage EDF-MMC
- [21] Chaturvedi, M. C., Chen, W., Saranchuk, A. & Richards, N. L (1997). *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*. E.A. Loria, ed., The Minerals, Metals, & Materials Society: 743-751
- [22] Morishige, N., Kuribayashi, M., Okabayashi, H., & Naiki, T. (1978). *On the prevention of service failure in Type 347 stainless steel*. Criteria for Preventing Service Failure in Welded Structures, 445-450
- [23] Ogawa, T., Suzuki, K. & Zaizen, T. (1984). *The weldability of nitrogen-containing austenitic stainless steel: part II-porosity, cracking and creep properties*. Welding Journal, 63, 213s-223s
- [24] Cullen, T. M. & Freeman, J. W. (1963). J. Eng. Power (Trans. ASME), 85, 151-164
- [25] Ogawa, T., & Tsunetomi, E. (1982). *Hot Cracking Susceptibility of Austenitic Stainless Steels*. WELDING J., 61(3), 82

- [26] Lippold, J. C. (1994). *Solidification behavior and cracking susceptibility of pulsed-laser welds in austenitic stainless steels*. Welding Journal Including Welding Research Supplement, 73(6), 129s
- [27] Kujanpaa, V. P. (1983). *Effect of phosphorus and sulphur on solidification cracking in austenitic stainless steels*. Solidification technology in the foundry and cast house, 372-375
- [28] Brooks, J. A., & Lambert Jr, F. J. (1978). *The effects of phosphorus, sulfur and ferrite content on weld cracking of type 309 stainless steel*. Welding journal, 57(5), 139s-143s
- [29] Kujanpaa, V., Suutala, N., Takalo, T., & Moisiso, T. (1979). *Correlation between solidification cracking and microstructure in austenitic and austenitic-ferritic stainless steel welds*. Welding Research International, 9(2), 55-75
- [30] Loveless, D. L., & Bloom, F. K. (1957). *Boron solves" hot shortness" in stainless steels*. The Iron Age, 179(25), 95-97
- [31] Williams, T. M. (1972). *The segregation and effects of boron in an austenitic stainless steel*. Metal Science Journal, 6(1), 68-69
- [32] Lai, J. K. L. (1981). *Optimizing the stress rupture properties of AISI type 316 stainless steel with the aid of computers*. Journal of Nuclear Materials, 99(2-3), 148-153
- [33] Brooks, J. A. (1974). *Effect of alloy modifications on HAZ cracking of A-286 stainless steel*. Weld. J, 53(11), 517-523
- [34] Goldschmidt, H. J. (1971). *Effect of boron additions to austenitic stainless steels - Part II: solubility of boron in 18%Cr, 15%Ni austenitic steel*. Journal of the Iron and Steel Institute 209 (11): 900-911f
- [35] Karlsson, L., Norden, H., & Odellius, H. (1988). *Overview no. 63 Non-equilibrium grain boundary segregation of boron in austenitic stainless steel—I. Large scale segregation behaviour*. Acta Metallurgica, 36(1), 1-12
- [36] Karlsson, L., & Norden, H. (1988). *Overview no. 63 Non-equilibrium grain boundary segregation of boron in austenitic stainless steel-II. Fine scale segregation behaviour*. Acta Metallurgica, 36(1), 13-24
- [37] Karlsson, L. (1988). *Overview no. 63 Non-equilibrium grain boundary segregation of boron in austenitic stainless steel—III. Computer simulations*. Acta Metallurgica, 36(1), 25-34
- [38] Karlsson, L. A. N. H., & Norden, H. (1988). *Overview no. 63 Non-equilibrium grain boundary segregation of boron in austenitic stainless steel—IV. Precipitation behaviour and distribution of elements at grain boundaries*. Acta Metallurgica, 36(1), 35-48
- [39] Ohtani, H., Hasebe, M., Ishida, K., & Nishizawa, T. (1988). *Calculation of Fe-CB ternary phase diagram*. Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan, 28(12), 1043-1050
- [40] Brown, A., Garnish, J. D., & Honeycombe, R. W. K. (1974). *The distribution of boron in pure iron*. Metal Science, 8(1), 317-324
- [41] McLean, D. (1957). *Grain Boundaries in Metals*, Clarendon Press, Oxford
- [42] Westbrook, J. H., & Aust, K. T. (1963). *Solute hardening at interfaces in high-purity lead—I Grain and twin boundaries*. Acta Metallurgica, 11(10), 1151-1163
- [43] Ueno, M., & Inoue, T. (1973). *Distribution of B at Austenite Grain Boundaries and Bainitic Transformation in Low C Steels*. Trans. Iron Steel Inst. Jap., 13(3), 210-217
- [44] Williams, T. M., Stoneham, A. M., & Harries, D. R. (1976). *The segregation of boron to grain boundaries in solution-treated Type 316 austenitic stainless steel*. Metal Science, 10(1), 14-19
- [45] Priester, L. (2012). *Les joints de grains*. EDP sciences
- [46] Xu, T., & Song, S. (1989). *A kinetic model of non-equilibrium grain-boundary segregation*. Acta Metallurgica, 37(9), 2499-2506
- [47] Song, S., Xu, T., & Yuan, Z. (1989). *Determination of critical time and critical cooling rate of non-equilibrium grain-boundary segregation*. Acta Metallurgica, 37(1), 319-323
- [48] Tingdong, X., Shenhua, S., Zhexi, Y., & Zongsen, Y. (1990). *Two types of boron segregation at austenite grain boundaries and their mutual relation*. Journal of Materials Science, 25(3), 1739-1744
- [49] Mun, D. J., Shin, E. J., & Koo, Y. M. (2011). *A study on the behavior of boron distribution in low carbon steel by particle tracking autoradiography*. Nuclear Engineering and Technology, 43(1), 1-6
- [50] He, X. L., Chu, Y. Y., & Jonas, J. J. (1989). *Grain boundary segregation of boron during continuous cooling*. Acta Metallurgica, 37(1), 147-161

- [51] Le, M. (2014). *Approches expérimentale et numérique de la fissuration à chaud dans les soudures en acier inoxydable*. Thèse de doctorat. Université Bretagne Sud
- [52] Hoffman, J. P., & De Jesus A. S. M. (1989). *The distribution of boron in stainless steels as revealed by a nuclear technique*. J. S. Afr. Inst. Min. Metall. 89(3), 81-87
- [53] Westbrook, J. H., & Wood, D. L. (1961). *Embrittlement of grain boundaries by equilibrium segregation*. Nature, 192, 1280-1281
- [54] Yao, X. X. (1999). *On the grain boundary hardening in a B-bearing 304 austenitic stainless steel*. Materials Science and Engineering: A, 271(1-2), 353-359
- [55] Keown, S. R., & Pickering, F. B. (1977). *Some aspects of the occurrence of boron in alloy steels*. Metal Science, 11(7), 225-234
- [56] Huang, X., Chaturvedi, M. C., Richards, N. L., & Jackman, J. (1997). *The effect of grain boundary segregation of boron in cast alloy 718 on HAZ microfissuring - a SIMS analysis*. Acta materialia, 45(8), 3095-3107
- [57] Boudot, R., & Zacharie, G. (1987). *La fissuration à chaud dans la zone affectée par le soudage engendrée par de faibles teneurs en bore dans des aciers inoxydables austénitiques de la famille 18.10*. Annales de chimie 12(6), 505-513
- [58] Bonnet, C. (2001). *Le soudage: métallurgie et produits*. Documentation Air Liquide/CTAS, 77-80
- [59] Yilmaz, R., & Ekici, M. R. (2008). *Microstructural and hardness characterisation of sintered low alloyed steel*. Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 31(1), 23-28
- [60] ISO 17641-3 (2005) : *Essais destructifs des soudures sur matériaux métalliques - Essais de fissuration à chaud des assemblages soudés - Procédés de soudage à l'arc - Partie 3: Essais sur éprouvette soumise à une charge extérieure*
- [61] Folkhard, E., Rabensteiner, G.S.H., Fuchs, K. & Tösch L. (1977). *Der PVR-Test, ein neues Verfahren zur Ermittlung der Heißrissicherheit von Schweißwerkstoffen mit hoher quantitativer Aussagekraft: 50 Jahre Böhler Schweißtechnik. Jubiläumsband, The PVR test, a highly significant, quantitative test method for determining the hot cracking resistance of weld metals*. Wien (in German)
- [62] Thomas Jr, R. D. (1984). *HAZ Cracking in Thick Sections of Austenitic Stainless Steels.- I*. Welding Journal 63(12), 24s-32s
- [63] Lin, W., Lippold, J. C., & Baeslack III, W. A. (1993). *An evaluation of heat-affected zone liquation cracking susceptibility, Part I: Development of a method for quantification*. Welding Journal, 72, 135s-153s
- [64] Boellinghaus, T. & Herold, H. (2005). *Hot cracking phenomena in welds, Contribution to Liquation Cracking of Austenitic Stainless Steels*, Springer Verlag, Bernasovský Ed, 84-103
- [65] Folkhard, E. (1988). *Welding metallurgy of stainless steel, Hot Cracking Resistance During the Welding of Austenitic Stainless Steels*, Springer Verlag, E. Folkhard Ed., 114-171
- [66] Sourmail, T., Okuda, T., & Taylor, J. E. (2004). *Formation of chromium borides in quenched modified 310 austenitic stainless steel*. Scripta materialia, 50(10), 1271-1276
- [67] Donati, J. R., Guttman, D. & Zacharie, G. (1974). *Influence de la teneur en bore sur la tendance à la fissuration à chaud dans les zones affectées par soudage d'aciers inoxydables 18-10*. Rev. Metallurg. 71, 917-930
- [68] <http://www.sciencefrance.com/techniques/SIMS/SIMS.html>
- [69] Lundin, C. D., Qiao, C. Y. P., Gill, T. P. S., & Goodwin, G. M. (1993). *Hot ductility and hot cracking behavior of modified 316 stainless steels designed for high-temperature service*. Welding Journal, 72, 189s-200s
- [70] Chen, W., Chaturvedi, M. C., & Richards, N. L. (2001). *Effect of boron segregation at grain boundaries on heat-affected zone cracking in wrought INCONEL 718*. Metallurgical and Materials Transactions A, 32(4), 931-939
- [71] Stodolna, J. (2017). Rapport de prestation n° ME.17.32.2004, Edf MMC
- [72] Goldak, J., Chakravarti, A. & Bibby M. (1984). *A New Finite Element Model for Welding Heat Sources*. Metallurgical Trans., 15B, 229-305
- [73] Lemaître, J., & Chaboche, J. L. (1978). *Rupture par endommagement*. Journal de Mécanique Appliquée, 2(0), 3

- [74] Satoh, K. (1972). *Transient thermal stresses of weld heat-affected zone by both-ends-fixed bar analogy*. Transactions of the Japan Welding Society, 3(1), 125-134
- [75] Depradeux, L. (2004). *Simulation numérique du soudage-acier 316L: validation sur cas tests de complexité croissante*. Thèse de doctorat INSA Lyon.

Annexe A : Discrétisation spatiale du problème

thermique

1. Equation de la chaleur

On se place dans un ouvert Ω de \mathbb{R}^3 de frontière régulière $\delta\Omega$. En tout point de Ω , l'équation de la chaleur peut s'écrire :

$$\rho c_p \frac{\partial T(r,t)}{\partial t} + \text{div}(\vec{q}(r,t)) = q_{imp}(r,t) \quad (\text{A.1})$$

Avec : \vec{q} vecteur flux de chaleur (dirigé suivant les températures décroissantes),

q_{imp} chaleur par unité de volume dissipée par les sources internes,

ρc_p chaleur volumique à pression constante,

T température,

r variable d'espace,

t variable temps.

Cette équation traduit le phénomène d'évolution de la température (uniquement à travers le phénomène de diffusion, la convection ayant été négligée) en tout point de l'ouvert et à tout instant. Elle admet en principe une infinité de solutions, mais la donnée des conditions initiales et de la variation des conditions aux limites au cours du temps détermine parfaitement l'évolution du phénomène.

2. Loi de Fourier

En conduction thermique, la loi de Fourier fournit une équation reliant le flux de chaleur au gradient de la température (vecteur normal à la surface isotherme). Cette loi fait apparaître, dans sa forme la plus générale, un tenseur de conductivité thermique. Dans le cas d'un matériau isotrope, ce tenseur se réduit à un simple coefficient λ , le coefficient de conductivité thermique :

$$\vec{q}(r,t) = -\lambda \nabla T(r,t) \quad (\text{A.2})$$

En combinant ces deux équations, nous obtenons l'équation de la chaleur dans le cas du modèle thermique linéaire :

$$-\text{div}(-\lambda \nabla T(r,t)) + q_{imp}(r,t) = \rho c_p \frac{\partial T(r,t)}{\partial t} \quad (\text{A.3})$$

3. Conditions aux limites, chargement et condition initiale

$$\text{Températures imposées : } T(r, t) = T_1(r, t) \text{ sur } \delta\Omega_1 \quad (\text{A.4})$$

où $T_1(r, t)$ est une fonction de la variable d'espace et/ou du temps

$$\text{Flux normal imposé : } \vec{q}(r, t) \cdot \vec{n} = f(r, t) \text{ sur } \delta\Omega_2 \quad (\text{A.5})$$

où $f(r, t)$ est une fonction de la variable d'espace et/ou du temps et \vec{n} désigne la normale à la frontière $\delta\Omega_2$

$$\text{Echange thermique : } -\vec{q}(r, t) \cdot \vec{n} = h(r, t)(T_{ext}(r, t) - T(r, t)) \text{ sur } \delta\Omega_3 \quad (\text{A.6})$$

où $T_{ext}(r, t)$ est une fonction de la variable d'espace et/ou de temps représentant la température du milieu extérieur ; et $h(r, t)$ est une fonction de la variable d'espace et/ou du temps représentant le coefficient d'échange convectif sur la frontière $\delta\Omega_3$.

Source volumique

C'est le terme $s(r, t)$ fonction de la variable d'espace et/ou de temps

Condition initiale

C'est l'expression du champ de température à l'instant initial $t = 0$

$$T(r, 0) = T_0(r) \quad (\text{A.7})$$

où $T_0(r)$ est une fonction de la variable d'espace.

4. Formulation variationnelle du problème

Soit Ω un ouvert de \mathbb{R}^3 de frontière $\delta\Omega = \delta\Omega_1 \cup \delta\Omega_2 \cup \delta\Omega_3$

La formulation faible de l'équation de la chaleur est :

$$\int_{\Omega} \rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} \cdot v d\Omega + \int_{\Omega} \lambda \nabla T \cdot \nabla v d\Omega - \int_{\delta\Omega} \lambda \frac{\partial T}{\partial n} \cdot v dS = \int_{\Omega} q_{imp} \cdot v d\Omega \quad (\text{A.8})$$

Où v est une fonction suffisamment régulière s'annulant uniformément sur $\delta\Omega_1$. Avec les conditions aux limites suivantes :

$$\left\{ \begin{array}{l} T = T_1(r, t) \text{ sur } \delta\Omega_1 \\ \lambda \frac{\partial T}{\partial n} = q(r, t) \text{ sur } \delta\Omega_2 \\ \lambda \frac{\partial T}{\partial n} = h(r, t)(T_{ext}(r, t) - T) \text{ sur } \delta\Omega_3 \end{array} \right. \quad (\text{A.9})$$

La formulation variationnelle du problème est :

$$\int_{\Omega} \rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} \cdot v d\Omega + \int_{\Omega} \lambda \nabla T \cdot \nabla v d\Omega + \int_{\delta\Omega_3} h T \cdot v dS = \int_{\Omega} s \cdot v d\Omega + \int_{\delta\Omega_2} q \cdot v dS + \int_{\delta\Omega_3} h T_{ext} \cdot v dS \quad (\text{A.10})$$

5. Discrétisation en temps de l'équation différentielle

Une façon classique de discrétiser une équation différentielle du premier ordre consiste à utiliser la θ -méthode. Considérons l'équation différentielle suivante :

$$\begin{cases} \frac{\partial y(t)}{\partial t} = \phi(t, y(t)) \\ y(0) = y_0 \end{cases} \quad (\text{A.11})$$

La θ -méthode consiste à discrétiser l'équation par un schéma aux différences finies

$$\frac{1}{\Delta t} (y_{n+1} - y_n) = \theta \phi(t_{n+1}, y_{n+1}) + (1 - \theta) \phi(t_n, y_n) \quad (\text{A.12})$$

où y_{n+1} est une approximation de $y(t_{n+1})$, y_n étant supposée connue et θ est le paramètre de la méthode, $0 < \theta < 1$

6. Stabilité de la méthode

Considérons l'équation différentielle suivante :

$$\begin{cases} y' = -\lambda y \quad t \geq 0 \\ y(0) = y_0 \end{cases} \quad (\text{A.13})$$

En utilisant la θ -méthode dans cette équation différentielle on obtient :

$$y_{n+1} = \frac{1 - (1-\theta)\lambda\Delta t}{1 + \theta\lambda\Delta t} y_n \quad 0 \leq n \leq N - 1 \quad (\text{A.14})$$

Soit encore :

$$y_{n+1} = r^n(\lambda\Delta t) y_0 \text{ avec } r(x) = \frac{1 - (1-\theta)x}{1 + \theta x} \quad (\text{A.15})$$

La solution approchée y_n doit être bornée (la solution exacte du problème initial l'étant) ; ce qui impose la condition suivante :

$$|r(\lambda\Delta t)| \leq 1 \quad (\text{A.16})$$

En étudiant la variation de la fonction $r(x)$, on constate facilement que :

- Si $\theta \geq \frac{1}{2}$ la condition est vérifiée quel que soit Δt , le schéma est inconditionnellement stable
- Si $\theta < \frac{1}{2}$ la condition n'est vérifiée que si $\Delta t \leq \frac{2}{\lambda(1-2\theta)}$, le schéma est conditionnellement stable.

7. Discrétisation spatiale

Soit P_h un découpage de l'espace Ω , désignons par N le nombre de nœuds du maillage, p_i la fonction de forme associé au nœud i . On désigne par J l'ensemble des nœuds appartenant à la frontière $\delta\Omega_1$.

Soient :

$$V_{t^+}^h = \{v = \sum_{i=1}^N v_i p_i(x) ; v_j = T_1(x_j, t^+) \quad j \in J\} \quad (\text{A.17})$$

$$V_{t^-}^h = \{v = \sum_{i=1}^N v_i p_i(x) ; v_j = T_1(x_j, t^-) \quad j \in J\} \quad (\text{A.18})$$

$$V_0^h = \{v = \sum_{i=1}^N v_i p_i(x) ; v_j = 0 \quad j \in J\} \quad (\text{A.19})$$

Posons :

$$K_{ij} T_i = \int_{\Omega_h} \frac{\rho c_p}{\Delta t} T_i p_i p_j d\Omega_h + \int_{\Omega_h} \theta \lambda T_i \nabla p_i \nabla p_j d\Omega_h + \int_{\delta\Omega_h} \theta h^+ T_i p_i dS \quad (\text{A.20})$$

$$L_j = \int_{\Omega_h} \frac{\rho c_p}{\Delta t} T^- p_i d\Omega_h - \int_{\Omega_h} (1 - \theta) \lambda \nabla T^- \cdot \nabla p_j d\Omega_h + \int_{\delta\Omega_{h2}} f^\theta p_j dS_{h2} + \int_{\delta\Omega_{h3}} (h T_{ext})^\theta - (1 - \theta) h^- T^- p_j dS_{h3} + \int_{\Omega_h} (\theta s^+ + (1 - \theta) s^-) p_j d\Omega_h \quad (\text{A.21})$$

En dualisant les conditions aux limites en température imposée, on fait apparaître l'opérateur B défini par :

$$(Bv)_j = \begin{cases} v_j & \text{si } j \in J \\ 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (\text{A.22})$$

On obtient finalement le système suivant :

$$\begin{cases} \sum_{i=1}^N K_{ij} T_i + (B^t \lambda)_j = L_j & \forall j \\ (BT)_j = T_1(x_j, t) & j \in J \end{cases} \quad (\text{A.23})$$

Titre : Détermination d'un critère de fissuration à chaud par liquation en fonction de la teneur en bore et de sa localisation pour l'acier inoxydable austénitique 316L

Mots clés : critère, fissuration à chaud, liquation, bore, soudage, acier 316L

Résumé : La fissuration à chaud par liquation peut se produire dans la zone affectée thermiquement lors du soudage. Deux facteurs influent sur ce phénomène : les contraintes d'origine thermique dues au gradient de température et la perte potentielle de ductilité due à la présence d'un film liquide aux joints de grains en fonction de leur composition chimique. Des essais de ductilité à chaud (Gleeble) ont été utilisés pour étudier l'effet combiné de la teneur en bore et du temps de maintien sur la chute de la ductilité dans la plage de température de liquation pour l'acier inoxydable austénitique de type 316L. Il est démontré que les teneurs en bore élevées et les temps de maintien courts favorisent la perte de ductilité dans cette plage de température. En complément la spectrométrie de masse à ionisation secondaire a été utilisée pour

tenter de corréliser les variations de ductilité à la distribution du bore aux joints de grains. D'autres essais de fissuration à chaud en soudage (Varestraint, PVR) ont été effectués pour confirmer l'influence de la teneur en bore sur la sensibilité à la fissuration de l'acier 316L. Les résultats indiquent que des fissures apparaissent sur toutes les éprouvettes et que le chargement mécanique externe minimal pour créer les fissures de liquation diminue avec la teneur en bore. Plus la teneur en bore est élevée, plus le matériau est donc sensible à la fissuration à chaud par liquation. Un critère de fissuration à chaud par liquation a été déterminé en se basant sur les résultats des essais de ductilité à chaud et la simulation des essais de soudage.

Title : Determination of a liquation hot cracking criterion as a function of boron content and its location for 316L austenitic stainless steel

Keywords : criterion, hot cracking, liquation, boron, welding, 316L steel

Abstract : Liquation cracking may occur in the heat-affected zone during welding. Two factors influence this phenomenon: the tensile stresses generated during welding and the potential loss of ductility due to the presence of a liquid film at grain boundaries depending on their chemical composition. Gleeble hot ductility tests have been used to study the combined effect of boron content and holding time on ductility drop in the liquation temperature range of a 316L type austenitic stainless steel. It is shown that high boron contents and short holding times promote the loss of ductility in this temperature range. Secondary ion mass spectrometry has been used in attempt to correlate mechanical results

to boron distribution at grain boundaries. Other hot cracking tests (Varestraint, PVR) have been performed to confirm the influence of boron content on hot cracking sensitivity of AISI 316L stainless steels during welding. Results indicate that cracks appear on all specimens and that the minimum external mechanical loading for liquation cracking decreases with boron content. The higher the boron content is, the more the specimen exhibits tendency to hot cracking. A liquation hot cracking criterion has been determined, based on the results of the hot ductility tests and the simulation of welding tests.