

50376
1987
99

50376
1987

n° ordre : 411 99

T H E S E

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE FLANDRES ARTOIS

pour obtenir le titre de

DOCTEUR INGENIEUR

par

Thierry MAURICKX



EFFETS DES ELEMENTS DISPERSOIDES (Ti, Nb) SUR LA MICROSTRUCTURE
DE LA ZONE AFFECTEE PAR LA CHALEUR D'ACIERS MICROALLIES,
ET CONSEQUENCES SUR LA RESILIENCE

Soutenue le 23 JUIN 1987

JURY :

Président & Rapporteurs :	J. FOCT	U.S.T. LILLE
	G. BERANGER	U.T. COMPIEGNE
	C. COLOMBIE	IRSID
	J. LIEGEOIS	USINOR ACIERS
	R. TAILLARD	U.S.T. LILLE
	B.J THOMAS	IRSID
	F. WALLART	U.S.T. LILLE

SCD LILLE 1



D 030 321647 7

50376
1987
99

50376
1987
99

Je prie **Monsieur C. COLOMBIE**, Directeur de l'INSTITUT DE RECHERCHE de la SIDERURGIE FRANCAISE d'accepter tous mes remerciements pour l'intérêt qu'il a bien voulu porter à ce travail et l'honneur qu'il me fait en participant au jury de cette thèse.

La Société USINOR a initié et soutenu cette étude, j'exprime ma plus profonde gratitude à **Monsieur G. SANZ**, responsable de la recherche à USINOR ACIERS.

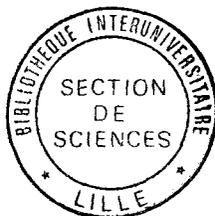
Les années que j'ai passées au Laboratoire de METALLURGIE PHYSIQUE de l'U.S.T.L, ont développé et renforcé mon intérêt pour la recherche, et m'ont fait découvrir des aspects passionnants à la Métallurgie Physique. J'en remercie le **Professeur J. FOCT**, ainsi que pour les nombreux et judicieux conseils qu'il m'a prodigués durant ce travail.

Monsieur R. TAILLARD m'a formé à la microscopie électronique en transmission et a participé activement et efficacement à ces travaux. Sa vision, toujours neuve du sujet, a contribué à développer les points les plus originaux de cette thèse. Je lui renouvelle toute ma reconnaissance.

Que **Monsieur B.J. THOMAS**, dont la compétence en microscopie électronique et en métallurgie est reconnue, trouve ici l'expression de ma sincère reconnaissance pour avoir accepté de participer à ce jury.

Monsieur le Professeur G. BERANGER, de l'Université de COMPIEGNE, spécialiste de la métallurgie et **Monsieur le Professeur F. WALLART**, de l'U.S.T. LILLE me font l'honneur d'examiner ce travail. Je les prie d'accepter l'assurance de ma reconnaissance.

Le travail présenté ici doit beaucoup à **Monsieur J. LIEGEOIS**, responsable du Centre de Soudage d'USINOR DUNKERQUE et aujourd'hui du Centre de Recherche DUNKERQUE-MARDYCK. Il a témoigné du plus vif intérêt pour cette recherche. Je lui adresse mes remerciements ainsi qu'à **Monsieur J.P. JANSEN** qui a su animer cette étude à un niveau industriel.



Je remercie **Monsieur F. SAUVAGE**, responsable des études produits, à l'origine de cette coopération Industrie-Université, Messieurs **M. SABELA**, **C. PERDRIX**, et tous les Ingénieurs et Techniciens du service Métallurgique de l'usine de DUNKERQUE et du C.R.D.M. de leurs contributions au bon déroulement de cette étude.

Que soient remerciés également :

Monsieur D. HENRIET de l'I.R.S.I.D. et **Monsieur R. DEBLONDE** de la C.F.A.S. usine des DUNES, des analyses de précipités et des phases de l'azote qu'ils ont réalisées et qui se révèlent être d'une très grande utilité dans l'interprétation des résultats.

Monsieur J.Y. DAUPHIN, qui a su me faire partager son expérience en spectrométrie Mössbauer.

Madame MOROGE qui a exécuté la plus grande part de la frappe de cette thèse, aidée par **Madame SMOCH**.

INTRODUCTION

La définition de la soudabilité adoptée par la Commission IX de l'INSTITUT INTERNATIONAL DE LA SOUDURE en 1949 se formule de la manière suivante : "on considère qu'un matériau métallique est soudable, à un degré donné, par un procédé et pour un type d'application donné, lorsqu'il se prête, moyennant les précautions correspondant à ce degré, à la réalisation d'une construction entre les éléments de laquelle il est possible d'assurer la continuité métallique par la constitution de joints soudés qui, par leurs caractéristiques locales et les conséquences globales de leurs présences, satisfont aux propriétés requises et choisies comme bases de jugement".

Dans le cadre d'une utilisation donnée, il apparaîtra nécessaire d'assurer aux joints soudés des propriétés suffisantes pour empêcher (HANNERZ N.E. 1980 - Annexe I) :

- la fissuration à chaud,
- la fissuration à froid,
- l'arrachement lamellaire,
- l'affaiblissement de la résistance à la fatigue,
- la fragilisation de la zone fondue,
- la fragilisation du métal de la zone affectée par la chaleur (Z.A.C.),
- l'adoucissement dû au soudage,
- la fragilisation consécutive au revenu de détente,
- la fissuration au cours du revenu de détente,
- la corrosion de la zone affectée par la chaleur.

...

Des impératifs géographiques, techniques et économiques président à l'établissement de cahiers des charges à partir de ces différents paramètres. Ces contraintes incitent à adapter des nuances d'aciers et des procédures de soudage à des utilisations. Cette étroite corrélation entre la nature du matériau, les conditions de soudage et l'utilisation revêtent une importance essentielle dans de nombreux domaines.

La recherche d'une moindre dépendance énergétique conduit à l'exploitation de gisements pétrolifères dans des conditions climatiques de plus en plus sévères (mer du Nord, Arctique,...). La rigueur des conditions de service rencontrées impose aux structures soudées des caractéristiques spécifiques dont la principale est une ténacité acceptable à basse température ($\leq -20^{\circ}\text{C}$) de la zone affectée par la chaleur après soudage forte énergie.

La construction de ces structures dans les domaines de l'offshore, naval, amène les grands groupes sidérurgiques à mettre au point des nuances d'acier de type E 355* spécifiques, les nuances actuellement fabriquées ne satisfaisant que très difficilement à cette exigence.

Le présent travail se propose d'identifier les paramètres métallurgiques qui influent sur les propriétés mécaniques et plus particulièrement la résilience de la Z.A.C. résultant du soudage monopasse à forte énergie des tôles de forte épaisseur en acier E.355*.

De nombreux auteurs (KANAZAWA S. 1976, KAZAMATSU Y. 1979, BOURDILLON F. 1980, Mc CUTCHEON G.C. 1982, KOZASU I. 1983, CUDDY L.J. 1983, WINTERMARK H.S. 1985.) ont récemment établi que l'apport d'une faible quantité de titane de l'ordre de $15 \cdot 10^{-3} \%$ en poids associé à un contrôle rigoureux de la teneur en azote conduisait à une amélioration sensible de la ténacité de la Z.A.C. Le respect de ces deux conditions contribue à la formation de microprécipités de nitrure de titane dont le mode d'action supposé est :

- une diminution de la trempabilité de l'acier par le contrôle de la croissance des grains austénitiques à hautes températures, et, ou, par la germination préférentielle de la ferrite sur les microprécipités de nitrure de titane,

- le piégeage de l'azote en solution solide dans la matrice ferritique.

Les caractéristiques mécaniques du métal de base : limite d'élasticité, charge et allongement à la rupture et ténacité, sont obtenues par laminage contrôlé des tôles. Une addition de niobium est en particulier mise à profit

* SELON LA NORME NFA 36201

afin de ralentir la restauration et la recristallisation du matériau entre les différentes phases de laminage. Elle conduit à une taille de grains ferritiques plus faible et donc, à des propriétés mécaniques plus élevées (PICKERING F.B. 1978). En contrepartie, le niobium est néfaste à la ténacité de la Z.A.C. après soudage sous de fortes énergies comme l'ont montré de nombreuses études (CANE M.W.F. 1974 ; THOMAS M.H. 1980, KIRKWOOD P.R. 1981). Il paraît, par conséquent, essentiel de comprendre l'influence d'une addition conjointe de niobium et de titane sur la structure et les propriétés mécaniques de la zone affectée par la chaleur, dans le but optimiser l'analyse de l'acier en fonction d'un compromis entre les propriétés mécaniques et la résilience de la Z.A.C.

Le déroulement de l'étude ainsi définie comprend :

- une étude bibliographique relative à l'influence des éléments dispersoïdes sur les propriétés de la Z.A.C.,

- une caractérisation mécanique et structurale de 5 tôles issues de coulées industrielles. Les structures étudiées correspondent aux tôles à l'état normalisé et à la zone affectée par la chaleur. La caractérisation des propriétés mécaniques est réalisée essentiellement par essais Charpy instrumentés.

Les propriétés mécaniques obtenues sont finalement discutées à partir des analyses structurales et microstructurales.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES CITEES DANS L'INTRODUCTION

- **BOURDILLON F., LIEGEOIS J., COOLEN A.**
"Les aciers au titane et leur soudabilité"
Séminaire sur l'utilisation de l'acier dans la construction navale
KATOWICE (Pologne) 15.19 sept 1980

- **CANE M.W.F., DOLBY R.E.**
"Metallurgical factors controlling the H.A.Z fracture toughness of
submerged arc welded C. Mn steels"
Welding Research International, vol 4, 1974, n° 3, (51-72)

- **CUDDY L.J., LALLY J.S., PORTER L.F.**
"Improvement of toughness in the H.A.Z of high heat input welds in ship
steels"
Proc. Int. Conf. on technology and application of H.S.L.A steels
3.4 oct 1983 philadelphia, ASM

- **Mc. CUTCHEON G.C., Mc GRATH D.B., GODDEN M.J., RUDDLE G.E., WEATHERLY G.,
HOUGHTON D.C.**
"Improvement of submerged arc weld heat affected zone toughness by
titanium addition to line pipe steels"
MiCon 82, ASTM STP 792, 1982, (227-255)

- **HANNERZ N.E., NORDSTROM C.**
"Choix de l'acier approprié et soudabilité"
Matériaux et techniques, avril - mai 1980, (153 - 163)

- **KANAZAWA S., NAKASHIMA A., OKAMOTO K., KANAYA K.**
"Improvement of weld fusion zone by fine TiN"
Trans I.S.I.J, vol 16, 1976, (486-495)

- **KASAMATSU Y., TAKASHIMA S., HOSOYA T.**

"Effect of titanium and nitrogen on toughness of H.A.Z of steel plates with tensile strength of 50 kg/mm² in high heat input welding"

tetsu to hagané, vol 65, 1979, (1232-1241)

- **KIRKWOOD P.R.**

"Welding of niobium containing microalloyed steels"

Niobium 81, Proc. of the Int. Conf., Edt H. Stuart, Pitsburg, (761-803)

- **KOZASU I.**

"Recent development of microalloyed steel plates"

Proc. Int. Conf. on technology and application of H.S.L.A steels
3.4 oct 1983, philadelphia ASM

- **PICKERING F.B.**

"Physical Metallurgy and the design of steels"

Materials Sciences Series, Applied Sciences publ. 1978

- **THOMAS M.H., RIGSBEE J.M., HEHEMAN R.F.**

"Influence of niobium and Nb (CN) precipitation on the cooling transformation kinetics in low alloy steels"

Proc. 18th Int. Conf. Heat treatment of Materials, ASM, 6 mai 1980,
15 pages.

- **WINTERMARK H.S.**

"Metallurgical backgrounds for modern structural steels for offshore and arctic application"

Conf. Offshore Göteborg, 1985.



Chapitre A. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

L'assemblage de deux tôles par soudage à l'arc consiste en un chauffage jusqu'à la température de fusion des faces à joindre. La connaissance de la répartition des températures à proximité de la ligne de fusion est d'un intérêt majeur, dans le but d'évaluer le cycle thermique suivi par chaque point du métal de base afin de le corrélérer à la structure obtenue.

A.1 LE CYCLE DE SOUDAGE

A.1.1 L'apport d'énergie

Au cours d'un cycle de soudage à l'arc, l'énergie utilisée est d'origine électrique. La quantité de chaleur "H" fournie par unité de longueur au matériau est exprimée par la relation (A.1),

$$H = \frac{V \cdot I \cdot \eta}{v_a} \quad (A.1)$$

où V et I représentent respectivement la tension et l'intensité de l'arc, v_a , la vitesse de déplacement de l'arc et η , le rendement énergétique du procédé de soudage utilisé. Différentes valeurs du rendement énergétique de l'arc associées à plusieurs techniques de soudage inventoriées par EASTERLING K.E. (1983) sont reprises dans le tableau A.1.

Tableau A.1 : Rendements énergétiques des procédés de soudage à l'arc

PROCEDE	η
Manual Metal Arc. (M.M.A.)	0,70 - 0,85
Tungsten Inert Gaz (T.I.G.)	0,22 - 0,48
Metal Inert Gaz (M.I.G.)	0,66 - 0,95
Submerged Arc.Welding (S.A.W.)	0,90 - 0,99

L'énergie fournie au métal se dissipe, d'une part, par convection dans l'atmosphère, et d'autre part, par conduction thermique dans la pièce à souder. Le deuxième mécanisme est prépondérant dans la plupart des cas.

A.1.2 Le transport de chaleur

L'équation fondamentale de transport de la chaleur dans un solide (A.2) s'exprime de la manière suivante (MASUBUCHI K. 1980).

$$\rho \cdot c \cdot \frac{\delta T}{\delta t} = \dot{Q}_G + \frac{\delta}{\delta x} \left(\Gamma \frac{\delta T}{\delta x} \right) + \frac{\delta}{\delta y} \left(\Gamma \frac{\delta T}{\delta y} \right) + \frac{\delta}{\delta z} \left(\Gamma \frac{\delta T}{\delta z} \right) \quad (\text{A.2})$$

où x , y , z représentent les coordonnées d'un point relativement à un repère lié à la tôle, ρ la masse volumique du métal, c , la chaleur spécifique du métal, T , la température absolue, t , le temps, Γ , la conductivité thermique et \dot{Q}_G , la variation d'énergie interne du matériau par unité de temps et de volume.

A haute température, il est possible de supposer Γ invariante avec la température. En négligeant les modifications d'énergie interne dues aux transformations structurales du matériau, on obtient la relation (A.3)

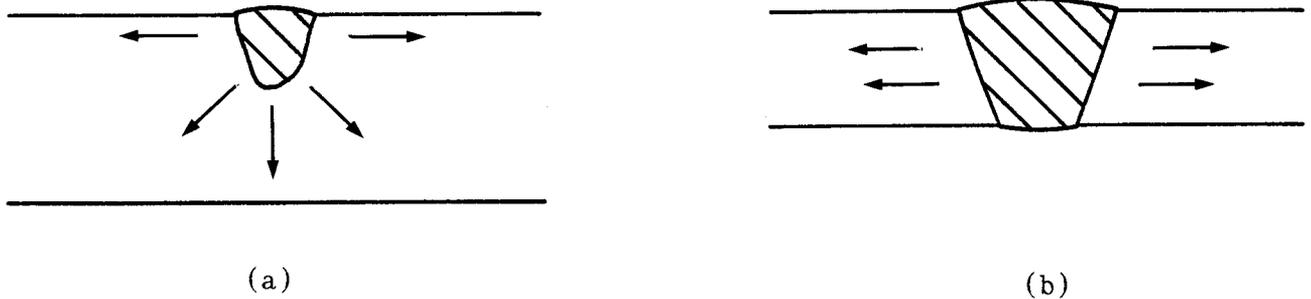
$$\frac{\delta T}{\delta t} = k \left\{ \frac{\delta^2 T}{\delta x^2} + \frac{\delta^2 T}{\delta y^2} + \frac{\delta^2 T}{\delta z^2} \right\} \quad (\text{A.3})$$

avec $k = \frac{\Gamma}{\rho \cdot c}$; diffusivité thermique

La résolution de l'équation (A.3) résulte des approximations suivantes :

- la source de chaleur se déplace à la vitesse constante v_a ,
- la taille de la source est négligeable devant les dimensions de la pièce à souder.

Il est alors possible de résoudre l'équation dans le cas d'une dissipation bidimensionnelle ou tridimensionnelle de la chaleur dans la tôle et ainsi de décrire le cycle thermique par une approche théorique (EASTERLING K.E 1983). La figure (A.1) représente les deux géométries de dissipation de la chaleur.



dissipation tridimensionnelle

dissipation bidimensionnelle

Fig. A.1 : mode de dissipation de la chaleur dans la pièce

Pour relier le repère au déplacement de la source chaude, on réalise le changement de variables suivant :

$$\xi = x - v_a \cdot t \quad \text{et} \quad r_a^2 = \xi^2 + y^2 + z^2$$

La répartition des températures dans le mode de dissipation tridimensionnelle est alors décrite par la relation (A.4).

$$T - T_0 = \frac{H \cdot v_a}{2 \cdot \pi \cdot \Gamma \cdot r_a} \cdot \exp\left(-v_a \frac{\xi}{2 \cdot k}\right) \exp\left(-v_a \frac{r_a}{2 \cdot k}\right) \quad (\text{A.4})$$

avec T_0 , température initiale de la tôle.

Dans le mode de dissipation bidimensionnelle de la chaleur, on obtient la relation (A.5)

$$T - T_0 = \frac{H \cdot v_a}{2 \cdot \pi \cdot \Gamma \cdot d} \cdot \exp\left(-v_a \frac{\xi}{2 \cdot k}\right) \cdot K_0\left(v_a \frac{r_a}{2 \cdot k}\right) \quad (\text{A.5})$$

où d représente l'épaisseur de la tôle et, $K_0(x)$, la fonction de Bessel du 1^o ordre.

Deux paramètres caractérisent le cycle thermique suivi par un point proche de la ligne de fusion, d'une part, la température maximale atteinte T_m et d'autre part, la vitesse de refroidissement $\Delta t_{T_1}^{T_2}$ caractérisée par le temps de refroidissement entre deux températures préalablement choisies T_1 et T_2 (conventionnellement 800° C et 500° C ou 700° C et 300° C). Ces deux caractéristiques sont décrites par les relations suivantes :

* dissipation tridimensionnelle :

$$T_m - T_0 = \left(\frac{2}{\pi \cdot e}\right) \cdot \frac{H}{\rho \cdot c \cdot r_a^2} \quad \text{où } e = \text{Ln } 10 \quad (\text{A.6})$$

$$\Delta t_{T_1}^{T_2} = \frac{H}{2 \cdot \pi \cdot \Gamma \cdot \theta_1} \quad (\text{A.7})$$

avec $\frac{1}{\theta_1} = \left(\frac{1}{T_2 - T_0} - \frac{1}{T_1 - T_0}\right)$

Le cycle thermique est décrit par l'équation (A.8) :

$$T - T_0 = \theta_1 \frac{\Delta t_{T_1}^{T_2}}{t} \exp\left\{-\frac{\Delta t_{T_1}^{T_2}}{e \cdot t} \cdot \frac{\theta_1}{T_m - T_0}\right\} \quad (\text{A.8})$$

* dissipation bidimensionnelle

$$T_m - T_o = \left\{ \frac{2}{\Pi e} \right\}^{\frac{1}{2}} \cdot \frac{H}{d \cdot \rho \cdot c \cdot 2 \cdot r_a} \quad (\text{A.9})$$

$$\Delta t \frac{T_1}{T_2} = \frac{H^2}{4 \cdot \Pi \cdot \Gamma \cdot \rho \cdot c \cdot \theta_2^2 \cdot d^2} \quad (\text{A.10})$$

avec

$$\frac{1}{\theta_2^2} = \frac{1}{(T_2 - T_o)^2} - \frac{1}{(T_1 - T_o)^2}$$

Le cycle thermique est décrit par l'équation (A.11)

$$T - T_o = \theta_2 \cdot \left\{ \frac{\Delta t \frac{T_1}{T_2}}{t} \right\}^{\frac{1}{2}} \cdot \exp - \left\{ \frac{\theta_2^2 \Delta t \frac{T_1}{T_2}}{2 \cdot \text{et} \cdot (T_m - T_o)^2} \right\} \quad (\text{A.11})$$

On note que le cycle thermique suivi par le métal dans le mode de dissipation tridimensionnelle de l'énergie est indépendant de l'épaisseur de la tôle. Par opposition, dans le mode de dissipation bidimensionnelle, le cycle thermique varie avec l'épaisseur "d" de la tôle. L'épaisseur critique "d_c" correspond à la limite supérieure d'application des équations (A.9) (A.10) et (A.11). Elle s'exprime par l'équation (A.12) déduite de l'égalité des expressions (A.7) et (A.10).

$$d_c = \frac{H}{2 \cdot \rho \cdot c} \left\{ \frac{1}{T_2 - T_o} + \frac{1}{T_1 - T_o} \right\}^{\frac{1}{2}} \quad (\text{A.12})$$

Les paramètres de soudage d'une tôle étant fixés (V, I, v_a, procédé, T_o, ...) le cycle thermique suivi par chaque point de la tôle est parfaitement défini. Dans le repère (ξ, y, z), il est possible de définir un ensemble d'isothermes qui vont constituer un volume thermique, dont la figure (A.2) est une représentation.

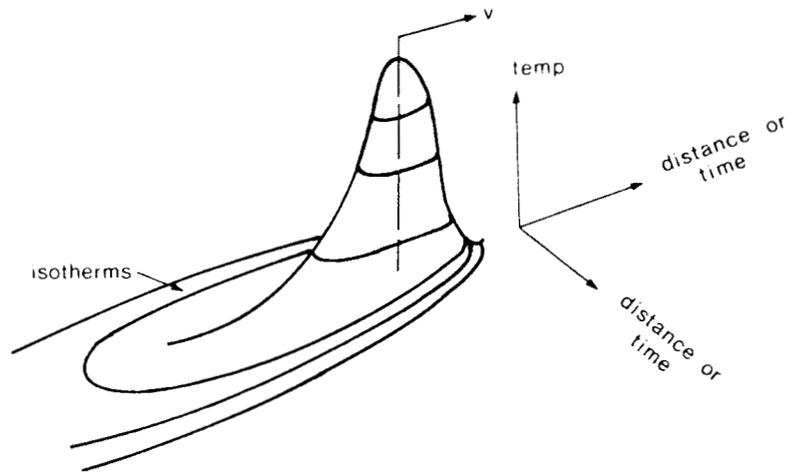


Fig. A.2 : représentation des isothermes autour de l'arc de soudage

A.1.3 Conséquences métallurgiques

Le déplacement du volume thermique avec l'arc provoque perpendiculairement à la ligne de fusion des changements structuraux qui conduisent à distinguer plusieurs zones dans un joint soudé. La figure A.3 présente les modifications structurales dans le cas d'un acier à bas carbone.

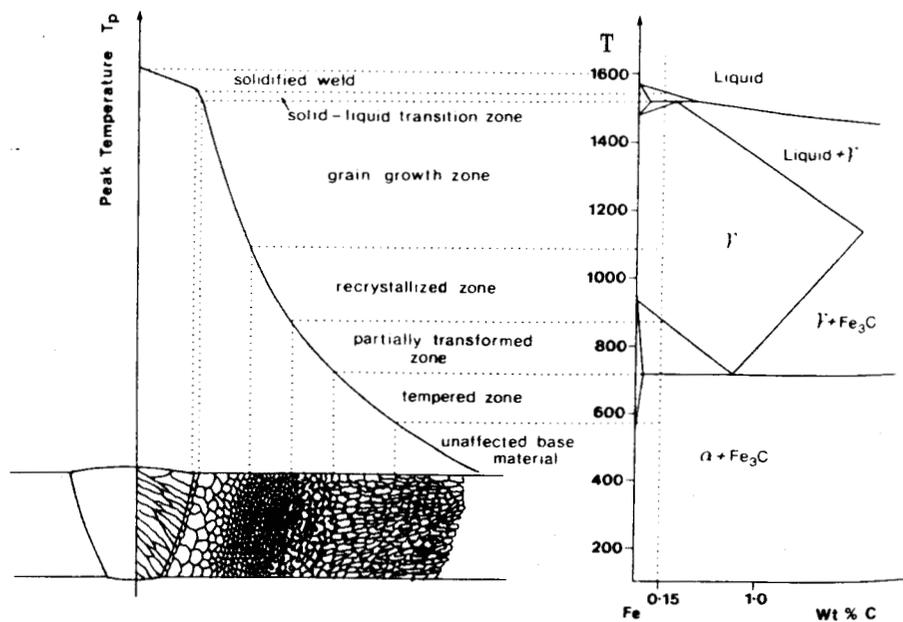


Fig. A.3 : représentation schématique d'un joint soudé perpendiculairement à la ligne de fusion (d'après EASTERLING K. 1983)

On note successivement à partir de l'axe du cordon de soudure :

- le métal fondu à structure basaltique,
- la zone de transition liquide - solide,
- la zone affectée par la chaleur (Z.A.C.),
- le métal de base .

La zone affectée par la chaleur n'est pas homogène. Elle comprend dans l'ordre des températures maximales décroissantes, plusieurs parties distinctes qui sont successivement :

- la zone à gros grains austénitiques,
- la zone recristallisée,
- la zone partiellement transformée,
- la zone revenue.

Dans le cas des aciers considérés dans cette étude, la zone à gros grains austénitiques présente la ténacité la plus faible (THAULOW C. 1985). Elle est l'objet de notre attention. Dans la suite du texte, l'abréviation Z.A.C, "zone affectée par la chaleur" se rapportera à cette composante.

A.2 LE CYCLE THERMIQUE ET METALLURGIQUE SUIVI LE LONG DE LA LIGNE DE FUSION

La figure A.4 schématise le cycle thermique suivi par le métal proche de la ligne de fusion. Le cycle se caractérise par un chauffage rapide jusqu'à une température proche de la température de fusion et par une cinétique de refroidissement qui dépend des paramètres opératoires (§A.1). Du point de vue métallurgique, le cycle se traduit chronologiquement par :

- la transformation, ferrite + perlite → Austénite,
- la remise en solution des précipités de type dispersoïde,
- la croissance des grains austénitiques, et,
- la transformation de l'austénite au refroidissement.

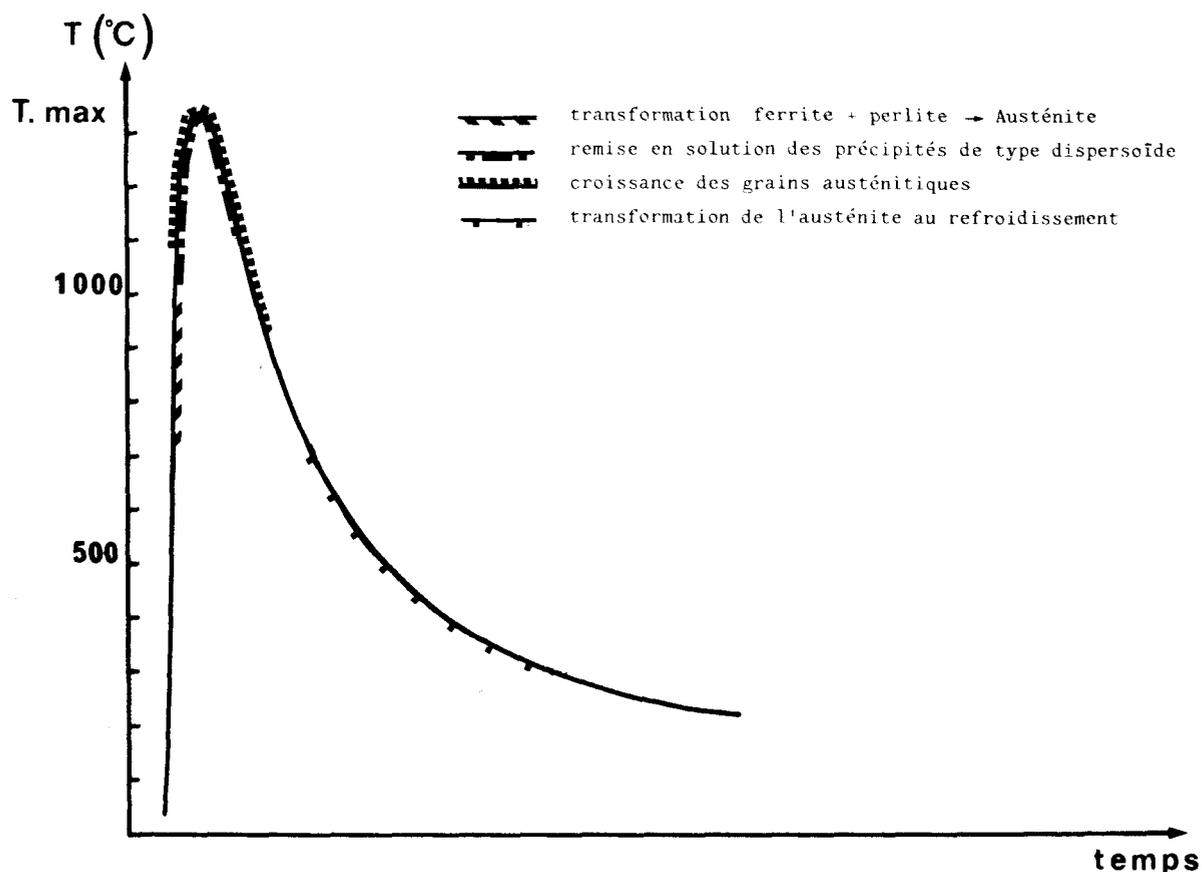


Fig.A.4 : Cycle thermique et transformations métallurgiques suivis le long de la ligne de fusion.

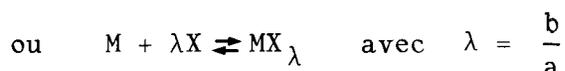
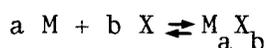
A.2.1 La transformation ferrite → austénite au chauffage

Au chauffage, la transformation de la ferrite en austénite débute à la température A_{c1} . La montée en température étant très rapide, voisine de $400^{\circ}\text{C}/\text{s}$, la transformation débute avec un retard important. Les travaux de ROBERTS G.A et MEHL R.F. (1943) montrent que malgré ces conditions la structure est totalement austénitique après un temps très court (quelques 10^{-1}s).

A.2.2 La stabilité des précipités

Les éléments métalliques, susceptibles de former des précipités de type dispersoïde, contenus dans les aciers étudiés au cours de cette étude, sont le titane, le niobium et l'aluminium. La combinaison de ces éléments avec le carbone et/ou l'azote conduit à la formation de carbures, nitrures ou carbonitrures.

Les enthalpies de formation à température ambiante de ces différents composés sont reportées dans la figure A.5 (d'après SCHICK H. 1966). On remarque que les enthalpies de formation des nitrures sont plus négatives que les enthalpies de formation des carbures formés à partir du même élément métallique. La stabilité des nitrures paraît ainsi être supérieure à celle des carbures à haute température. L'équilibre à la température T entre un élément métallique M (Ti, Nb,...) et un élément interstitiel X (C,N) s'écrit :



La relation d'égalité des enthalpies libres s'écrit :

$$\overline{G}_M + \lambda \overline{G}_X = \overline{G}_{MX_\lambda} \quad (A.13)$$

avec $\overline{G}_i = G_i^\circ + RT \ln A_i$ (A.14)

où G_i° est l'enthalpie libre molaire de l'élément i dans un état de référence, \overline{G}_i est l'enthalpie libre molaire partielle de l'élément i dans l'état considéré, A_i , l'activité de l'élément i dans l'état considéré, R et T sont respectivement la constante des gaz parfaits et la température en °Kelvin. La relation (A.13) s'écrit :

$$G_M^\circ + RT \ln (A_M) + \lambda [G_X^\circ + RT \ln (A_X)] = \overline{G}_{MX_\lambda} = G_{MX_\lambda}^\circ \quad (A.15)$$

puisque $A_{MX_\lambda} = 1$ pour un composé pur

$$\text{d'où } \ln (A_M) \cdot (A_X)^\lambda = \frac{\Delta G^\circ}{RT} \quad (A.16)$$

$$\text{avec } \Delta G^\circ = \Delta G_{MX_\lambda}^\circ - (G_M^\circ + \lambda G_X^\circ) \quad (A.17)$$

ΔG° , varie avec la température suivant une loi du type

$$\Delta G^\circ = \Delta H^\circ - T \cdot \Delta S^\circ \quad (A.18)$$

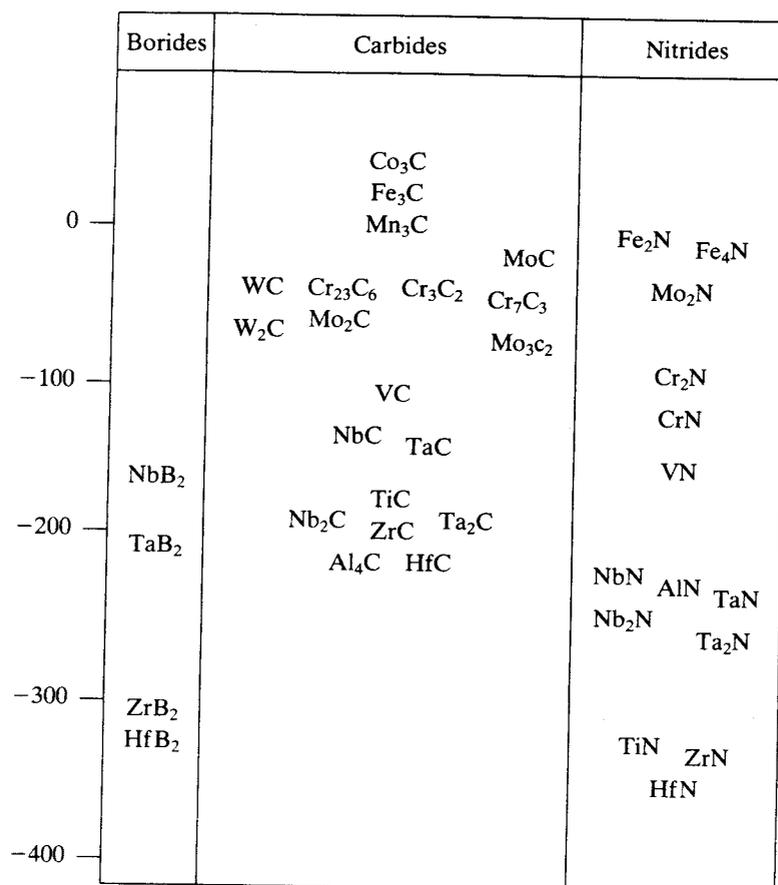
Enthalpy of formation at 298.15 K $\Delta H_f / \text{KJ mol}^{-1}$ 

Figure A.5 : Enthalpies de formation à température ambiante des borures, carbures et nitrures (d'après SCHICK H. 1966)



ce qui permet d'exprimer la constante de solubilité K_s , ($K_s = A_M \cdot A_X^\lambda$) sous la forme

$$\text{Ln } K_s = \frac{\Delta H^\circ}{RT} - \frac{\Delta S^\circ}{R} \quad (\text{A.19})$$

Dans cette relation ΔH° et ΔS° sont des constantes indépendantes de la température. ΔH° représente l'enthalpie de formation du composé et ΔS° , la variation d'entropie du système. La relation (A.19) est à la base des relations expérimentales exprimant le produit de solubilité sous la forme

$$\text{Log } [M] \cdot [X]^\lambda = A - \frac{B}{T} \quad (\text{A.20})$$

avec $[M]$ et $[X]$, fractions pondérales des éléments métalliques et interstitiels entrant en jeu dans la réaction. A et B sont des constantes.

Les coefficients A et B, relatifs aux composés susceptibles de précipiter dans les aciers étudiés sont rassemblés dans le tableau A.2. Ces données ont été obtenues par voie expérimentale sur des coulées synthétiques, industrielles, ou à partir de calculs thermodynamiques. Les méthodes de dosage des éléments précipités ou en solution solide sont vraisemblablement à l'origine des différences de produit de solubilité. La figure A.6 représente l'évolution des produits de solubilité avec la température.

Le tableau A.3 précise les impositions sur les analyses chimiques des aciers de grade E 355 pour applications Offshore. (LAFRANCE M. 1984).

Tableau A.3 : Exigence d'analyse à la coulée (%) pour les aciers de type E 355 "Offshore"

C	Mn	Ni	Nb	Ti	N	Al
< 0,13	<1,6	< 0,3 (0,5)	< 0,05	< 0,05	<0,01 (0,005)	Al/N > 2

Il ressort de cette exigence et de la figure A.6 que le nitrure de titane est seul susceptible de précipiter dans l'acier liquide. A 1773 °K (1500°C), son produit de solubilité est voisin de $3 \cdot 10^{-4}$ ($\log K_s \sim -3,5$).

Tableau A.2 : Compilation bibliographique des constantes A et B des carbures, nitrures et carbonitrures.

PRECIPITE	N°	DOMAINE VALIDITE	COMPOSITION DE L'ALLIAGE	A	B	REFERENCE
TiN	1	liquide	C:0,16% Mn:1,3% Si:0,3%	6,19	+ 16440	GATELIER C. 1975
TiN	2	"		7,78	+ 19775	MORITA Z. 1977
TiN	3	austénite	alliage ternaire Fe Ti N	3,93	+ 15188	NARITA K. 1975
TiN	4	"		3, 2	+ 15020	CHINO H. 1965
TiN	5	"	alliage ternaire Fe Ti N	5,19	+ 15490	KUNZE J. 1982
TiN	6	"	C:0,14% Mn:1,5% Si:0,3%	0,32	+ 8000	MATSUDA S. 1978
TiN	7	"	C:0,006 Mn:1,5%	4,8	+ 15600	KODA M. 1981
TiN	8	ferrite		5,18	+ 17611	CHINO H. 1965
TiC	9	austénite	alliage ternaire Fe Ti N	5,33	+ 10475	NARITA K. 1959
TiC	10	"		4,38	+ 10580	CHINO H. 1965
TiC	11	"	C:0,1% Mn:1,2% Ti:0,08%	5	+ 10500	DESALOS Y. 1977
TiC	12	"	C:0,1% Mn:1%	2,75	+ 7000	IRVINE K.J. 1967
TiC	13	ferrite		4,76	+ 12400	CHINO H. 1965
NbN _{0,87}	14	austénite	calcul thermodynamique	2,86	+ 7927	SHARMA R. 1984
NbN	15	"	alliage ternaire Fe Nb N	2,80	+ 8500	NARITA K. 1975
NbC _{0,24} N _{0,65}	16	"		4,09	+ 10400	MORI T. 1965
NbC _{0,84} N _{0,14}	17	"		4,46	+ 9800	MANDRY P. 1966
NbC	18	"		2,96	+ 7510	NORDBERG H. 1968
NbC _{0,87}	19	"		3,43	+ 7170	NORDBERG H. 1968
NbC _{0,87}	20	"	calcul thermodynamique	2,81	+ 7019	SHARMA R. 1984
NbC _{0,87}	21	"	alliage ternaire Fe Nb C	3,4	+ 7920	LAKSHMANAN V. 1984
NbC	22	ferrite		1,55	10071	SHARMA R. 1984
AlN		austénite		1,03	6770	LESLIE W. 1954
AlN		"		1,95	7500	DARKEN L.S. 1951

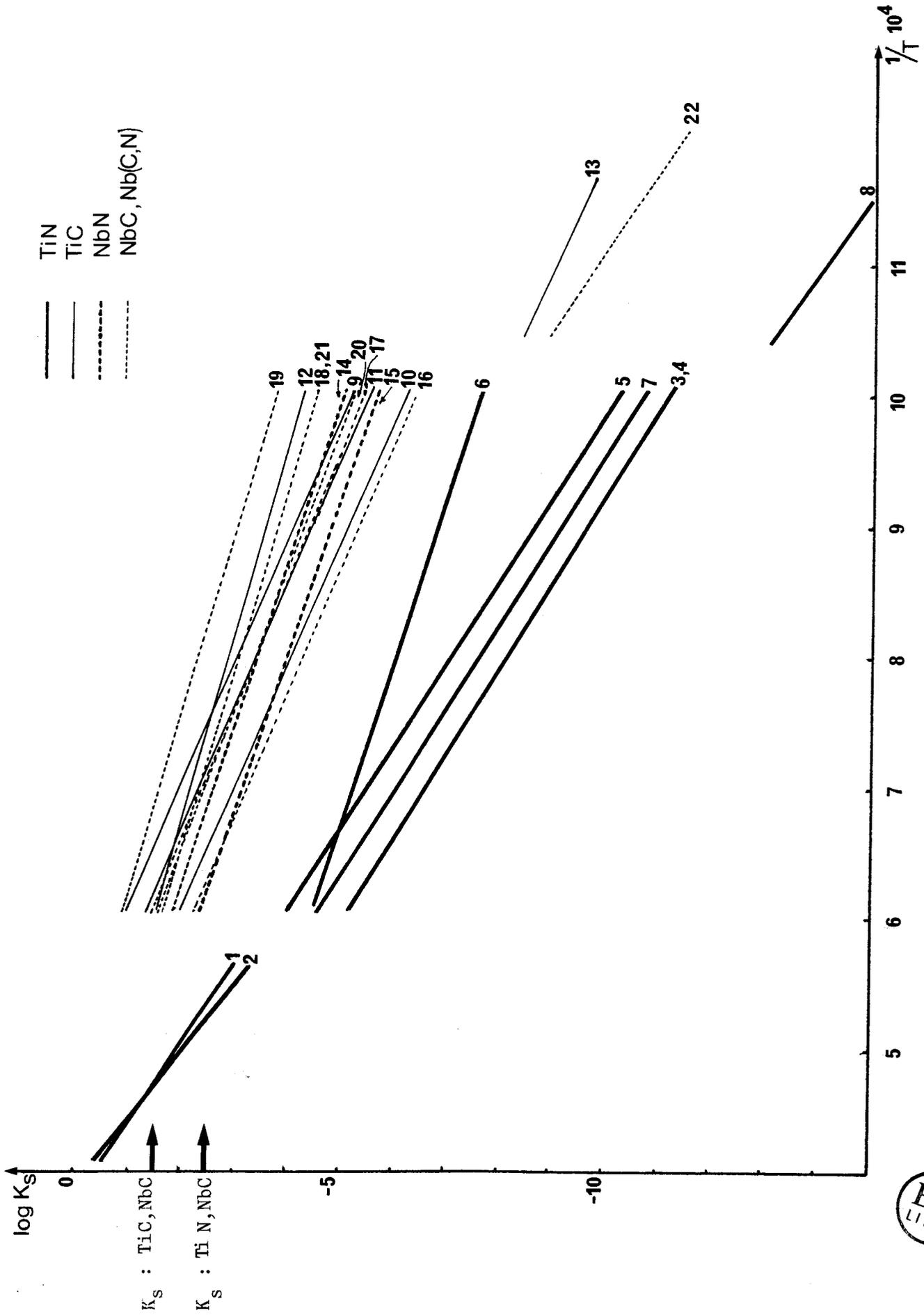


Figure A.6 : Evolution du produit de solubilité K_S , des carbures, nitrures, carbonitrures de titane et de niobium, avec la température.



A l'exception de la relation obtenue par MATSUDA S. (1978), les expressions du produit de solubilité du nitrure de titane dans l'austénite conduisent à des estimations voisines. Aux températures de 1673 °K (1400°C) et 1573 °K (1300°C), ce produit de solubilité est compris respectivement entre $10^{-5} < K_s < 10^{-4}$, et $10^{-5.5} < K_s < 10^{-4.5}$.

Le produit de solubilité du nitrure de titane doit par conséquent être compris entre 10^{-4} et $3 \cdot 10^{-6}$ pour :

- éviter la formation de nitrures grossiers à l'état liquide
- éviter la remise en solution des précipités au chauffage
- assurer la précipitation dans le domaine austénitique à haute température.

La figure A.6 montre que, la précipitation des carbures de niobium, nitrure de niobium et carbure de titane a lieu à plus basse température.

Il convient de remarquer que les coefficients A et B ne permettent que de calculer les températures de précipitation ou de dissolution en condition isotherme. Ils négligent l'aspect cinétique des réactions.

Au cours du cycle de soudage, au voisinage de la ligne de fusion, la température maximale atteinte " T_m " est proche de la température de fusion. Il y a remise en solution totale ou partielle des précipités instables dans la gamme de températures, ou "croissance" des précipités dont la température de remise en solution est supérieure à T_m . Il est nécessaire de tenir compte du paramètre temps "t", pour évaluer l'importance de ces phénomènes qui sont régis par la diffusion des éléments.

A.2.2.1 La mise en solution des précipités

AARON H.B. (1968) a modélisé la remise en solution des précipités en condition isotherme. La variation de la taille des particules s'exprime sous la forme :

$$R(t) = R_0 - K \cdot (D \cdot t)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{A.21})$$

où R_0 et $R(t)$ sont respectivement les tailles de précipités à un instant donné $t = 0$ et à l'instant t , D , le coefficient de diffusion de l'élément le plus lent et K , une constante dépendant du matériau et de la température de l'essai. Cette équation met en évidence le couple temps-température nécessaire à la dissolution des précipités.

ASHBY M.F. (1982), EASTERLING K.E. (1983) et STRID J. (1985) ont successivement élaboré et amélioré un modèle de remise en solution des précipités dans les conditions anisothermes d'un cycle de soudage. Ils considèrent la dissolution des précipités dans un volume sphérique "v" de rayon "r" ou r est le libre parcours quadratique moyen des éléments précipités

$$r = (D \cdot t)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{A.22})$$

La figure A.7 illustre le volume "v" occupé par la diffusion des éléments

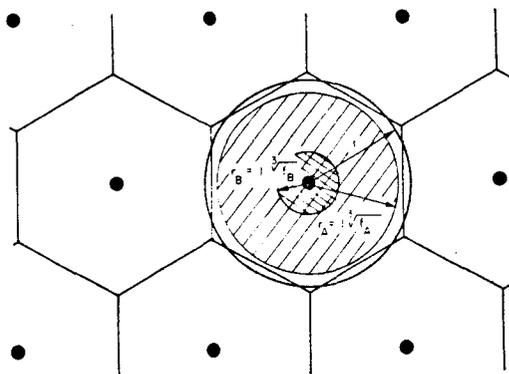


Figure A.7 : définition des sphères de diffusion pour les composants A et B d'un précipité $A_x B_y$.

La définition du volume de diffusion permet le calcul d'un coefficient correcteur " F_i " correspondant à la fraction volumique de matrice concernée par la remise en solution de l'élément i :

$$F_i = \frac{V_i^3}{l^3} \quad (\text{A.23})$$

2 l représente la distance moyenne entre précipités. L'introduction des F_i dans l'équation (A.20) permet de calculer une température de remise en solution corrigée " T_a " telle que :

$$\text{Log} \frac{[M]}{F_M} \frac{[X]^\lambda}{F_X^\lambda} = A - \frac{B}{T_a} \quad (\text{A.24})$$

La détermination expérimentale d'un couple (t^* , T^*) nécessaire à la remise en solution complète ou partielle des précipités, et l'utilisation de la formule A.24 et de données thermodynamiques repris à MROWEC S. (1980) ont permis à EASTERLING K.E. (1983) de construire des courbes de remise en solution isotherme des précipités en fonction du temps et de la température représentées sur la figure A.8.

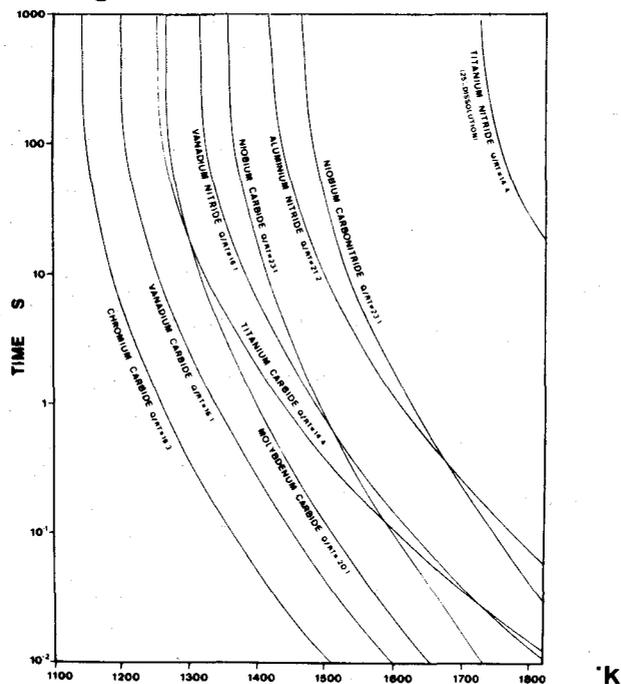


Figure A.8 : temps nécessaires à la remise en solution des carbures et nitrures dans l'austénite en fonction de la température (EASTERLING K.E. 1983)



L'utilisation de coefficients correcteurs permettent de transposer ces résultats isothermes aux conditions de soudage (ION J. 1984).

Dans ce modèle, la nature du matériau, (composition, état de précipitation, ...) n'est considérée que par l'entremise du couple (t^*, T^*) . Cette démarche rend difficile son application à un cas particulier. Cette approche montre que, cependant, tous les précipités, à l'exception du niture de titane, peuvent se dissoudre, au voisinage de la ligne de fusion, dans les conditions usuelles de soudage. En conséquence, le niture de titane est le seul susceptible de contrôler la taille des grains austénitiques à hautes températures si sa morphologie et sa teneur le permettent (§ A.23).

A.2.2.2 Le grossissement des précipités

La présence de précipités stables à hautes températures influe sur leur morphologie. La minimisation de l'énergie associée aux interfaces précipités-matrice se traduit par la remise en solution des précipités de plus petites tailles au profit des précipités de dimensions supérieures. Ce mécanisme, connu sous le nom de phénomène de grossissement, a été modélisé par WAGNER C. (1961), LIFSHITZ I.M. et SLYOZOV V.V. (1961). Le phénomène se caractérise par une cinétique isotherme de croissance des particules d'écriture générale :

$$d^n = d_0^n + \alpha \cdot G \cdot t \quad (\text{A.25})$$

Dans cette relation, d et d_0 sont respectivement la taille des particules à l'instant t et à la fin de la phase de précipitation proprement dite, α , est une constante géométrique et, G et n , sont des paramètres qui traduisent la nature du mécanisme de grossissement. A titre d'exemple, dans le cas le plus fréquemment rencontré en pratique d'un phénomène contrôlé par la diffusion en volume du soluté, la relation A.25 s'écrit sous sa forme élémentaire :

$$d^3 = d_0^3 + \frac{64}{9} \left\{ \frac{D \cdot \gamma_m \cdot [M] \cdot V_m \cdot t}{R \cdot T} \right\}$$

avec D , coefficient de diffusion du soluté, γ_m , énergie de l'interface, $[M]$, concentration de l'élément M dans la matrice et V_m , volume molaire d'un précipité.

Le grossissement des précipités de nitrure de titane intervient vraisemblablement au cours du cycle de soudage (MATSUDA S. 1978, LOBERG B. 1984, SUZUKI S. 1987).

A.2.3 La croissance des grains austénitiques

A haute température, la minimisation de l'énergie interne associée aux joints de grains austénitiques jointe à la mobilité élevée de ces joints est à l'origine de la croissance des grains.

La croissance est régie par des mécanismes de diffusion, donc contrôlée par le temps et la température. La théorie prévoit une cinétique isotherme de croissance des grains de la forme :

$$D_{\gamma}^2 = D_0^2 + K \cdot t \quad (\text{A.26})$$

Dans cette relation, D_0 et D sont respectivement la dimension moyenne des grains à un instant initial $t = 0$ et à un instant t , K , une constante fonction de la température et t , le temps de maintien.

Les mesures expérimentales conduisent plutôt à une loi du type :

$$D = K \cdot t^n \text{ ou } n \leq 0,5$$

n , n'est égal à 0,5 que dans le cas des métaux purs à très hautes températures.

La présence des précipités ralentit la croissance des grains austénitiques. Ils exercent sur les joints de grains une force d'ancrage proportionnelle à $\left[3 \cdot V_f \cdot \gamma / d_p\right]$ γ est l'énergie du joint de grain, V_f est la fraction volumique précipitée et d_p la taille des précipités.

Cette force agit contre la force motrice de croissance des grains qui est égale à $\frac{2\gamma}{\bar{D}_\gamma}$ où \bar{D}_γ est la taille moyenne des grains austénitiques.

Dans le cas d'un maintien isotherme suffisamment long, l'équilibre des forces conduit à l'expression de ZENER C. (SMITH C.S. 1948) qui relie la taille des grains à la dimension des précipités et à leur fraction volumique.

$$\bar{D}_\gamma = \tau \cdot \frac{d_p}{v_f} \quad \text{avec } \tau = \frac{2}{3} \quad (\text{A.27})$$

GLADMAN T.(1966) considère en outre le cas de la recristallisation secondaire. Il introduit un facteur Z égal au rapport de la dimension du plus gros grain sur la dimension des petits grains adjacents. La taille moyenne des grains est définie par la relation

$$\bar{D}_\gamma = \frac{\pi}{6} \left(\frac{3}{2} - \frac{2}{Z} \right) \cdot \frac{d_p}{v_f} \quad (\text{A.28})$$

HELLMAN P. et HILLERT M. (1975) envisagent le problème de manière plus générale en tenant compte :

- du rapport des rayons de courbures des joints et des précipités,
- de la relation du rayon de courbure avec la distribution des tailles de grains,
- de la distribution des tailles de précipités.

Ils aboutissent à la relation

$$\bar{D}_\gamma = \frac{4}{9\beta} \cdot \frac{d_p}{v_f} \quad (\text{A.29})$$

Le coefficient β est égal à 1 dans le cas de la croissance normale des grains et supérieur à 0,33 dans le cas de la recristallisation secondaire. La figure A.9 rassemble les prévisions des trois modèles d'ancrage des joints.

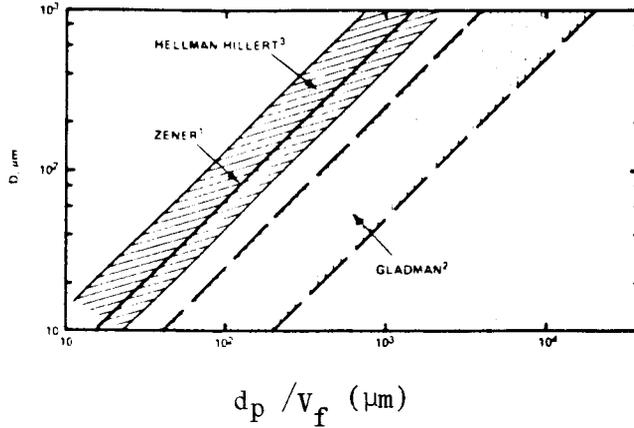
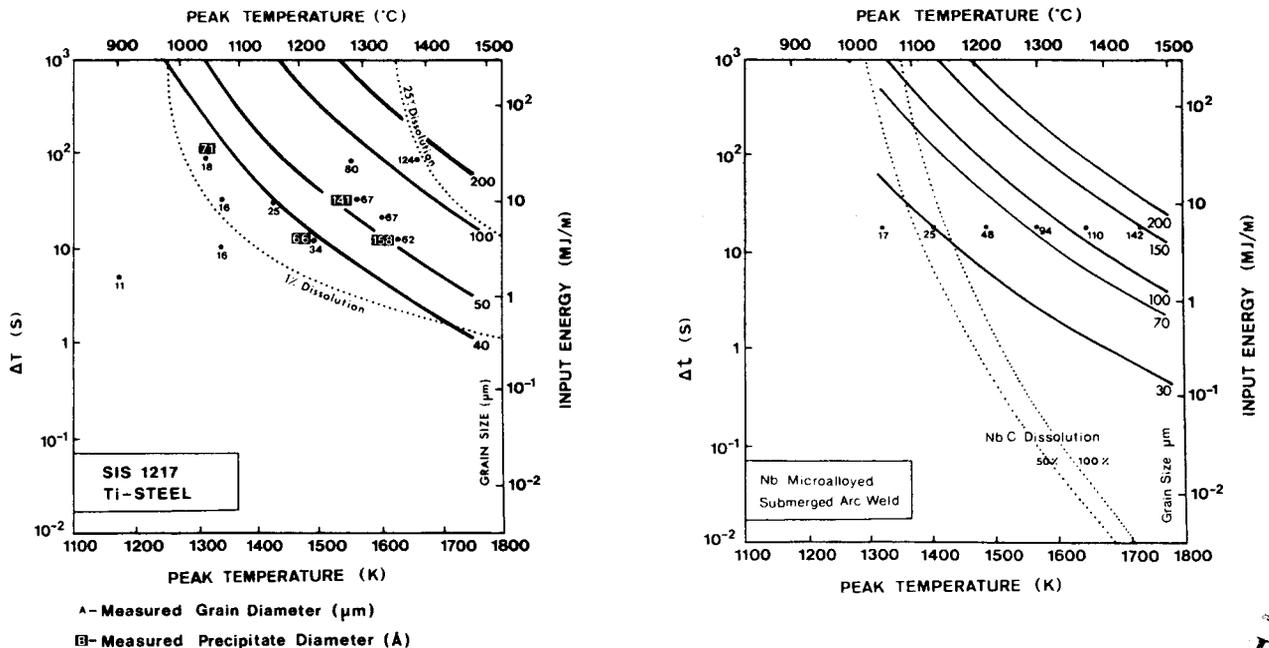


Figure A.9 : Prédiction de la taille des grains \bar{D}_γ , en fonction de la taille et de la fraction volumique des précipités (CUDDY L.J. 1983).

Elle montre que les précipités seront d'autant plus efficaces que leur taille sera faible et leur fraction volumique élevée.

En conditions de soudage, la comparaison des figures A.10 a) et A.10 b) tend à illustrer le contrôle de la taille des grains austénitiques par des précipités stables à haute température.



(a)

(b)

Figure A.10 : Evolution de la taille des grains austénitiques en fonction de la température maximale " T_m " et de la vitesse de refroidissement (Δt $\frac{800}{500}$) dans le cas d'aciers microalliés au titane (a) et au niobium (b) (EASTERLING K.E. 1983).



L'écart de taille des grains austénitiques n'est cependant pas très important sur ces figures. Dans le cas d'un soudage avec forte énergie caractérisé par ($\Delta t_{500}^{800} = 100$ s, $T_m = 1600^\circ\text{K}$), les tailles de grains austénitiques pour l'acier au titane et l'acier au niobium sont respectivement de $120 \mu\text{m}$ et de $200 \mu\text{m}$. Cette faible différence trouve certainement son origine dans la faible fraction volumique et la dimension élevée des précipités de nitrure de titane qui se sont formés à haute température.

La taille des grains austénitiques est un paramètre qui influe beaucoup sur la trempabilité de l'acier.

A.2.4 La transformation de l'austénite au refroidissement.

Propriétés mécaniques associées

La transformation de l'austénite au refroidissement peut être appréciée à partir du diagramme T.R.C. La figure A.11 schématise un diagramme T.R.C. établi en condition de soudage. Cette représentation, inspirée par une étude de l'IRSID (EUR 5866.1977) présente par ailleurs l'évolution de la température de transition avec le critère de refroidissement.

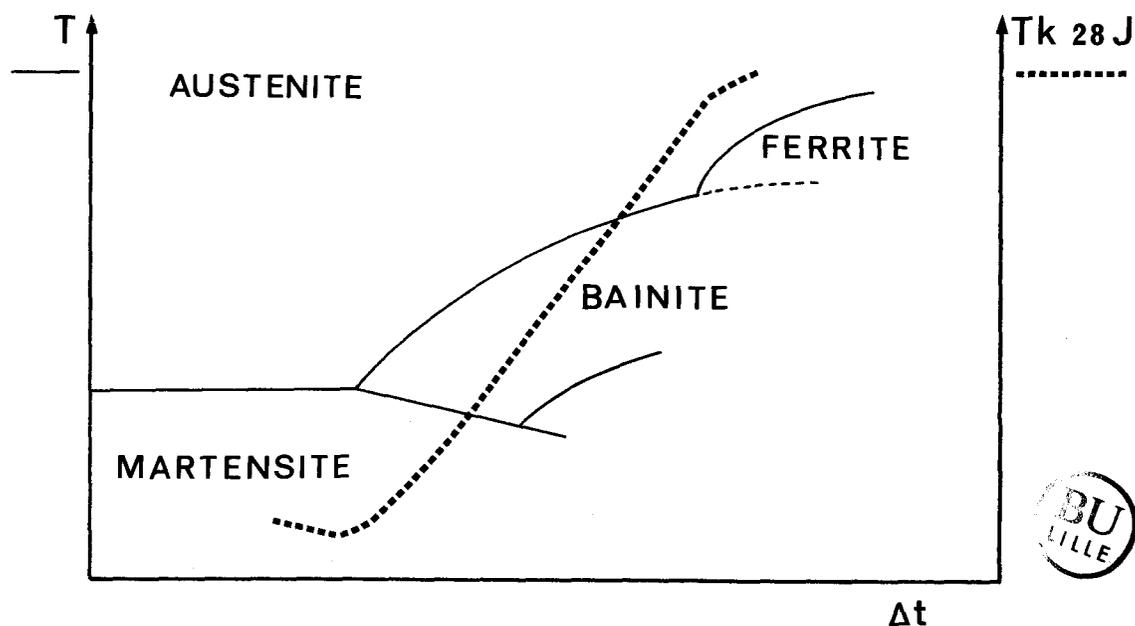


Figure A.11 : Températures de transformation en fonction du critère de refroidissement Δt . Evolution de la température de transition Charpy V, $T_k 28 J$ avec Δt . (conditions de soudage).

Trois types de structures distinctes sont possibles :

. Dans le cas de vitesse de refroidissement élevée, la température de transformation est basse ; la transformation est de type martensitique.

. Pour les vitesses de refroidissement intermédiaires, les structures obtenues sont de type bainitique. Il est possible de distinguer plusieurs types de bainite dont les principaux sont la bainite supérieure et la bainite inférieure (Voir Annexe II).

. Les vitesses de refroidissement faibles conduisent à des structures de type ferritique.

L'évolution structurale s'accompagne d'une modification des propriétés mécaniques (EUR 5866.1977). La résilience la meilleure correspond aux structures de type martensitique. Une dégradation est observée quand la température de transformation croît dans le domaine bainitique.

Les structures correspondant aux énergies de soudage élevées présentent une mauvaise résilience. Deux méthodes sont proposées pour améliorer ce comportement (KANAZAWA S. 1976) :

. la première consiste en l'addition d'éléments de micro-alliage qui vont accroître la trempabilité de l'acier, et donc conduire à la formation de structures de type martensitique ou bainitique inférieure de meilleures résiliences. Cette solution ne peut être envisagée car elle aurait comme autre conséquence de rendre le matériau plus sensible à la fissuration à froid (Voir Annexe I).

. la deuxième s'appuie sur le contrôle de la taille de grains austénitiques. Une diminution de la taille des grains diminue la trempabilité et permet un affinement de la structure après soudage. Nous avons précédemment rapporté que le contrôle de la taille de grains austénitiques peut être réalisé par des précipités stables à haute température (§ A.2.3). A ce jour, l'efficacité des précipités de nitrure de titane, liée à leur composition, sur l'aptitude au soudage forte énergie des aciers de construction, est interprétée essentiellement à partir de ce paramètre.

Il est rapporté par quelques auteurs (KANAZAWA S. 1976, MATSUDA S. 1976, THREADGILL P. 1981) que le nitrure de titane favoriserait par ailleurs l'affinement de la structure en agissant comme site préférentiel de germination intragranulaire de ferrite. Aucune vérification expérimentale approfondie de ce mécanisme n'a été réalisée.

A.3 IMPORTANCE DE LA PRESENCE DE PRECIPITES STABLES A HAUTE TEMPERATURE

A.3.1 Optimisation des teneurs en titane et en azote

De nombreux auteurs ont tenté d'évaluer les teneurs optimales en titane et en azote pour obtenir de bonnes propriétés de résilience dans la zone affectée par la chaleur. Ces études ont été principalement menées sur des coulées industrielles ou expérimentales de nuances de limite d'élasticité proche de 360 MPa destinées à la construction navale. Les aciers considérés dans ce paragraphe ne contiennent pas d'élément de microalliage de type dispersoïde autre que le titane.

La figure A.12 représente l'évolution de la température de transition de trois aciers pour des vitesses de refroidissement faibles (KANAZAWA S. 1976). Les échantillons se distinguent uniquement par leurs teneurs en titane et bore. La teneur en azote est inconnue.

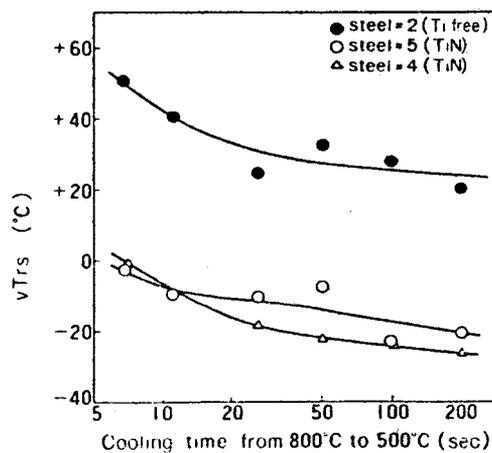


Figure A.12 : Evolution de la température de transition avec le critère de refroidissement de 3 aciers à teneurs en titane variables (0,13 % C, 1,3 % Mn) ($T_m = 1400^\circ\text{C}$) (KANAZAWA S. 1976).

acier : ● 2 Ti = 0 Δ 4 Ti = $18 \cdot 10^{-3} \%$ ○ 5 Ti = $7 \cdot 10^{-3} \%$

La présence de titane dans l'acier est à l'origine d'une diminution des températures de transition.

TOMITA M.(1980) a optimisé les teneurs en titane et azote d'aciers C - Mn à partir d'essais de résilience Charpy V à 0°C sur éprouvettes dont l'entaille est positionnée en ligne de fusion de joint réel soudé avec une énergie de 15 kJ mm^{-1} .

Les figures A.13 montrent que l'énergie de résilience à 0°C " $E_1 \text{ } 0^\circ\text{C}$ " passe par un maximum pour les teneurs pondérales en titane proche de 0,015 % et en azote proche de 0,005 %. Ces teneurs correspondent à un rapport massique titane/azote voisin de 3.

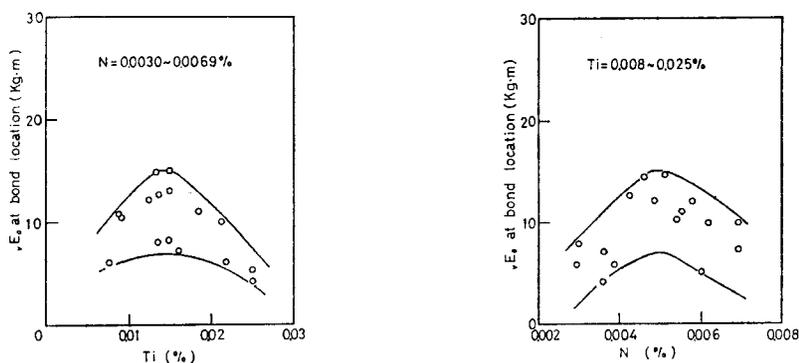


Figure A.13 : Effet des teneurs en titane et en azote sur la valeur de $E_1 \text{ } 0^\circ\text{C}$ après soudage monopasse S.A.W. (TOMITA M. 1980).

Les résultats obtenus par BESSYO K. (1982) conduisent à des conclusions équivalentes selon lesquelles la température de transition à 50 % de cristallinité passe par un minimum pour des teneurs en titane et en azote similaires à celles trouvées précédemment. Les figures A.14 illustrent cette corrélation.

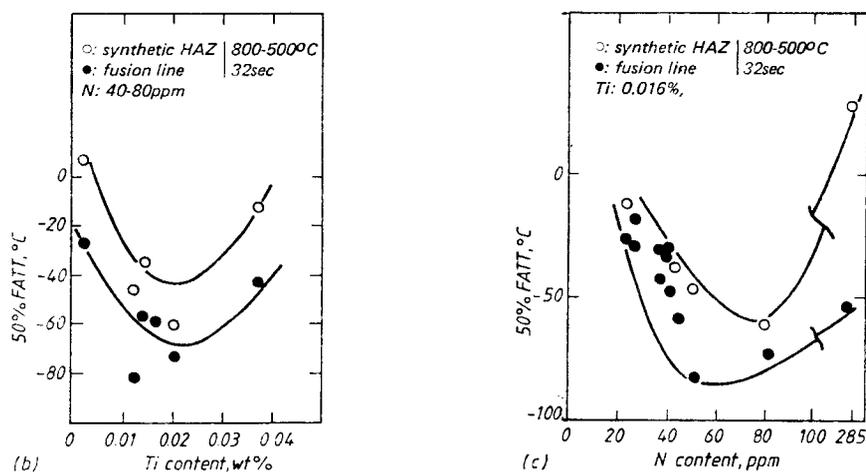


Figure A.14 : Influence des teneurs en titane et en azote sur la température de transition $T_k \text{ } 50 \%$ (BESSYO K. 1982)

Plus récemment, NAKANISHI M. (1983) a étudié le développement de nuances à soudabilité améliorée. Dans ce but, il a représenté la dépendance de la température de transition en ligne de fusion de joint soudé à $4 - 6 \text{ kJ. mm}^{-1}$ en fonction des teneurs en titane et en azote. La figure A.15 confirme l'existence de teneurs en titane et azote optimales. Elle montre que le rapport massique Ti/N doit être voisin de 2 et la teneur en titane proche de 0,010 %.

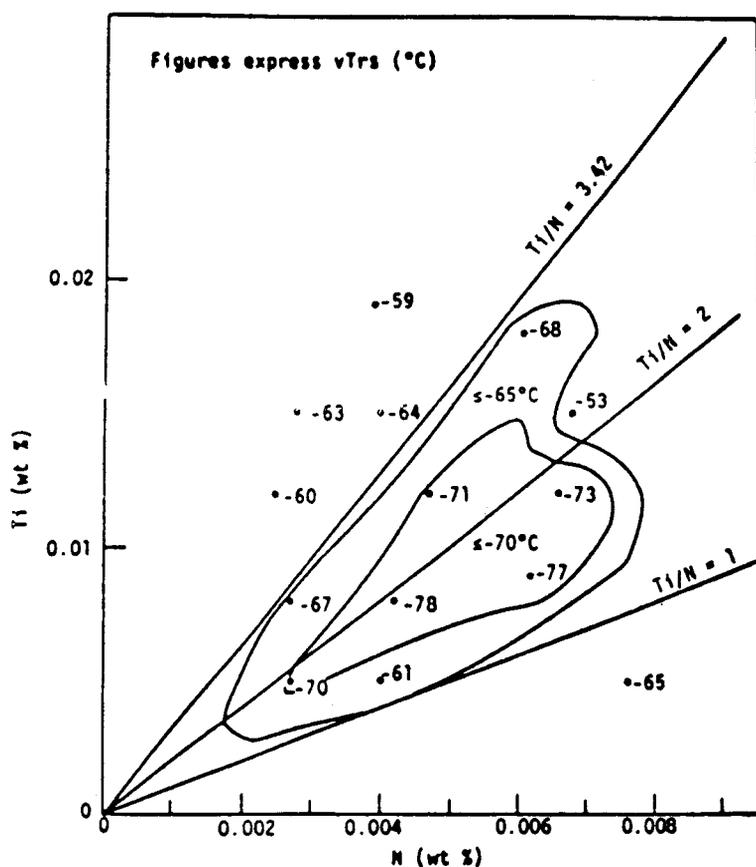


Figure A.15 : Effet du titane et de l'azote sur la résilience en ligne de fusion $H = 4 - 6 \text{ kJ mm}^{-1}$ (NAKANISHI M. 1983).

Toutes ces études conduisent à une valeur optimale du produit de solubilité $[Ti] \cdot [N]$ proche de $75 \cdot 10^{-6}$. Cette valeur correspond à la précipitation du nitrure de titane, à haute température, en phase solide (§ A.2.2). Elle évite en particulier la formation de nitrure de titane grossier en phase liquide.

A.3.2 Caractérisation de la microstructure des aciers

A.3.2.1 Contrôle de la taille de grains austénitiques

La figure A.10 (§ A.2.3) illustre le contrôle de la taille des grains austénitiques par les précipités de nitrure de titane.

De nombreux auteurs confirment cette dépendance. A titre d'exemple, KANAZAWA S.(1976) a comparé les effets de plusieurs types de précipités sur la croissance des grains austénitiques à hautes températures. Le tableau A.4 reprend les analyses chimiques des aciers utilisés.

Steel	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ti	Zr	Hf	V	Nb	Ta	Al _(sol)	B	Precipitate
1	0.14	0.30	1.30	0.015	0.009	0.01	-	-	-	-	-	-	0.001	-	-
2	0.13	0.19	1.31	0.006	0.005	0.01	-	-	-	-	-	-	0.006	-	-
3	0.13	0.28	1.26	0.004	0.006	0.01	-	-	-	-	-	-	0.046	-	AlN
4	0.14	0.28	1.21	0.015	0.007	0.01	0.018	-	-	-	-	-	0.015	0.0033	TiN
5	0.13	0.19	1.32	0.006	0.005	0.01	0.019	-	-	-	-	-	0.007	-	TiN
6	0.14	0.29	1.31	0.015	0.009	0.01	0.021	-	-	-	-	-	0.010	0.0020	TiN
7	0.13	0.24	1.12	0.005	0.005	0.01	-	0.017	-	-	-	-	0.030	-	ZrN
8	0.13	0.32	1.42	0.012	0.011	0.08	-	-	0.06	-	-	-	0.040	-	?
9	0.13	0.32	1.36	0.013	0.006	0.01	-	-	-	0.045	-	-	0.015	-	VC(N)
10	0.13	0.28	1.38	0.004	0.006	0.01	-	-	-	-	0.022	-	0.020	-	NbC(N)
11	0.15	0.50	1.20	0.004	0.008	0.01	-	-	-	-	-	0.05	0.030	-	TaC(N)
12	0.14	0.28	1.22	0.014	0.006	0.01	0.018	-	-	-	-	-	0.015	0.0033	TiN
13	0.13	0.23	1.26	0.005	0.006	0.01	0.018	-	-	-	-	-	0.004	0.0019	TiN

Tableau A.4 : Analyses chimiques des aciers étudiés et nature des précipités rencontrés par KANAZAWA S.(1976).

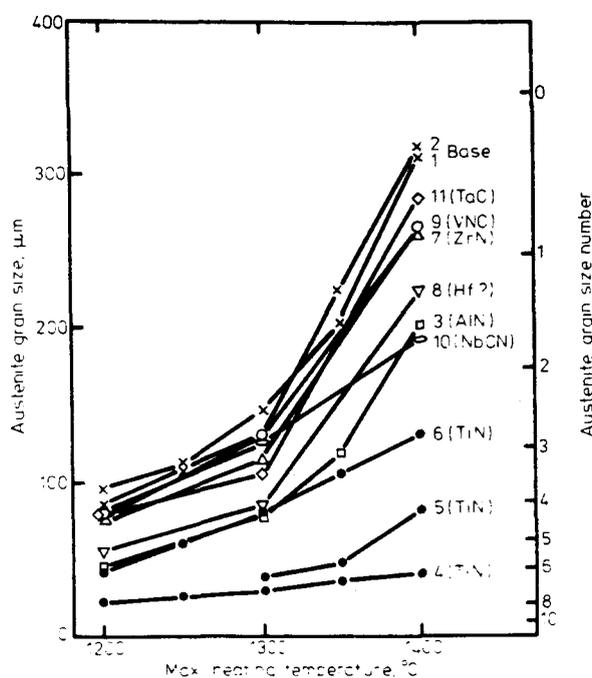


Figure A.16 : Evolution de la taille des grains austénitiques avec la température de réchauffage et la nature des précipités (conditions de soudage) (KANAZAWA S. 1976).

La figure A.16 révèle que les aciers microalliés au titane présentent des tailles de grains austénitiques inférieures, par comparaison aux aciers microalliés au niobium. Cet effet est sensible pour les cycles thermiques de soudage caractérisés par une température maximale élevée supérieure à 1300°C.

KANASAWA S. a ensuite relié la taille des grains d'austénite à l'état de précipitation de l'acier. Après soudage, il distingue trois classes de précipités différenciées par leurs tailles. Il s'agit respectivement de l'ensemble des précipités ou des particules de dimension inférieure à 0,05 μm ou à 0,1 μm . La figure A.17 relie la variation de taille des grains austénitiques à la fraction volumique de précipités de chacune de ces trois classes.

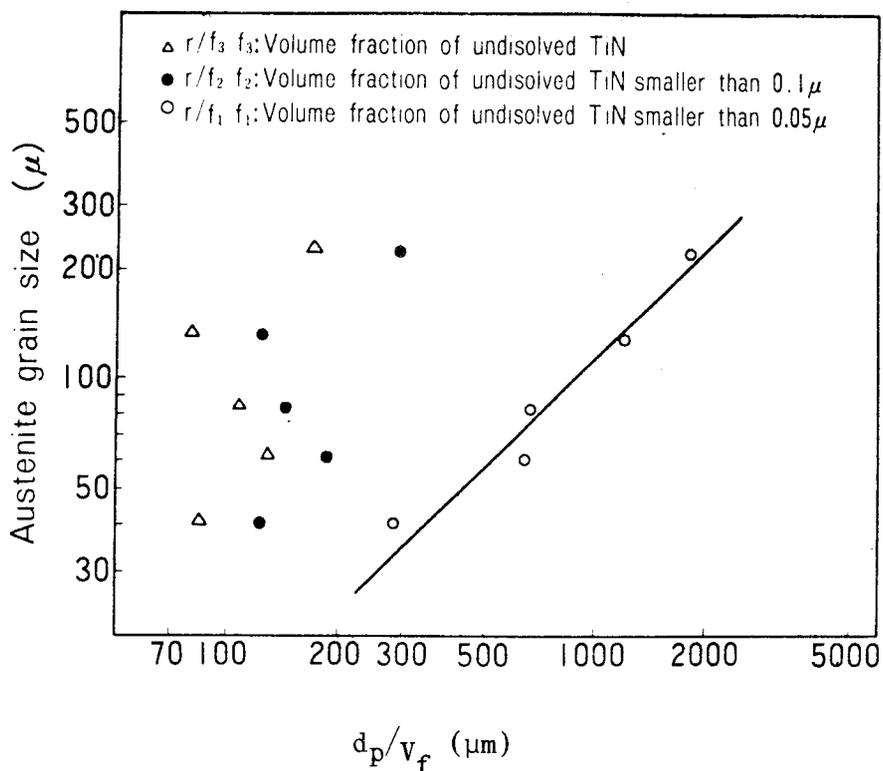


Figure A.17 : Evolution de la taille des grains austénitiques avec la fraction volumique de précipités de tailles < 0,05 μm , < 0,1 μm et la fraction volumique totale (KANAZAWA S. 1976).

La meilleure corrélation est obtenue en utilisant la classe de précipités de taille inférieure à 0,05 μm . La régression conduit à un facteur τ (défini dans la relation A.27) de 0.12. Le résultat confirme l'efficacité des petits précipités à limiter la croissance des grains.

A.3.2.2 Influence du nitrure de titane sur la trempabilité

La trempabilité d'un acier peut être appréciée à partir de son diagramme T.R.C. La figure A.18 a) illustre le comportement de deux aciers, microalliés ou non au titane, au cours du refroidissement après soudage (KANAZAWA S. 1976). On constate que l'acier contenant du titane présente une trempabilité inférieure à celle de l'acier qui en est dépourvu. Cette différence se traduit par une vitesse critique d'apparition de la ferrite proeutectoïde qui est plus élevée dans l'acier microallié au titane.

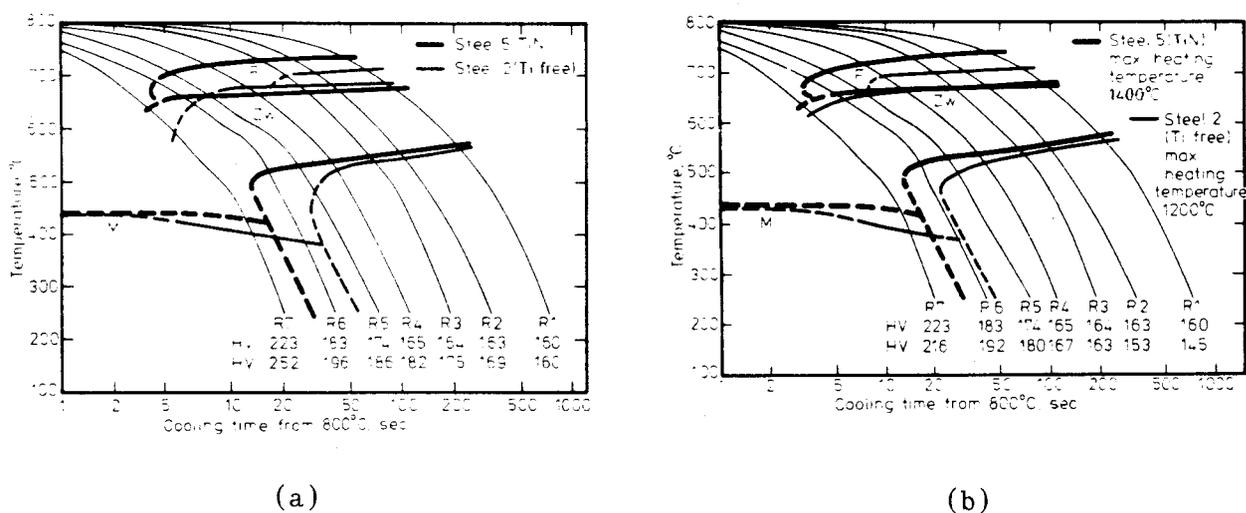


Figure A.18 : Diagrammes T.R.C. établis en conditions de soudage pour deux aciers microalliés ou non au titane.

- taille de grains γ différentes
- taille de grains γ identiques

En diminuant la température de réchauffage de l'acier 2, de telle sorte que les tailles de grains austénitiques soient équivalentes avant refroidissement, un écart de trempabilité est toujours visible (Figure A.18 b).

Ce résultat semble montrer que l'action du nitrure de titane sur la trempabilité de la zone affectée par la chaleur ne résulte pas uniquement de la minimisation de la taille de grains austénitiques. Une étude structurale approfondie des mécanismes de transformation des deux aciers tend à interpréter cette constatation par la germination intragranulaire de la ferrite, qui se produit exclusivement dans l'acier microallié au titane. Depuis ces travaux, aucun travail approfondi n'a cherché à vérifier les résultats de KANAZAWA S. et à interpréter la trempabilité des aciers au titane. Les recherches ont essentiellement porté sur l'état de précipitation et la stabilité des précipités de nitrure de titane.

A.3.3 Etat de précipitation du nitrure de titane

KASAMATSU Y. (1979) a utilisé la méthode des répliques avec extraction en microscopie électronique en transmission pour estimer la fraction volumique et la taille des précipités contenus dans des aciers microalliés au titane. La figure A.19 présente l'histogramme des tailles des précipités de TiN dans deux aciers à l'état normalisé.

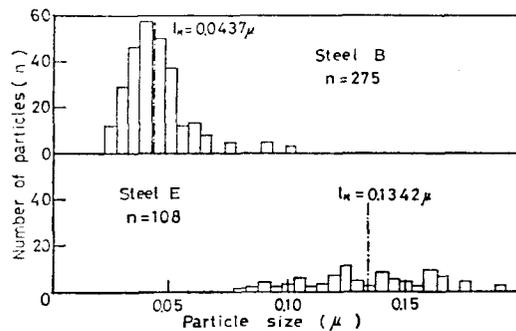


Figure A.19 : Histogrammes des tailles des précipités de TiN dans des tôles à l'état normalisé (KASAMATSU Y. 1979)

Acier B : Ti = 0,013 % N = 0,003 %

Acier E : Ti = 0,025 % N = 0,0036 %

On observe dans l'acier B une dimension moyenne des précipités proche de 50 nm. La plus forte teneur en titane de l'acier E aplatit l'histogramme et augmente la dimension moyenne des précipités.

La comparaison des figures A.19 et A.20 établit que le cycle thermique de soudage entraîne une modification de la répartition des tailles des précipités.

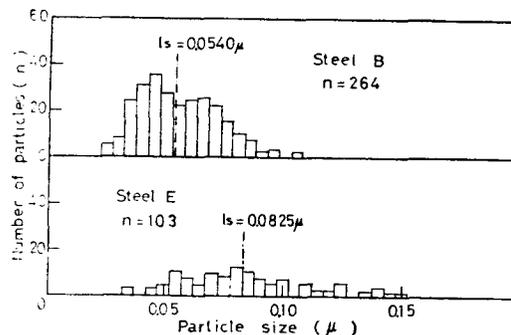


Figure A.20 : Histogrammes des tailles des précipités de TiN après soudage (KASAMATSU Y. 1979).

La dimension moyenne des précipités contenus dans l'acier B augmente contrairement à celle des particules présentes dans l'acier E. La dimension des précipités est proche de 50 nm, valeur qui est considérée comme maximum pour le contrôle des grains austénitiques par KANAZAWA S. (1976).

Les travaux antérieurs à 1980 ne précisent pas la nature cristallographique des précipités observés dans les aciers au titane qui sont supposés être des nitrures de titane.

L'obtention de caractéristiques mécaniques suffisantes pour le métal de base nécessite l'addition d'élément de microalliage de type dispersoïde autre que le titane, tel que le niobium, le vanadium, ... L'interprétation de l'influence de ces éléments sur la soudabilité des aciers au titane passe par l'étude fine de l'état de précipitation.

A.3.4 Influence des éléments dispersoïdes autres que le titane sur l'état de précipitation. Conséquences sur le comportement mécanique de la Z.A.C.

L'état de précipitation dans des aciers microalliés au titane et au niobium a été considéré par LOMBRY R. (1980), HOUGHTON D.C. (1982), SUZUKI S. & HOUGHTON D.C. (1987), WOODFIELD A.J. (1983), KOBAYASHI H. (1981) et STRID J. (1985). L'influence d'autres éléments dispersoïdes (Al, V) a été étudiée par LOBERG B (1984).

Dans les aciers microalliés au titane et au niobium, les auteurs distinguent 3 classes de précipités, en fonction de leurs compositions chimiques et de leurs tailles :

1 - des particules de morphologie cubique et de dimension proche de 10^3 nm, très riche en titane et de structure cubique à faces centrées avec un paramètre cristallin "a" d'environ 0,43 nm.

2 - des précipités de formes variées, de taille $d_p \sim 100$ nm, très riches en titane et contenant du niobium, de structure cubique à faces centrées avec un paramètre cristallin à $\sim 0,43$ nm.

3 - de très nombreux précipités très fins ($d_p \sim 10$ nm), équiaxes, très riches en niobium et contenant peu de titane.

Les auteurs s'accordent pour reconnaître que :

- les particules de la classe 2 sont des précipités de type $Ti_x Nb_{1-x} (C_y, N_{1-y})$ où le niobium est en substitution dans un précipité de carbonitride de titane.

- les particules de la classe 3 sont des précipités du type $Nb_x Ti_{1-x} (C_y, N_{1-y})$ où le titane est en substitution dans un précipité de carbonitride de niobium.

Les particules de la classe 1 sont des nitrures de titane formés en phase liquide. L'existence de ces particules est liée aux valeurs élevées du produit de solubilité $[Ti] \cdot [N]$.

La stabilité des différents types de précipités n'est pas équivalente au chauffage. Les particules de $(Nb, Ti)C$ sont remises en solution au cours du cycle de soudage (HOUGHTON D.C. 1982, KOBAYASHI M. 1981). La figure A21 montre que cette dissolution s'accompagne d'un accroissement de la fraction volumique des précipités de type $(Ti, Nb)N$ vers $1200^\circ C$ par croissance de leur taille.

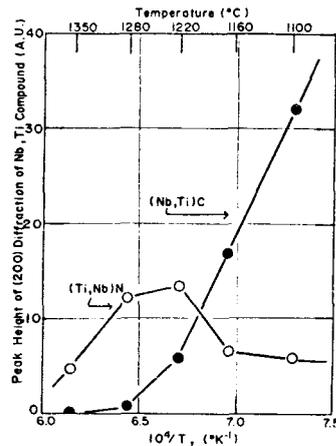
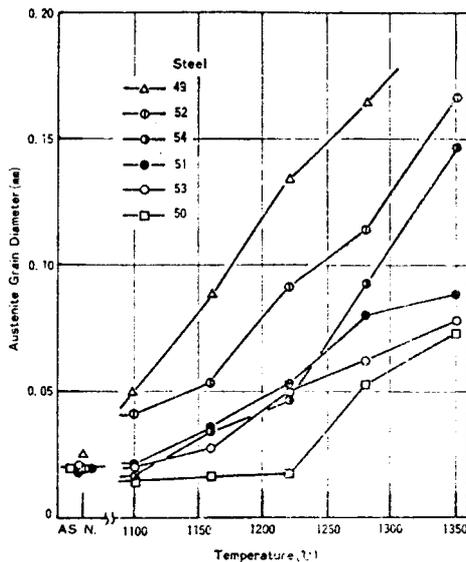


Figure A.21 : Variation de l'intensité de la raie de diffraction X (200) des précipités de $(Ti, Nb)N$ et $(Nb, Ti)C$ en fonction de la température de chauffage. (KOBAYASHI H.1981)

La figure A.22 révèle que l'augmentation de la taille des précipités de $(Ti, Nb)N$ est à l'origine de la croissance anticipée des grains austénitiques, comparativement aux cas des aciers uniquement microalliés au titane.



Composition des aciers

Steel	C	Si	Mn	P	S	N	Al	Nb	Ti
49	0.07	0.34	1.73	0.008	0.008	0.0036	0.052	—	—
50	0.06	0.36	1.77	0.010	0.008	0.0065	0.025	—	0.023
51	0.04	0.36	1.73	0.009	0.009	0.0044	0.031	0.044	0.033
52	0.06	0.35	1.75	0.012	0.009	0.0034	0.046	0.044	—
53	0.04	0.35	1.73	0.009	0.009	0.0043	0.026	0.120	0.028
54	0.05	0.37	1.77	0.011	0.009	0.0039	0.045	0.140	—

Figure A.22 : variation de la taille des grains austénitiques avec la température suite à un maintien de 5s (KOBAYASHI M.1981).

Ce résultat est confirmé par les travaux de STRID J. (1985) qui observe un effet semblable entre la composition des précipités et la croissance des grains austénitiques.

Le degré de substitution des précipités de $(\text{Ti}_x\text{Nb}_{1-x})\text{N}$ influe sur la valeur de leur paramètre cristallin. Cette évolution est illustrée par la figure A.23

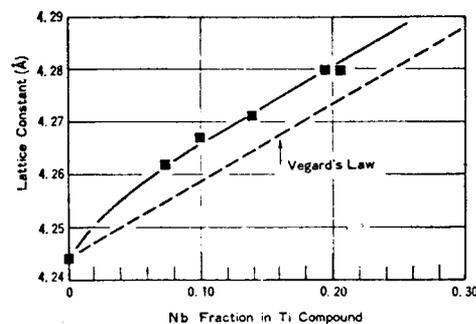


Figure A.23 : Variation du paramètre cristallin des précipités avec leur teneur en niobium. (KOBAYASHI H. 1981).

Par ailleurs HOUGHTON D.C (1982), WOODFIELD A.J. (1983), montre que dans un acier microallié au titane et au niobium, la composition des précipités de nitrure de titane est très fortement dépendante de la température de réchauffage des brames. Les variations des teneurs en titane et niobium, carbone et azote dans les précipités après traitement isotherme entre 900°C et 1400°C sont représentées sur la figure A.24.

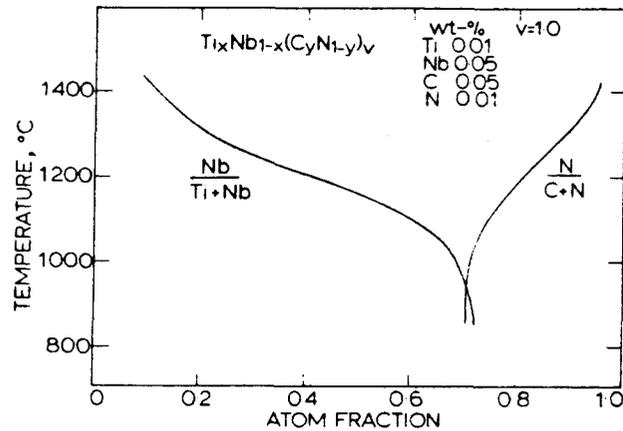


Figure A.24 : Evolution des teneurs en niobium et azote dans les précipités de type $Ti_xNb_{1-x}(C_yN_{1-y})_v$ avec la température de réchauffage (HOUGHTON D.C.1982).

Ce résultat implique qu'il existe une relation entre la valeur du paramètre cristallin des précipités, et la teneur en niobium de l'acier par température de réchauffage des brames. La figure A.25 due à KOBAYASHI H.(1981) présente un résultat de ce type.

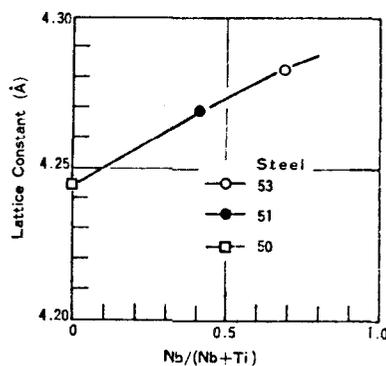


Figure A.25 : variation du paramètre de maille des précipités avec la teneur en niobium de l'acier (KOBAYASHI H.1981).

Dans les aciers au titane (0,01%) microalliés au vanadium (0,05%), contenant des teneurs variables en aluminium (0,02% - 0,07%), LOBERG. B (1984) retrouve les éléments de microaddition en substitution dans les précipités de "nitrure de titane". Il établit dans ce cas, que la composition chimique des particules est fonction de leur taille (Figure A.26).

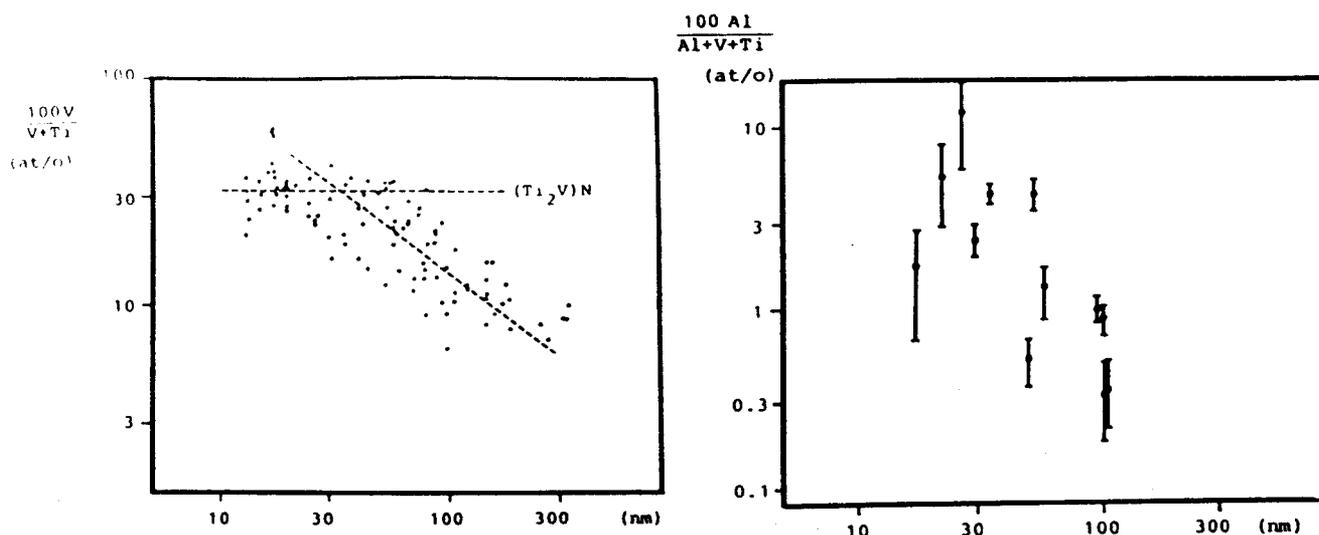


Figure A.26 : Influence de la taille des précipités sur leur composition (LOBERG B.1984)

- a) acier Ti+V
- b) acier Ti+V+Al

Le précipité de base est toujours un nitrure de titane. Cette observation s'interprète au moyen de deux hypothèses selon lesquelles :

- la solubilité du vanadium dans un précipité de nitrure de titane dépend du degré de cohérence de ce précipité avec la matrice
- il existe un effet de "coquille". Les précipités de nitrure de titane agissent comme sites préférentiels pour la précipitation du nitrure de vanadium qui enveloppe chaque précipité de nitrure de titane.

Une autre originalité des travaux de LOBERG B. est de montrer que la présence d'éléments d'alliage modifie fortement la forme de l'histogramme des tailles de précipité et leur stabilité. La figure A.27 révèle qu'une augmentation de la teneur en aluminium et/ou vanadium déplace l'histogramme des tailles vers des dimensions plus importantes. On constate par ailleurs, que après cycle de soudage, le déplacement des histogrammes de tailles est accru par la présence d'éléments dispersoïdes.

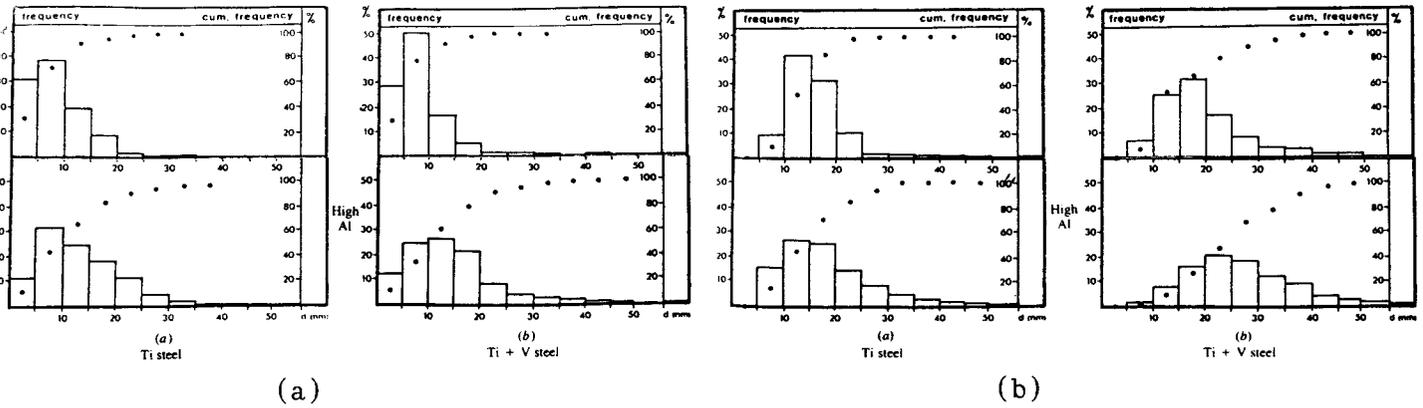


Figure A.27 : Histogramme des tailles de précipités. Influence du cycle thermique de soudage ($T_m = 1350^\circ\text{C}$, $\Delta t_{500}^{800} = 100 \text{ s}$) (LOBERG B. 1984)

- a) état normalisé
b) état Z.A.C

A.3.4.1 Conséquences sur les propriétés mécaniques de la Z.A.C

La figure A. 28 présente l'effet d'une microaddition de vanadium ou de niobium sur la résilience de la zone affectée par la chaleur.

Designation	Main alloying elements	Steel No.	C	N	Si	Mn	P	S	Al	Nb	V	Ti	Yield strength (MPa)	Uts (MPa)
Ti	{ Ti	1	0.12	0.009	0.23	1.53	0.005	0.006	0.020			0.011	340	488
	{ Ti + N	2	0.12	0.014	0.23	1.50	0.005	0.007	0.023			0.12	372	493
	{ Ti + Al	3	0.13	0.008	0.24	1.48	0.006	0.007	0.072			0.014	320	478
Ti - V	{ Ti, V	4	0.12	0.009	0.27	1.52	0.005	0.006	0.022		0.052	0.011	377	511
	{ Ti, V - N	5	0.12	0.014	0.23	1.49	0.006	0.007	0.025		0.048	0.013	366	502
	{ Ti, V + Al	6	0.11	0.011	0.27	1.52	0.006	0.008	0.072		0.054	0.013	344	486
Ti - Nb	{ Ti, Nb + V	7	0.11	0.006	0.32	1.41	0.016	0.010	0.026	0.026	0.017	0.008		
	{ Ti, Nb + N	8	0.09	0.010	0.33	1.41	0.013	0.011	0.027	0.027	0.009	0.007		
Nb	Nb	9	0.12	0.009	0.22	1.48	0.006	0.006	0.022	0.023			357	488

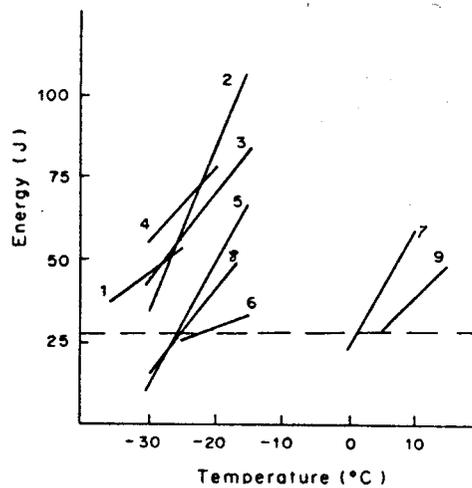


Figure A.28 : Analyses chimiques et courbes de résilience de nuances micro-alliées au titane, vanadium et/ou aluminium après simulation thermique de soudage ($T_m = 1350^\circ\text{C}$, $\Delta t_{500}^{800} = 100 \text{ s}$) (STRID J. 1985) .

A l'exception du cas du vanadium, la présence d'éléments de microalliage de type dispersoïde, autres que le titane conduit à une dégradation de la résilience de la Z.A.C.

L'influence bénéfique du vanadium n'est plus observée en présence de niobium, comme le montrent les résultats d'essais C.O.D sur éprouvettes simulées ($\Delta t_{300}^{700} \sim 100s$) rassemblés dans la figure A.29.

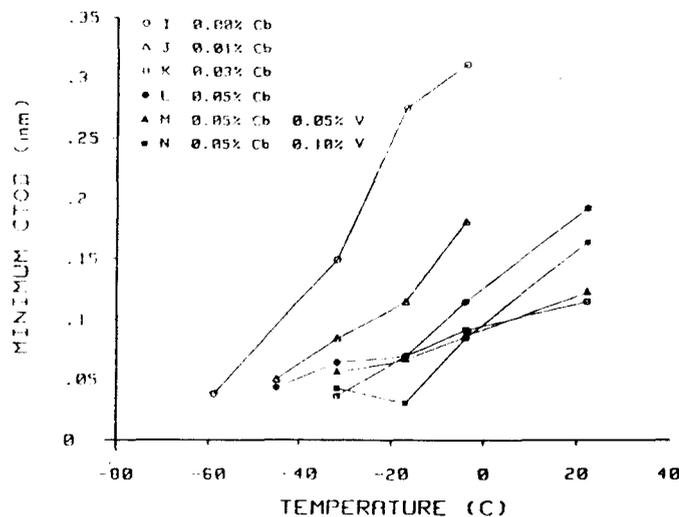


Figure A.29 : Effet du niobium (Cb) et du vanadium sur les résultats d'essais C.O.D sur aciers microalliés au titane ($C \sim 0,06 \%$; $Mn \sim 1,9 \%$; $Ti \sim 0,005 \%$) après simulation de soudage (Mc. GRATH J.T. 1983).

Ces travaux confirment par ailleurs la dégradation de la tenacité de la Z.A.C en présence d'élément de microalliage autres que le titane. La dégradation atteint son maximum quand la teneur en niobium est voisine de $30 \cdot 10^{-3} \%$.

A.4 CONCLUSION

L'action espérée du nitrure de titane pour l'amélioration de la soudabilité est :

- le contrôle de la taille des grains austénitiques à hautes températures
- la germination préférentielle de ferrite au contact de ces précipités
- le piégeage de l'azote libre dans la matrice.

Le premier de ces trois aspects est le seul à avoir été étudié de manière importante. Les travaux ont déterminé la stabilité des nitrures de titane à haute température, les teneurs optimales en titane et azote des aciers et l'influence de la teneur en éléments dispersoïdes (Nb, V, Al, ..) sur la stabilité des nitrures mixtes et sur la forme de l'histogramme de leurs tailles. Le but de ces travaux était d'évaluer l'aptitude de ces précipités à contrôler la taille des grains austénitiques à haute température. Ils montrent que les teneurs optimales en titane et azote sont respectivement proches de $10^{-3} \%$ et $5 \cdot 10^{-3} \%$.

Ils établissent en particulier que l'ajout d'éléments dispersoïdes autres que le titane modifie fortement l'aptitude des précipités à contrôler la taille des grains austénitiques, ce qui peut être à l'origine du mauvais comportement mécanique des aciers au titane microalliés après un cycle de soudage.

Les influences des teneurs en azote libre et de la germination intragranulaire de ferrite n'ont jamais été considérées dans l'interprétation des résultats de résilience des aciers microalliés au titane.

Les valeurs de résilience en Z.A.C obtenues dans des aciers microalliés au titane et au niobium font défaut pour quantifier l'influence nocive du niobium. Les communications émanant des grands groupes sidérurgiques se limitent à la caractérisation des précipités et de la structure des aciers. Le manque d'études à caractère mécanique, sur l'influence du niobium, provient de la quasi nécessité, jusqu'à aujourd'hui, d'utiliser cet élément pour obtenir des propriétés mécaniques satisfaisantes au niveau du métal de base.

Le développement des procédés d'élaboration des plaques par "trempe-douce" permettra de s'affranchir de la microaddition de niobium, qui freine le développement des nuances au titane. Les producteurs d'aciers japonais commencent d'ailleurs à commercialiser de tels produits.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES CITEES DANS LE CHAPITRE A

- **AARON H.B.**

"On the Kinetics of precipitates dissolution"

Met. Science Journal, 2, 1968 (192-193)

- **ASHBY M.F., EASTERLING K.E.**

"A first report on diagrams for grain growth in welds"

Acta Met., 30, 1982, (1969 - 1978)

- **BESSYO K., OZAWA H., NAKANO N., NAKANISHI M.**

"The development of high heat input steels for offshore welded structures by S.H.T. process"

Welding Conference - London - 1982 - paper 11

- **CHINO H., WADA K.**

"Thermodynamique de la desoxydation du bain et de la précipitation des carbures et nitrures dans l'acier à l'état solide"

Yawata technical report, 251, juin 1965, (75-100)

- **CUDDY L.J., RALEY J.C.**

"Austenite grain coarsening in microalloyed steels"

Met. Trans A, 14, 1983, (1989-1995)

- **DARKEN L.S., SMITH R.P., FILER E.W.**

"Solubility of gaseous nitrogen in gamma-iron and the effect of alloying constituents - Aluminium nitride precipitation"

Trans. A.I.M.E., 191, 1951 (1174-)

- **DESALOS Y., LAURENT R.**

"Mise en solution du titane dans des aciers au carbone manganèse. Conséquences sur la trempabilité et le durcissement par précipitation"

Rapport IRSID R.I., 662, 1977

- **EASTERLING K.E.**

"Introduction to the physical metallurgy of welding"

Butterworth Edt, 1983

- **GATELIER C. JAQUEMOT A.**

"Aspects fondamentaux du comportement de l'azote dans le fer et les aciers"

Rapport IRSID, PCM RE 393, Nov 1975

- **GLADMAN T.**

Proc. Roy. Soc., 294 A, 1966, (298-)

- **Mc GRATH J.T., GODDEN M.J., Mc CUTCHEON D.B., EMBURY J.D., RUDDLE G.E.**

"The effect of microalloy additions on the heat affected zone notch toughness of C - Mn - Mo linepipe steel"

A.S.M. Metal Congress, 1983, Philadelphia

- **HELLMAN P., HILLERT M.**

Scand. J. of Met., 4, 1975, (211-)

- **HOUGHTON D.C., WEATHERLY G.C., EMBURY J.D.**

"Microchemistry of carbonitrides in the H.A.Z. of H.S.L.A. steels"

Proc. Int. Conf. on Adv. of Phys. Metal. and Applic. of Steels, Liverpool 1981
Met. Soc., 1982, (136-146)

- **ION J. EASTERLING K.E., ASHBY M.F.**

"A second report on diagrams of microstructure and hardness for heat-affected zones in welds"

Acta Met., 30, 1982 (1949-1962)

- **IRVINE K.J., PIKERING F.B., GLADMAN T.**

"Grain Refined C-Mn Steels"

J.I.S.I., Fév 1967, (161-182)

- **KANAZAWA S., NAKASHIMA A., OKAMOTO K., KANAYA K.**

"Improvement of weld fusion zone toughness by fine TiN"

Trans. I.S.I.J., 16, 1976, (486-495)

- **KASAMATSU Y., TAKASHIMA S., HOSOYA T.**

"Effect of titanium and nitrogen on toughness of H.A.Z. of steel plates with tensile strength of 50 kg/mm² in high heat input welding"

Tetsu to Hagané, 65, 1979, (1232-1241)

- **KOBAYASHI H., KASAMATSU Y.**

"Characteristics of precipitates and austenite grain growth in Nb and Ti bearing high strength steels"

Tetsu to Hagané, 67, 1981, (1990-1999)

- **KODA M., AMANO K., FUNAHASHI Y. SHIGA C., UEDA S.**

"Relation between dissolution behavior of titanium nitride precipitates and austenite grain size in synthetic H.A.Z."

Trans. I.S.I.J., 25, 1981, (B 21)

- **KUNZE J.**

"Solubility product of titanium nitride in γ -iron"

Met. Science, 16, avril 1982, (217-218)

- **LAFRANCE M.**

"Principales caractéristiques des spécifications offshore"

Note interne Usinor 7.02.84

- **LAKSHMANAN V.K., KIRKALDY J.S.**

"Solubility product of Niobium Carbide in austenite"

Met. Trans. A, 15, 3, 1984, (541-544)

- **LESLIE W.C., RICKETT R.L., DOTSON C.L., WALTON C.S.**

"Solution and precipitation of aluminium nitride in relation to the structure of low carbon steels"

Trans. A.S.M., 46, 1954, (1470-1497)

- **LIFSHITZ I.M., SLYOZOV V.V.**

"The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions"

Journal of the Physics and Chemistry of Solids, 19, 1961, (35-50)

- **LOBERG B., NORDGREN A., STRID J., EASTERLING K.E.**

"The role of alloy composition on the stability of nitrides in Ti-microalloyed steels during weld thermal cycles"

Met. Trans. A, 15, 1984, (33-41)

- **LOMBRY R., BOULEAU D.**

Note IRSID, PA 3 2394 RL/CC, avril 1980

- **MANDRY P. DORNELAS W.**

Compte rendu Acad. Science, 263, 1966, (1118-)

- **MASUBUCHI K.**

"Analysis of welded structures"

Pergamon Press, 1980, chap. 2

- **MATSUDA S., KAGEYAMA H.**

"Effect on TiN particles on the proeutectoid ferrite reaction"

Tetsu to Hagané, 10, 1976, (1356-1362)

- **MATSUDA S., OKUMURA N.**

"Effect of distribution of TiN precipitates particules on the austenite grain size of low carbon low alloy steels"

Trans. I.S.I.J., 18, 1978, (198-205)

- **MORI T., FUJITA K., TOKIZANE M., YAMAGUCHI K.**

Tetsu to Hagané, 51, 1965, (2031)

- **MORITA Z. KUNISADA K.**

"Solubility of nitrogen and equilibrium of Ti nitride forming reaction in liquid Fe-Ti alloys"

Tetsu to Hagané, 1977, (1663-)

- **MROWEC S.**

"Defects and Diffusion in Solids - An Introduction"

Elsevier 1980

- **NAKANISHI M., KOMIZO Y., SETA I., NAKAMURA M., SAITOH Y.**

"Development of high toughness steel plates for low temperature service by dispersion with nitride particles and oxide particles

I.I.W. DOC IX, 1281-83

- **NARITA K.**

Journal of the Chemical Society of Japan, 80, 1959, (266-269)

- **NARITA K.**

"Physical chemistry of the groups IVa (Ti, Zr), Va (V, Nb, Ta) and the rare earth elements in steels"

Trans. I.S.I.J., 15, 1975, (145-152)

- **NORDBERG H., ARONSON B.**

J.I.S.I., 206, 1968, (1263-)

- **ROBERTS G.A., MEHL R.F.**

Trans. A.I.M.E., 154, 318, 1943

- **SHARMA R.C., LAKSHMANAN V.K., KIRKALDY J.S.**

"Solubility of Niobium Carbide and Niobium Carbonitride in alloyed austenite and ferrite"

Met. Trans. A, 15, 3, 1984, (545-553)

- **SHICK H.**

"Thermodynamics of certain refractory compounds"

Academic Press, 1966

- **SMITH C.S.**

Trans. A.I.M.E., 175, 1948, (47-)

- **STRID J., EASTERLING K.E.**

"On the chemistry and stability of complex carbides and nitrides in micro-alloyed steels"

Acta Met., 33, 11, 1985, (2057-2074)

- **SUZUKI S., WEATHERLY G.C., HOUGHTON D.C.**

"The response of carbo-nitride particles in H.S.L.A. steels to weld thermal cycles"

Acta Met., 35, 2, 1987, (341-352)

- **THAULOW C., PAAUW A.J., GUNLEIKSRUD A., NAESS O.J.**

"Heat affected zone toughness of a low carbon microalloyed steel"

Met. Const., 1985, 17, (94-99)

- **THREADGILL P.**

"Titanium treated steels for high heat input welding"

The Weld. Inst. Research Bul., 7, 1981, (189-196)

- **TOMITA M., TAKASHIMA S., HOSOYA T., KASAMATSU Y.**

"Development of steel plates for high heat input welding by optimizing small amount of titanium and nitrogen contents"

Séminaire sur l'utilisation de l'acier dans la construction navale. Katowice (Pologne), 15.19 sept 1980

- **WAGNER C.**

"Théorie der altering von niederschlagen durch umlösen"

Zeitschrift fur electrochemie, 65, 1961, (581-)

- **WOODFIELD A.J., RAISON J.M., LORETTO M.H., SMALLMAN R.E., COCHRANE R.C.**

"Microanalysis in heat treatment of micro alloy steels"

Proc. Conf. Heat Treat., Shangaï,

Met. Soc, 1983, (141-152)

- **Rapport de contrat CECA E.U.R. 5866. 1977**

" Propriétés d'emploi - Soudabilité des aciers, Soudabilité des aciers au C-Mn et microalliés"



Chapitre B. MATERIAUX ET PROCEDURES EXPERIMENTALES

B.1 MATERIAUX ETUDIÉS

Les aciers étudiés proviennent de coulées industrielles réalisées par USINOR ACIER, Usine de DUNKERQUE. La filière de fabrication est composée successivement d'une élaboration dans un convertisseur à oxygène, puis d'une solidification par coulée continue. Les échantillons sont prélevés dans des tôles obtenues par laminage contrôlé des brames sur une cage quarto. La température de réchauffage des brames est de 1240°C.

Le tableau B.1 précise les analyses chimiques des différents matériaux à l'instant de la coulée.

Tableau B.1 Composition chimique des aciers étudiés (pourcentages pondéraux)

Acier	C	Mn	P	S	Si	Al	Ni	Ti	Nb	N
A	0,130	1,455	0,019	0,005	0,442	0,039	0,420	0,014	0,004	0,004 ₂
B	0,087	1,479	0,022	0,002	0,460	0,044	0,455	0,014	0,036	0,008 ₆
C	0,112	1,490	0,007	0,003	0,470	0,062	0,429	0,020	0,004	0,003 ₂
D	0,098	1,495	0,011	0,005	0,442	0,041	0,432	0,010	0,004	0,004 ₀
E	0,107	1,455	0,009	0,005	0,497	0,055	0,447	0,013	0,026	0,002 ₇

Les alliages A et B ont été primitivement considérés dans le cadre d'une étude destinée à orienter le sujet. Les coulées n'ont pas fait l'objet de précautions particulières. Elles sont choisies pour leurs teneurs en titane, niobium et leurs comportements mécaniques après soudage. Les compositions des aciers C, D et E ont été choisies par la suite, dans un but d'étude, à la lumière des résultats obtenus avec les premiers alliages. Il était alors demandé un contrôle des teneurs en titane, niobium et azote, et une bonne reproductibilité de l'analyse de base en carbone, manganèse, nickel et silicium. On constatera donc, à la lecture de ce mémoire, que certaines investigations ont été réalisées sur les aciers A et B uniquement et d'autres sur les aciers C, D et E.

Dans l'exploitation des résultats, les variations de l'analyse en titane, niobium et azote sont essentiellement considérées. Le tableau B.1 montre que les alliages A, C et D possèdent une teneur en niobium nulle, leurs teneurs en titane et azote sont proches de celles préconisées par l'étude bibliographique (Ti $\sim 15 \cdot 10^{-3}\%$ et N $\sim 5 \cdot 10^{-3}\%$). Les compositions en niobium des aciers B et E sont respectivement de $36 \cdot 10^{-3}\%$ et $26 \cdot 10^{-3}\%$, et l'on note que l'analyse en azote de l'acier B, voisine de $9 \cdot 10^{-3}\%$, est supérieure à la limite préconisée ($5 \cdot 10^{-3}\%$).

B.2 PRELEVEMENTS

Les échantillons sont issus de tôles ayant subi un recuit de normalisation, intégré au cycle de fabrication. Le traitement thermique consiste en un chauffage lent dans un four "va et vient" à la vitesse de $7,5^\circ\text{C}/\text{min}$ jusqu'à la température de 910°C suivi d'un maintien de 30 minutes et d'un refroidissement à l'air libre. Dans le but de s'affranchir des influences dues à la ségrégation majeure, les prélèvements sont effectués en peau des tôles. Les éprouvettes sont découpées dans le sens travers long. Le tableau B.2 précise les épaisseurs "ep" des tôles et les propriétés mécaniques en traction des 5 nuances étudiées.

Tableau B.2: Epaisseurs et propriétés mécaniques dans le sens travers long des tôles (mesures de réception industrielle).

Acier	ep (mm)	Re (MPa)	Rm (MPa)	A (%)
A	50	360	510	33
B	90	345	485	28
C	80	320	490	*
D	80	320	470	35
E	80	360	490	35

* non déterminée

Les éprouvettes satisfont la norme NFA 03-151. R_e représente la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2 % d'allongement, R_m , la résistance à la traction et A , l'allongement à la rupture des éprouvettes proportionnelles.

Les variations de caractéristiques mécaniques sont en grande partie expliquées par les différences d'analyse chimique et de cycle de laminage conduisant aux épaisseurs de tôles considérées.

Les échantillons sont étudiés dans l'état de prélèvement et après avoir subi un cycle thermique caractéristique de la zone à gros grains austénitiques.

B.3 METHODES EXPERIMENTALES

B.3.1 Préparation des éprouvettes simulées thermiquement

Dans le but d'obtenir des zones de structures homogènes, de dimension suffisante pour une caractérisation mécanique et dont on maîtrise parfaitement l'histoire thermique, nous avons utilisé un simulateur thermomécanique de type GLEEBLE 1500. Cet appareil permet un chauffage par effet joule, de la partie centrale des éprouvettes, suivant un cycle programmé. Le suivi et le contrôle thermique sont assurés par un thermocouple.

Le cycle thermique correspond à celui suivi par la zone à gros grains austénitiques durant le soudage d'une tôle de forte épaisseur avec une énergie de soudage très importante. La figure B.1 reproduit le cycle qui se compose d'un chauffage rapide en 3 s jusqu'à la température de 1350°C et d'un refroidissement contrôlé caractérisé par le critère $\Delta t_{\frac{700}{300}}$ égal à 300 s, excepté pour les échantillons B qui ont suivi un refroidissement plus lent, tel que $\Delta t_{\frac{700}{300}}$ soit égal à 500 s.

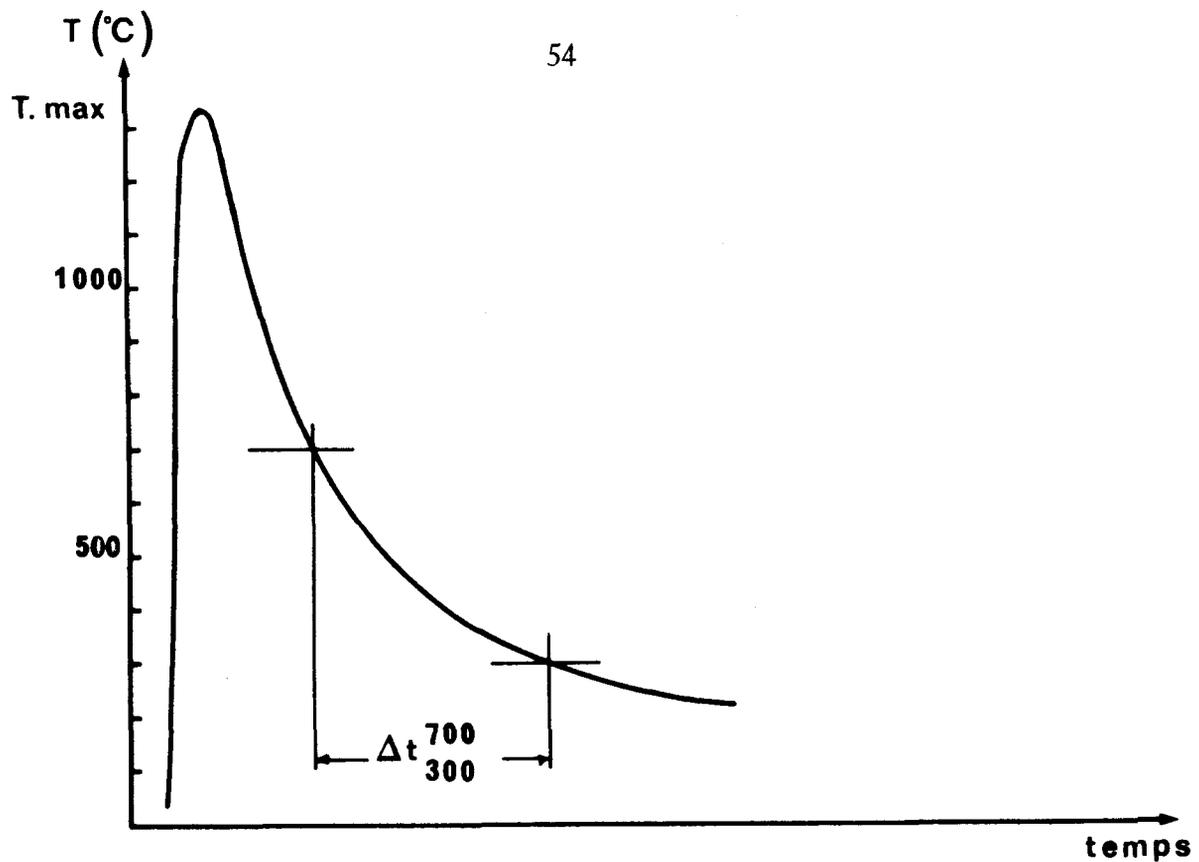


Figure B.1 : Cycle thermique de simulation de soudage

La réalisation des éprouvettes de résilience Charpy V nécessite plusieurs phases :

- l'usinage de barreaux parallélépipédiques $11 \times 11 \times 90 \text{ mm}^3$
- la simulation thermique par effet Joule de ces barreaux
- l'usinage d'éprouvettes Charpy V $10 \times 10 \times 55 \text{ mm}^3$. Le positionnement de l'entaille est fixé à l'aplomb du thermocouple. Les étapes de préparation d'une éprouvette Charpy V simulée sont représentées figure B.2.

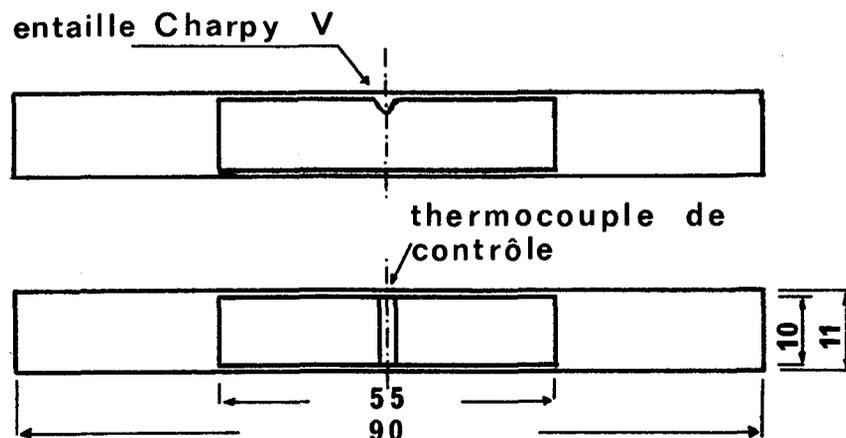


Figure B.2 : Préparation des éprouvettes Charpy V simulées

B.3.2 Conditions Expérimentales

Essais de résilience Charpy V

La résilience des aciers est évaluée à l'aide d'un mouton pendule Wolpert de 30 daJ. Le couteau est équipé de jauges de déformation piézo-résistives qui autorisent l'enregistrement de l'effort appliqué sur le couteau pendant le choc. Un ordinateur enregistre le signal et permet un dépouillement rapide des résultats. La méthode de dépouillement est décrite dans le chapitre C.

Microscopie électronique en transmission

Une part très importante des investigations structurales est réalisée par microscopie électronique en transmission. Les observations sont effectuées à l'aide d'un appareil Philips EM 300 ou d'un appareil JEOL 200 CX opérant respectivement sous des tensions de 100 kV et 200 kV. Ces deux appareils sont équipés d'un système de microanalyse par dispersion d'énergie des rayons X Link.

Microscopie électronique à balayage

Les faciés de rupture des aciers sont caractérisés à l'aide d'un microscope électronique à balayage JEOL JSM 35 CF.

Spectrométrie Mössbauer

Le dosage de l'austénite résiduelle a été rendu possible par l'utilisation d'un spectromètre Mössbauer Elscint.

Diffraction des rayons X

Les spectres de diffraction des rayons X sont obtenus au moyen d'un générateur Siemens Kristalloflex 810. Suivant la nature des essais, 2 anticathodes ont été utilisées. Une anticathode de cobalt permet la mise en évidence de l'austénité résiduelle. Une anticathode de cuivre sert à la caractérisation des précipités extraits.

Dilatométrie

La détermination des diagrammes T.R.C. en condition de soudage a été effectuée à l'I.R.S.I.D. au moyen d'un dilatomètre de trempe de marque Theta.

B.3.3 Techniques opératoires

Microscopie optique

L'observation de la structure des échantillons est effectuée après polissage mécanique puis attaque au nital 2 % ou 4 % ou au picral. Le deuxième réactif est plus spécialement utilisé pour révéler la présence de microconstituants tels que les composés "Martensite, austénite, carbures" appelés "M.A.C". Dans les structures rencontrées, les anciens joints de grains austénitiques sont très souvent marqués par un réseau de ferrite proeutectoïde, ce qui permet la mesure de la taille des grains austénitiques. Dans la négative, le réactif de BECHET et BEAUJARD (1955) (acide picrique en solution aqueuse saturée + teepol) est utilisé avec succès ou non. La méthode d'oxydation ménagée de KOHN (1954) est employée dans les études de grossissement de grains austénitiques en condition isotherme. Dans tous les cas, la dimension moyenne des grains " \bar{D} " est déterminée par la méthode des intersections linéaires.

Microscopie électronique en transmission

L'étude de l'état de précipitation et des microstructures de chacun des états est réalisée par microscopie électronique en transmission sur lames minces. Des échantillons de section carrée $10 \times 10 \text{ mm}^2$ et d'épaisseur 1 mm sont prélevés dans le métal de base ou à l'aplomb du thermocouple de contrôle des éprouvettes simulées thermiquement. Cette opération est réalisée à l'aide d'une scie diamantée tournant à vitesse lente (vitesse tangentielle 35 m/min). Les échantillons sont ensuite amincis mécaniquement jusqu'à une épaisseur de $150 \mu\text{m}$, puis estampés sous forme de disques de 3 mm de diamètre. L'épaisseur finale de $60 \mu\text{m}$ est obtenue par polissage mécanique très lent des disques. Les échantillons obtenus sont ensuite percés électrolytiquement par la méthode des jets dans un bain composé en volume de 95 % d'acide acétique (RP) et 5 % d'acide perchlorique (RP). L'opération s'effectue à une température proche de 13°C sous une densité de courant de $4 \cdot 10^{-3} \text{ A/mm}^2$. Cette densité de courant correspond à l'application d'une tension de 67 volts aux bornes de la cellule de polissage STRUERS TENUPOL. Les lames minces sont temporairement conservées dans l'éthanol absolu.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES CITEES DANS LE CHAPITRE B**- BECHET S., BEAUJARD L.**

"Nouveau réactif pour la mise en évidence du grain austénitique des aciers trempés ou trempé-revenus".

Revue de Métallurgie, LII, n° 10, 1955 (830-836)

- KOHN A.

"Perfectionnement de la méthode par oxydation permettant la mise en évidence du grain réel d'austénite des aciers".

Revue de Métallurgie, LI, n° 2, 1954, (129-137)



Chapitre C. ESSAIS DE RESILIENCE ET RESULTATS

INTRODUCTION

La température, le mode et la vitesse de chargement sont des paramètres qui influent sur les mécanismes de rupture des matériaux. La mécanique de la rupture a été développée pour le cas des matériaux à haute résistance. Ce concept permet d'atteindre des caractéristiques intrinsèques des matériaux directement applicables au calcul des structures, tel que K_{IC} "valeur critique du facteur d'intensité de contraintes". En dépit de ce grand intérêt, les essais de mécanique de la rupture sont peu utilisés dans la pratique industrielle du fait des contraintes expérimentales imposées.

En raison de sa simplicité de mise en oeuvre, de la dimension réduite des éprouvettes et de la rapidité d'obtention des résultats, l'essai Charpy est au contraire très répandu dans l'industrie. Il sert usuellement à évaluer la résilience* des matériaux. Les résultats peuvent être indirectement utilisés dans le calcul des constructions, à partir de lois expérimentales (MARANDET B. 1981, BARSOM J.M. 1970).

C.1 L'ESSAI CHARPY

C.1.1. L'essai Charpy classique

L'essai Charpy consiste à rompre par choc, une éprouvette bi appuyée à l'aide d'un mouton pendule représenté par la figure C.1. La vitesse d'impact du couteau est proche de 5 m. s^{-1} , ce qui correspond à une vitesse de déformation à l'aplomb de l'entaille, d'environ 200 s^{-1} (TURNER C.E. 1970).

* résilience : énergie de rupture ramenée ou non à la section décrite sous entaille de l'éprouvette rompue par choc.

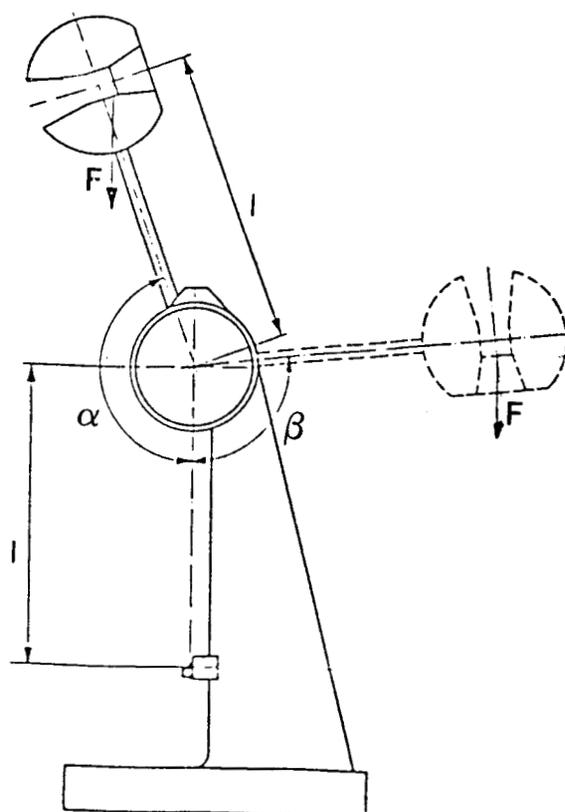


Figure C.1 : représentation schématique du mouton pendule

L'énergie consommée par la rupture " E_r " est directement associée à l'angle de remontée du pendule. E_r est donnée par la relation C.1.

$$E_r = m.g.l. (\cos \beta - \cos \alpha) \quad (C.1)$$

avec m , masse du pendule, l , longueur du pendule simple synchrone, β , angle de remontée du pendule après le choc et α , angle initial au départ du pendule.

La figure C.2 représente la variation de l'énergie nécessaire à la rupture d'une éprouvette en acier ferritique, avec la température des échantillons. Cette courbe dite "courbe de transition" présente trois parties distinctes :

A une température inférieure à T_1 , l'énergie de rupture est faible, l'éprouvette ne se déforme pas plastiquement, le faciès de rupture est brillant et cristallin. Dans cette gamme de températures, le matériau se comporte de manière fragile.

A une température supérieure à T_2 , l'énergie de rupture est importante, l'éprouvette se déforme plastiquement et le faciès de rupture est "fibreuse". Le matériau présente un comportement ductile.

Aux températures comprises entre T_1 et T_2 , la rupture présente un caractère mixte. La quantification de l'importance de chacun des deux types de rupture résulte alors de l'observation du faciès par la détermination du pourcentage de cristallinité.

Les grandeurs associées à l'essai de résilience Charpy sont :

- l'énergie de rupture ductile

- les températures de transition associées à des niveaux d'énergie de rupture, ou à des taux de cristallinité fixés, tels que T_k 28 J, T_k 50 % ... qui correspondent respectivement aux températures pour lesquelles l'énergie de rupture totale est de 28 J, ou le taux de cristallinité 50 %.

Mais, sous sa forme élémentaire, l'essai Charpy présente l'inconvénient majeur de ne pas pouvoir caractériser le comportement du matériau en cours de rupture. Une approche des mécanismes reste cependant possible par l'instrumentation du couteau du mouton pendule.

C.1.2 L'essai Charpy instrumenté

L'instrumentation du couteau du mouton pendule permet l'enregistrement de l'effort appliqué sur le couteau à chaque instant au cours de l'essai. La rupture de chaque éprouvette est visualisée par une courbe appelée "fractogramme".

La figure C.3 représente un fractogramme caractéristique d'un essai de rupture d'acier ferritique, réalisé dans la zone de transition ductile - fragile. Elle précise quelques paramètres intrinsèques à l'essai Charpy instrumenté.

L'instant t_0 correspond à l'application de la charge sur l'éprouvette. L'effort croît ensuite de manière linéaire pour atteindre la charge P_e à l'instant t_e . La description faite par MATHY H. (1977) et WULLAERT R.A. (1970) assimile cette phase à la déformation élastique puis élasto-plastique de l'éprouvette. La charge P_e correspond alors à la déformation plastique généralisée de l'échantillon. Les observations micrographiques effectuées dans le cadre de la présente étude montrent l'absence de déformation plastique à l'aplomb de l'entaille d'éprouvettes Charpy rompues de manière fragile au niveau de la charge P_e . Cette remarque conduit à penser que la charge P_e correspond au chargement élastique de l'éprouvette qui atteint à cet instant la limite d'élasticité dynamique du matériau à l'aplomb de l'entaille. La plastification de l'éprouvette intervient après l'instant t_e .

Au delà de P_e , l'évolution de la charge se fait alors de manière parabolique pour atteindre la charge maximale P_m à l'instant t_m . De nombreux auteurs supposent que ce point correspond à l'amorçage ductile de la rupture (MATHY H. 1977, WULLAERT R.A. 1970). Des observations réalisées sur des éprouvettes préfissurées, avec un acier de limite d'élasticité 500 MPa, concluent au contraire à un amorçage de la fissure avant l'instant t_m (NGUYEN DUY P. 1978).

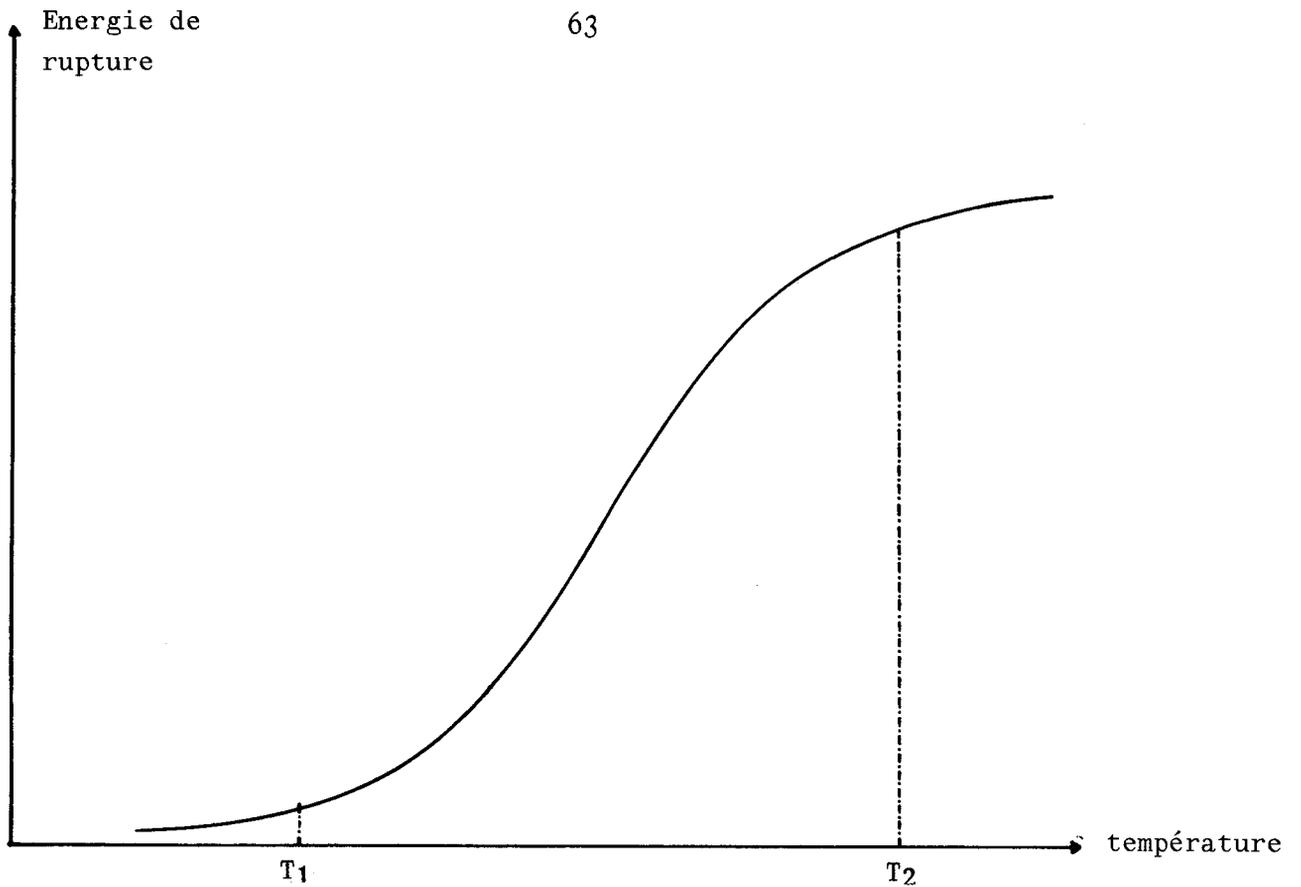


Figure C.2 : courbe de transition d'un acier ferritique

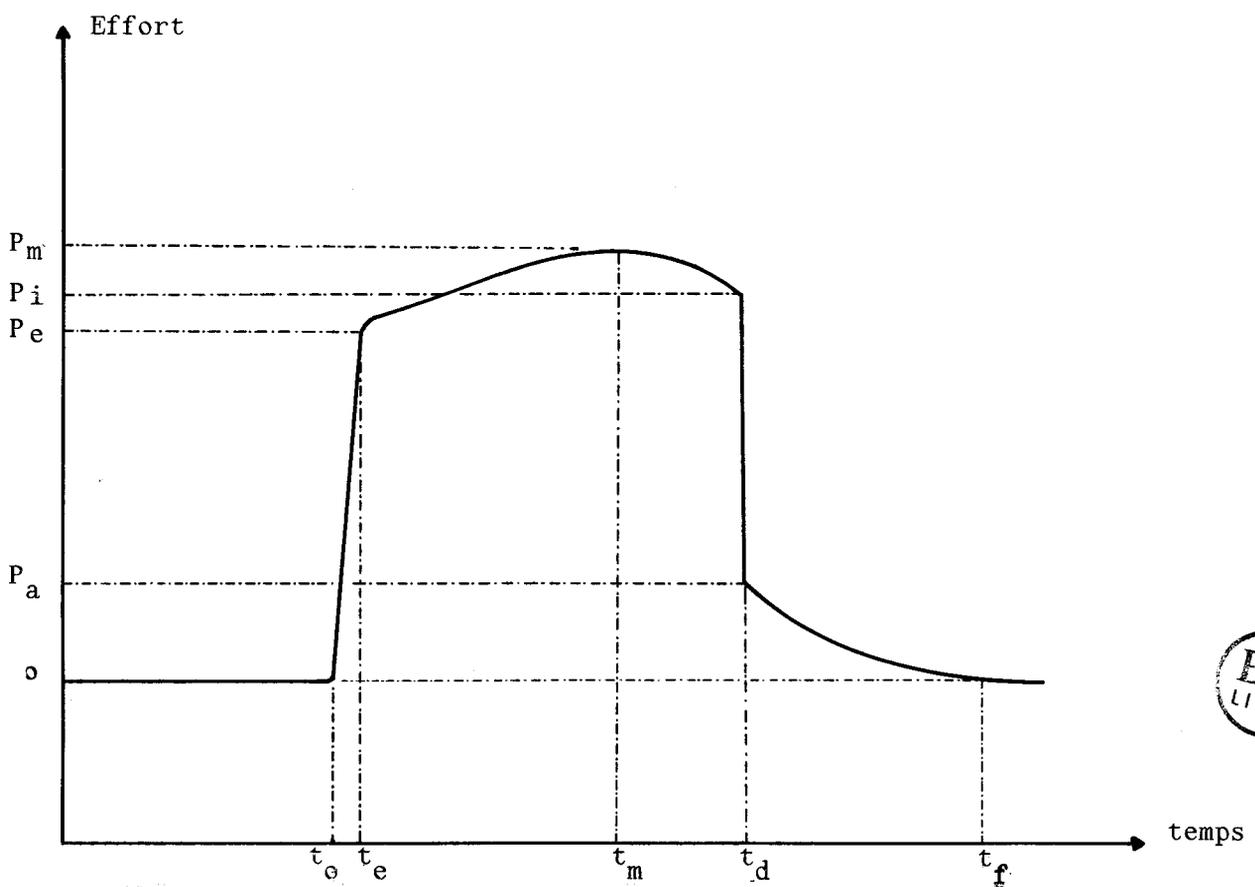


Figure C.3 : fractogramme caractéristique d'un acier ferritique rompu dans la zone de transition

La charge diminue ensuite lentement jusqu'à la valeur P_i où la propagation de la fissure devient brusque. A cet instant t_d , l'effort chute quasi-instantanément pour atteindre le niveau P_a qui correspond à la charge d'arrêt de la fissure. Le rapport $(P_i - P_a)/P_m$ est proportionnel au taux de cristallinité observé sur le faciès de rupture (SANZ G.).

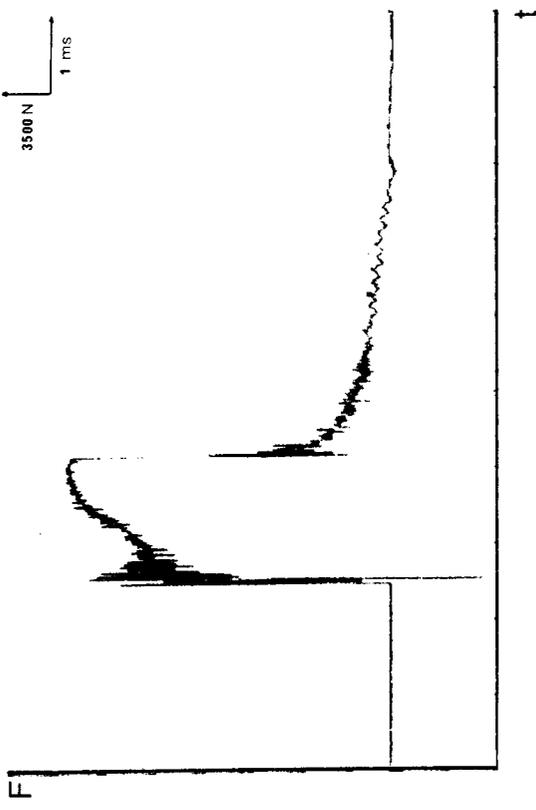
La décroissance de la charge après P_a correspond à la déchirure ductile et finale de l'éprouvette. La rupture est complète après l'instant t_f .

La connaissance de la décélération du couteau pendant le choc conduit au calcul des énergies E_I , E_{II} et E_{III} . Ces énergies sont égales aux aires sous tendues par la courbe force - déplacement du couteau (figure C.3). E_I est l'énergie consommée pour atteindre la charge maximale P_m , $E_I + E_{II}$, l'énergie nécessaire à la propagation fragile de la fissure et $E_I + E_{II} + E_{III}$, l'énergie totale pour la rupture de l'éprouvette.

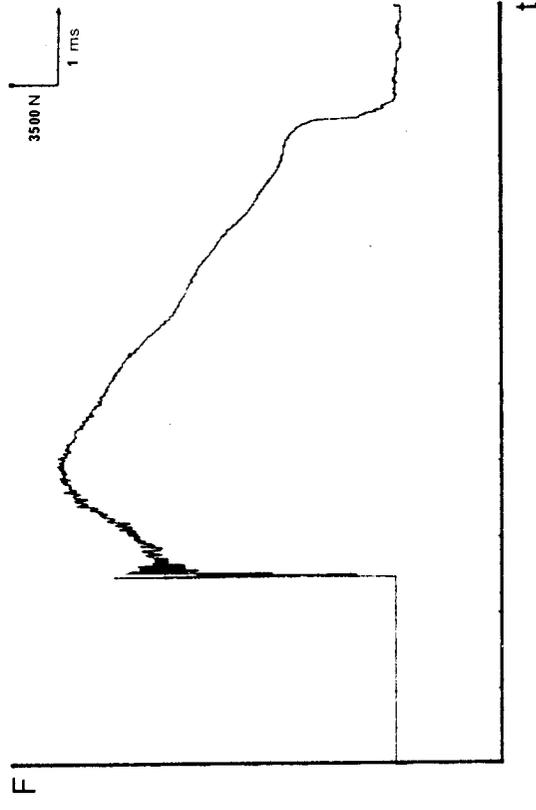
De manière similaire à l'essai Charpy classique, il est possible de définir des températures de transition T_e et T_m qui correspondent à l'amorçage fragile de la rupture aux niveaux de la charge P_e et P_m .

L'évolution type des fractogrammes avec la température de l'essai est représentée sur la figure C.4. Aux basses températures $T < T_e$, la rupture se produit sans déformation plastique de l'éprouvette. Aux températures supérieures à T_e , le taux de déformation plastique admissible avant rupture croît avec la température. A la température T_m , la propagation de la fissure est instantanée quand la charge atteint le niveau P_m . Aux températures supérieures à T_m , la propagation de la fissure est ductile et peut, sous l'effet de la triaxialité des contraintes devenir fragile.

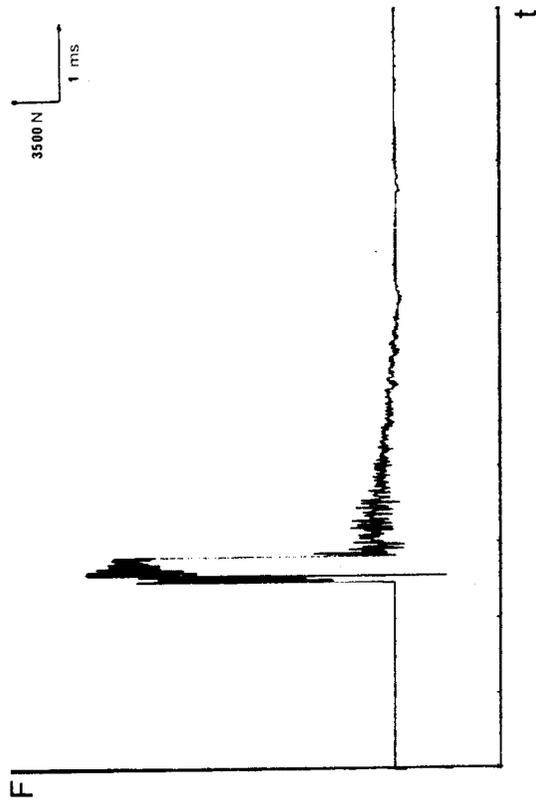
De nombreuses études (ZIA EBRAHIMI F.1983, ALMOND E.A 1968, MATHY H. 1977) montrent que l'influence des variations microstructurales sur les mécanismes de rupture et la résilience des aciers peut ainsi être considérée. L'utilisation d'éprouvettes entaillées pré-fissurées par fatigue, permet de même d'utiliser l'essai Charpy instrumenté comme un essai économique de mécanique de la rupture. Aux prix de nombreuses conditions expérimentales (longueur de la fissure de fatigue suffisante, confinement de la zone plastique...), il permet de calculer l'intégrale J de RICE en dynamique et d'en déduire la valeur critique du facteur d'intensité de contrainte en dynamique K_{ID} . La méthode se heurte toutefois à la difficulté de déterminer avec précision l'amorçage de la fissure dans le cas d'une rupture ductile.



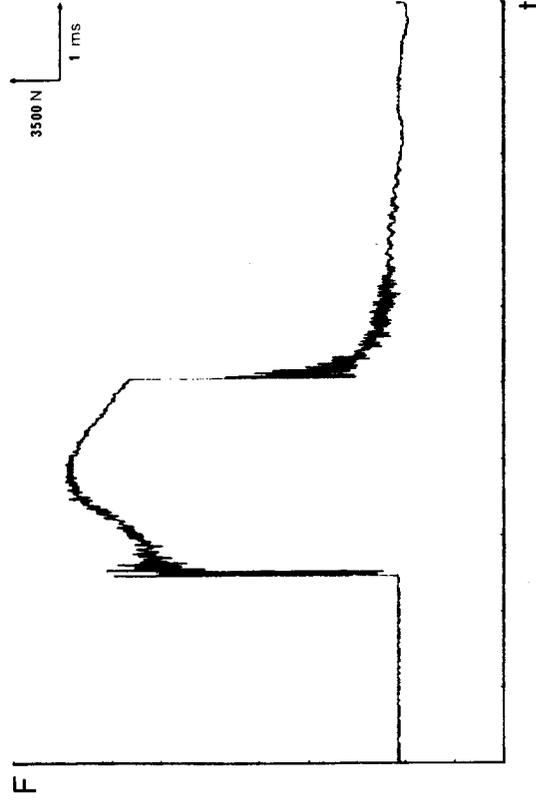
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure C.4 : influence de la température de l'essai "T" sur l'aspect du fractogramme

a) $T = T_E$ b) $T = T_m$ c) et d) $T > T_m$

C.1.3 Relation fondamentale

L'évaluation des énergies consommées par chaque phase de la rupture exige de connaître les variations de la vitesse du couteau en fonction du temps. A cette fin, nous avons développé une méthode de dépouillement point par point des fractogrammes.

La valeur instantanée de l'énergie cinétique du pendule " E_i ", s'exprime sous la forme

$$E_i = \frac{1}{2} \cdot m \cdot V_i^2 \quad (C.2)$$

ou v_i représente la vitesse linéaire du couteau à l'instant " t_i "

Au cours du choc, à un instant t_1 , la vitesse du couteau est V_1 , cette vitesse décroît pour atteindre la valeur $V_2 = V_1 - \Delta V$ à l'instant $t_2 = t_1 + \Delta t$. L'énergie consommée " E_{c1} " durant l'intervalle de temps infinitésimal Δt s'écrit

$$E_{c1} = \overline{F}_1 \cdot \overline{V} \cdot \Delta t = E_1 - E_2 \quad (C.3)$$

avec \overline{F}_1 , force moyenne appliquée sur le couteau pendant Δt et \overline{V} , la vitesse moyenne du couteau. La relation C.2 conduit à :

$$\frac{V_2}{V_1} = \sqrt{\frac{E_2}{E_1}} \quad (C.4)$$

$$\text{soit } 1 - \frac{\Delta V}{V_1} = \sqrt{1 - \frac{E_{c1}}{E_1}}$$

Si $E_{c1} \ll E_1$

$$\frac{\Delta V}{V_1} = \frac{E_{c1}}{2 \cdot E_1}$$

\bar{V} s'exprime alors sous la forme

$$\bar{V} = (V_1 + V_2) / 2$$

$$\bar{V} = V_1 \cdot \left(1 - \frac{\Delta V}{2V_1}\right)$$

$$\bar{V} = V_1 \cdot \left(1 - \frac{E_{c1}}{4 \cdot E_1}\right)$$

L'énergie " E_{c1} " est calculée directement à partir de l'aire sous la courbe force-temps en utilisant la relation C.3.

$$E_{c1} = \bar{F}_1 \cdot V_1 \cdot \Delta t \cdot \left(1 - \frac{E_{c1}}{4 \cdot E_1}\right)$$

soit en faisant l'approximation du 1^o ordre

$$E_{c1} = \bar{F}_1 \cdot V_1 \cdot \Delta t \cdot \left(1 - \frac{\bar{F}_1 \cdot V_1 \cdot \Delta t}{4 \cdot E_1}\right) \quad (C.5)$$

Le calcul des énergies E_I , E_{II} et E_{III} d'une part, et le tracé de la courbe force déplacement d'autre part, résulte de l'application des relations C.2 et C.5 à de petites fractions successives du fractogramme expérimental force-temps.

C.2 METHODES EXPERIMENTALES

C.2.1 Montage

Le dispositif expérimental utilisé comprend :

- un mouton pendule Wolpert de 300 J dont le couteau est muni d'un capteur de déformations. La figure C.5 représente le schéma de principe du couteau équipé de 4 jauges de déformations montées en pont complet.

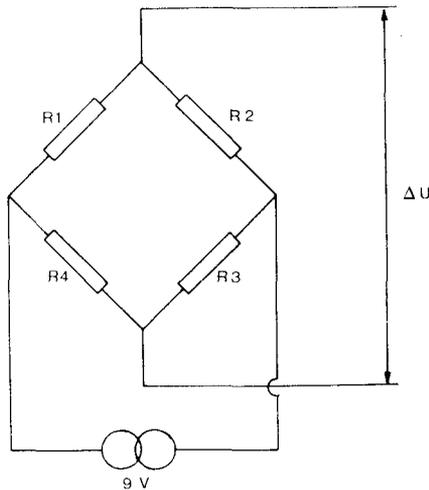


Figure C.5 : schéma de principe du montage des jauges de déformation.

Les jauges utilisées sont à effet piézo-résistif. Elles ont une résistance unitaire nominale de 300Ω et une longueur utile de 1.5 mm. Les jauges R_1 et R_3 sont actives et les jauges R_2 et R_4 passives. La tension appliquée est de 9 V.

Au repos, le signal de sortie du pont " ΔU " est proche de zéro et constant. Au cours du choc, la déformation du couteau provoque le déséquilibre du pont. La figure C.6 représente la chaîne d'enregistrement du signal " ΔU " en fonction du temps pendant le choc. Elle se compose des éléments suivants :

- Une unité d'acquisition à mémoire numérique de type Metrix Vk12-2 travaillant à la fréquence maximale de 2 MHz. Cette fréquence d'acquisition élevée est nécessaire afin d'obtenir une bonne définition du fractogramme d'une éprouvette fragile dont le temps de rupture total est inférieur à 1 ms. L'appareil possède 2048 mémoires d'un octet. Après acquisition, le transfert vers l'unité de calcul et de stockage s'effectue par l'intermédiaire d'une interface I.E.E.E 488.

- Un micro ordinateur de type commodore C 64 équipé d'une unité de disquettes pour le stockage des fractogrammes sous forme de fichiers. L'appareil sert par ailleurs au dépouillement des résultats.
- Une table traçante numérique pour l'impression des courbes et des résultats.
- Un oscilloscope pour visualiser le fractogramme au moment du choc.

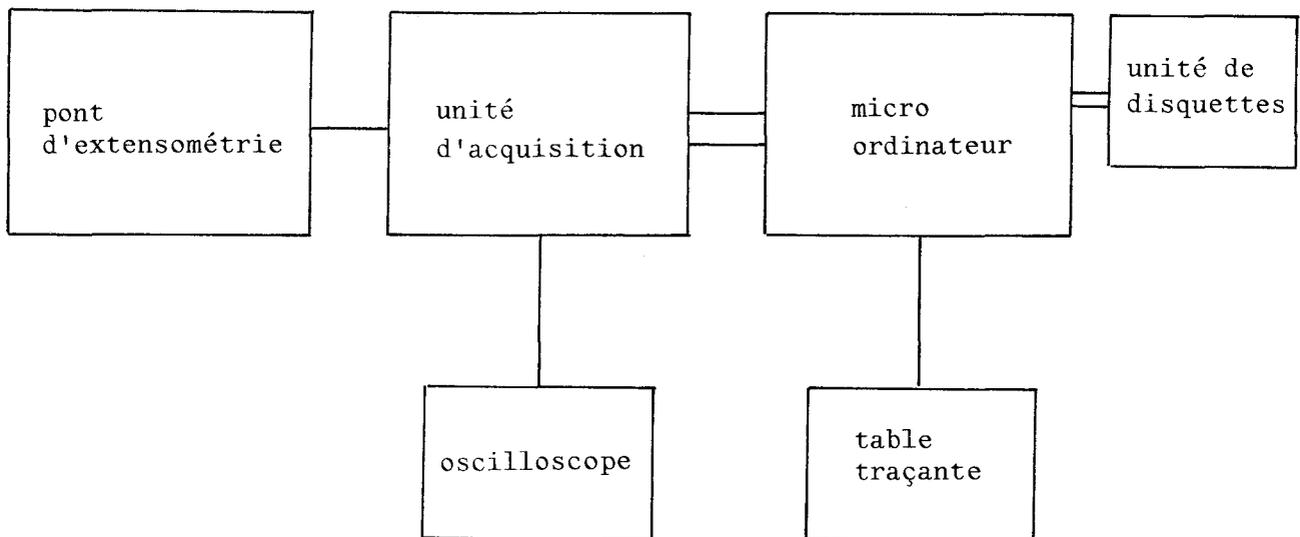


Figure C.6 : schéma synoptique de la chaîne d'acquisition et de traitement du signal fourni par le pont de jauges.

C.2.2 Organigramme de dépouillement des fractogrammes

Pour calculer les différentes composantes de l'énergie, nous avons développé un programme sur la base de l'équation C.5. La figure C.7 en représente l'organigramme.

La charge appliquée sur le couteau est stockée sous forme de nombres $N(t)$ dans les 2048 mémoires. $N(t)$ est une grandeur susceptible de varier de 0 à 255. A l'instant t , la charge appliquée sur le couteau $F(t)$ peut être déduite de $N(t)$ par la relation C.6.

$$F(t) = K.(N(t) - B) \quad (C.6)$$

où K est une constante d'étalonnage, et B la valeur moyenne de N (t) à l'état déchargé. Entre les instants t et t', l'intégration de l'aire "S" sous la courbe force - déplacement permet le calcul de l'énergie "E_c" consommée par la déformation de l'éprouvette.

$$\text{posons } S = \int_t^{t'} V(t).F(t).d(t)$$

avec V (t) vitesse linéaire du couteau à l'instant t

$$S = K. \int_t^{t'} V(t).(N(t) - B).d(t)$$

Dans notre cas

$$S = K. \sum_t^{t'} V(t).(N(t) - B).\Delta t, \text{ avec } \Delta t : \text{ largeur d'un canal (s)}$$

La relation C.5 conduit à la valeur de l'énergie "E_c" dépensé durant l'intervalle de temps (t,t')

$$E_c = S. \left(1 - \frac{S}{4.E_t}\right)$$

où E_t représente l'énergie cinétique du couteau à l'instant t.

La connaissance de E_c, permet le calcul de l'énergie totale consommée E_r, de l'énergie cinétique du pendule E_t et la vitesse du couteau V (t)

$$E_r = E_r + E_c$$

$$E_t = E_o - E_r$$

$$V_t = \left(\frac{2E_t}{m}\right)^{\frac{1}{2}}$$

Avec E_o énergie initiale du pendule avant le choc.

Le programme utilise ces valeurs dans le calcul du pas suivant. Les énergies E_I, E_{II} et E_{III} sont mémorisées en cours de programme lorsque les valeurs de t sont égales à t_m, t_d et t_f. Pour une meilleure précision, la largeur du pas de calcul a été fixée comme égale à la largeur d'un canal soit Δt.

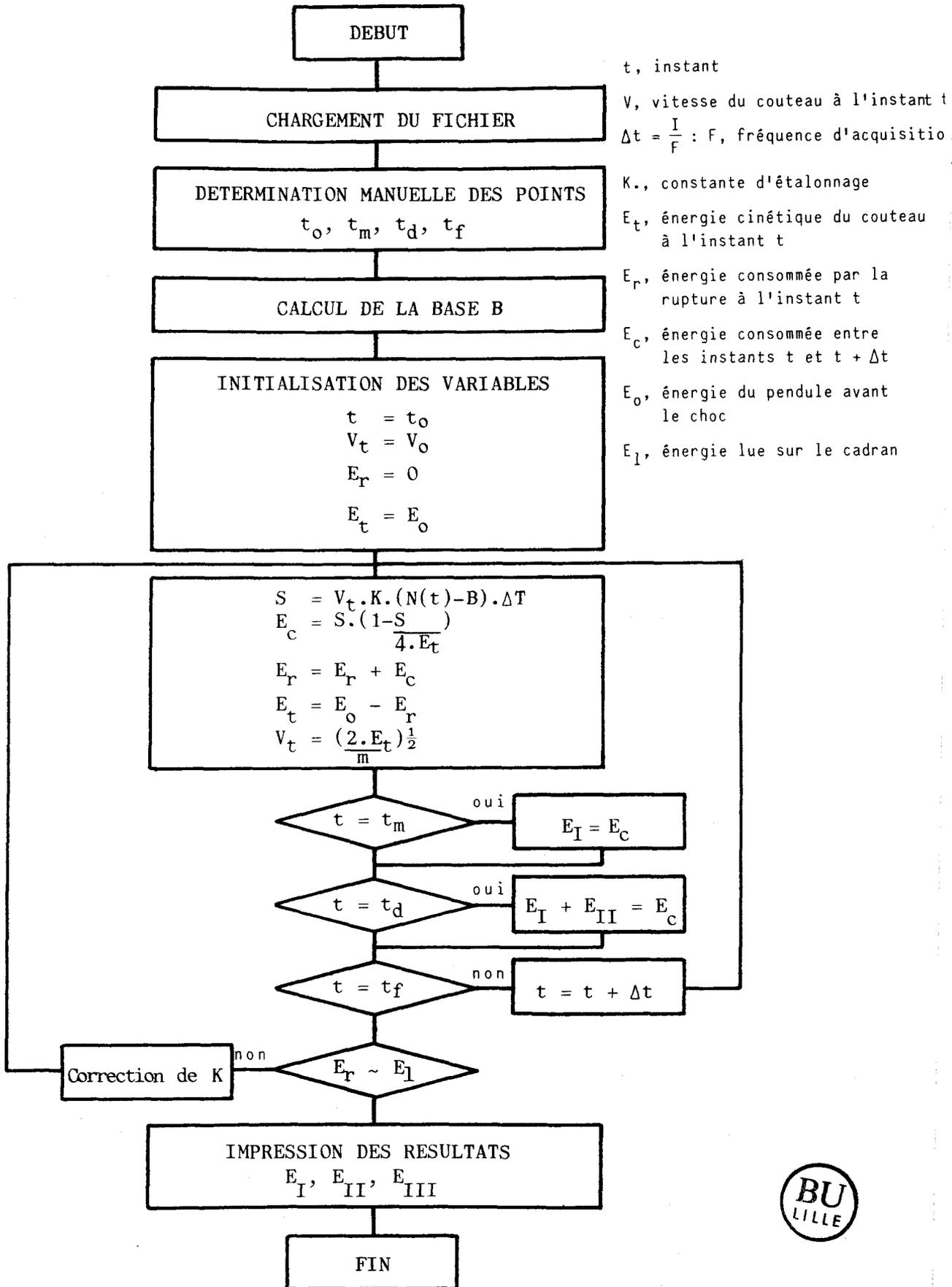


Figure C.7 : Organigramme de dépouillement des fractogrammes

Quand l'énergie totale de rupture est supérieure à 50 J, la valeur de $K = 91.5 \text{ N}$ conduit à de très bonnes prévisions qui s'éloignent au maximum de 3 % de l'énergie effectivement lue. Ce résultat est illustré par la figure C.8. Aux énergies de rupture inférieures à 50 J, l'incertitude est plus grande mais la décomposition s'avère inutile puisque E_I est égale à l'énergie de rupture totale lue.

Le calcul des charges P_e , P_m , P_i et P_a s'effectue par une méthode graphique, en appliquant la relation C.6 sans recourir au calculateur.

C.3 RESULTATS

C.3.1 Essais de résilience Charpy V à l'état normalisé

C.3.1.1 Températures de transition

Les courbes de résilience Charpy V des aciers A et B d'une part, et C, D et E d'autre part, dans l'état normalisé sont reportées respectivement sur les figures C.9 et C.10. Le tableau C.1 regroupe les valeurs des températures de transition des aciers.

Tableau C.1 : températures de transition ($^{\circ}\text{C}$) des aciers à l'état normalisé

Acier	A	B	C	D	E
Tk 28J	-75	-80	-80	<-80	<-80
Tk 100J	-40	-70	-70	<-80	<-80
Tk 50 %	*	-50	-50	-80	<-80

* non déterminé

Les cinq aciers satisfont, en peau, aux cahiers des charges les plus sévères pour constructions "offshores" (Tk 28J <-40 $^{\circ}\text{C}$ ou -50 $^{\circ}\text{C}$). Les aciers D et E présentent des températures de transition inférieures à -80 $^{\circ}\text{C}$ (non déterminées). La résilience des aciers A, B et C est légèrement moindre, Tk 28J est alors très proche de -80 $^{\circ}\text{C}$. L'acier A, se caractérise en outre par une zone de transition plus large.

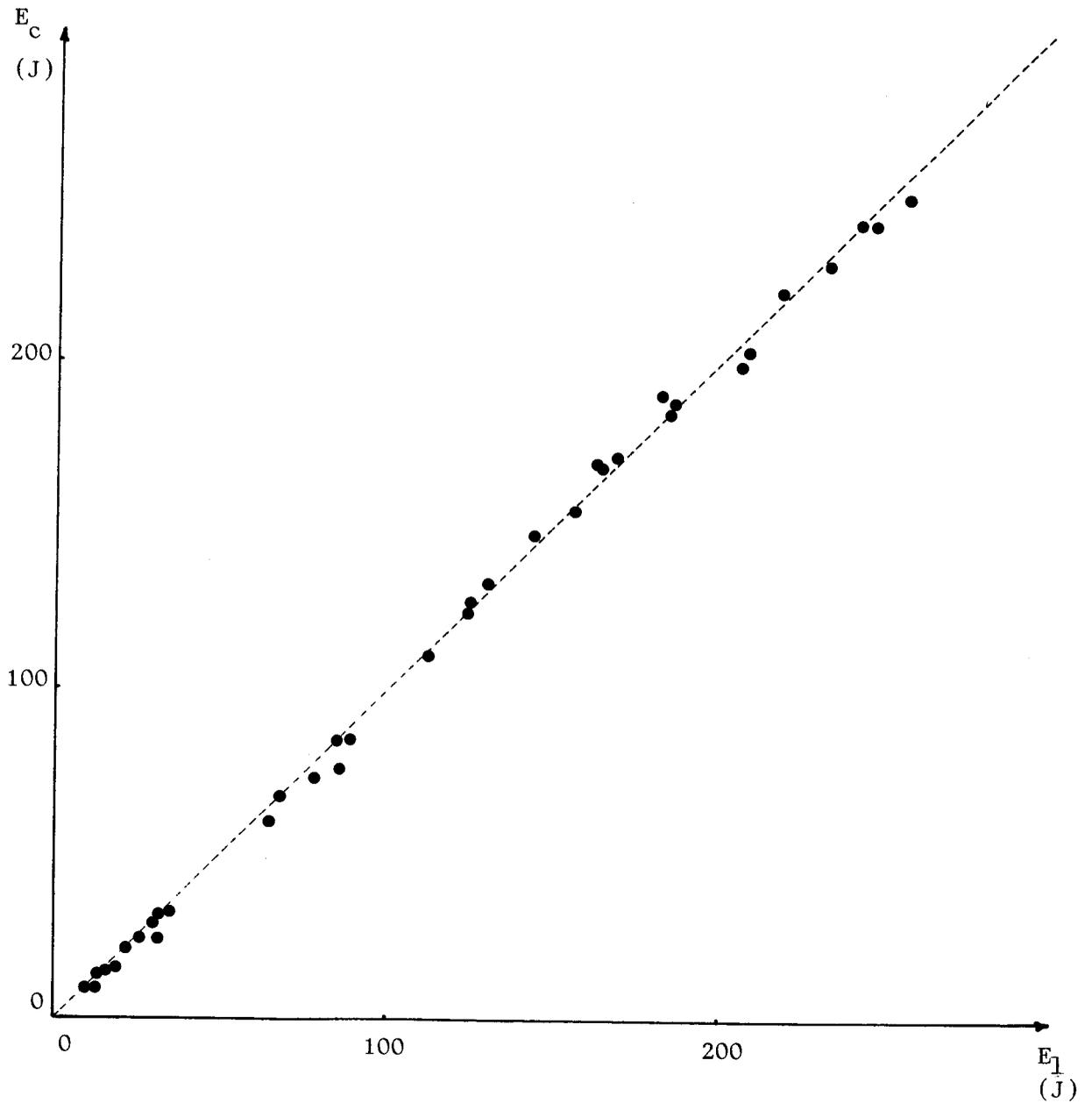


Figure C.8 : corrélation entre l'énergie de rupture lue " E_1 " et l'énergie de rupture calculée " E_c " pour la valeur d'étalonnage $K = 91.5$ N

C.3.1.2 Résultats propres à l'instrumentation

Les aciers C, D et E sont les seuls à avoir été testés par des essais de résilience Charpy V instrumentés. De plus, l'acier C est le seul à avoir fait l'objet d'une courbe de transition complète, les aciers D et E présentant des énergies de rupture supérieures à 200 J à -80°C . La figure C.11 rassemble les fractogrammes caractéristiques de ces 3 aciers à -80°C . Elle illustre leurs comportements différents. Quelques paramètres accessibles à partir de ces diagrammes sont donnés dans le tableau C.2.

Tableau C.2 : Caractéristiques des fractogrammes à -80°C des aciers C, D et E à l'état normalisé.

Acier	P_e (kN)	P_m (kN)	% Crist
C	13.2	-	100
D	12.3	15.3	53
E	14.2	16.9	0

On note une variation des charges P_e et P_m avec la nuance. L'acier E qui possède la limite d'élasticité et la charge de rupture les plus élevées (tableau B.2) présente des charges P_e et P_m supérieures à celles des deux autres aciers à -80°C . Les évolutions des charges P_e et P_m de l'acier C avec la température de l'essai sont présentées sur la figure C.12. Dans l'intervalle de température (-80°C ; 0°C), les décroissances de P_e et P_m semblent linéaires avec la température. Elles sont décrites par les relations expérimentales

$$P_e^C = 19,4 - 0,03_1 \cdot T$$

$$P_m^C = 18,6 - 0,01_1 \cdot T$$

avec T, température de l'essai en ($^{\circ}\text{K}$) et P, charge exprimé en kN.

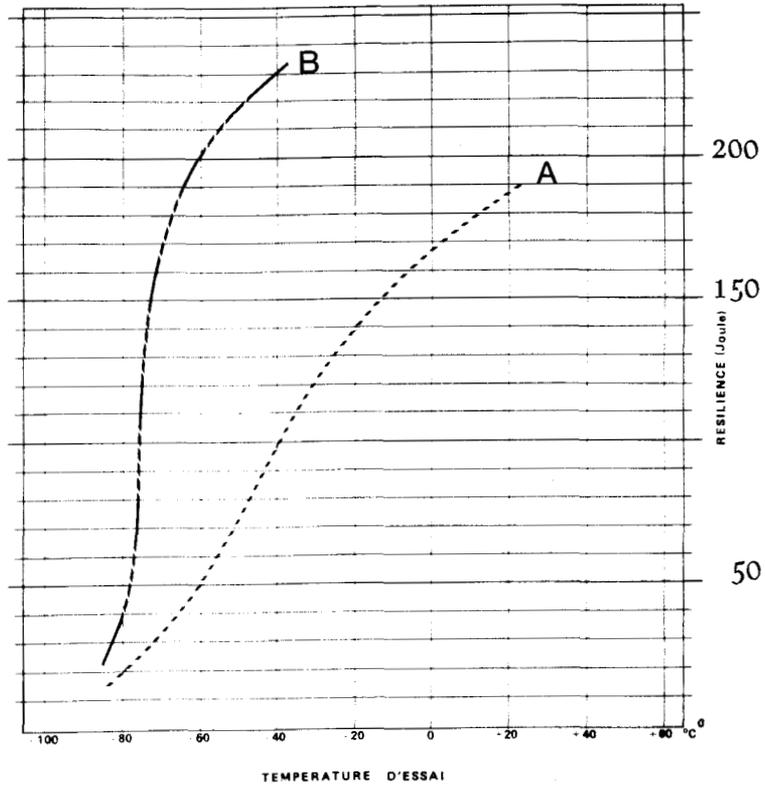


Figure C.9 : courbes de transition des aciers A et B à l'état normalisé

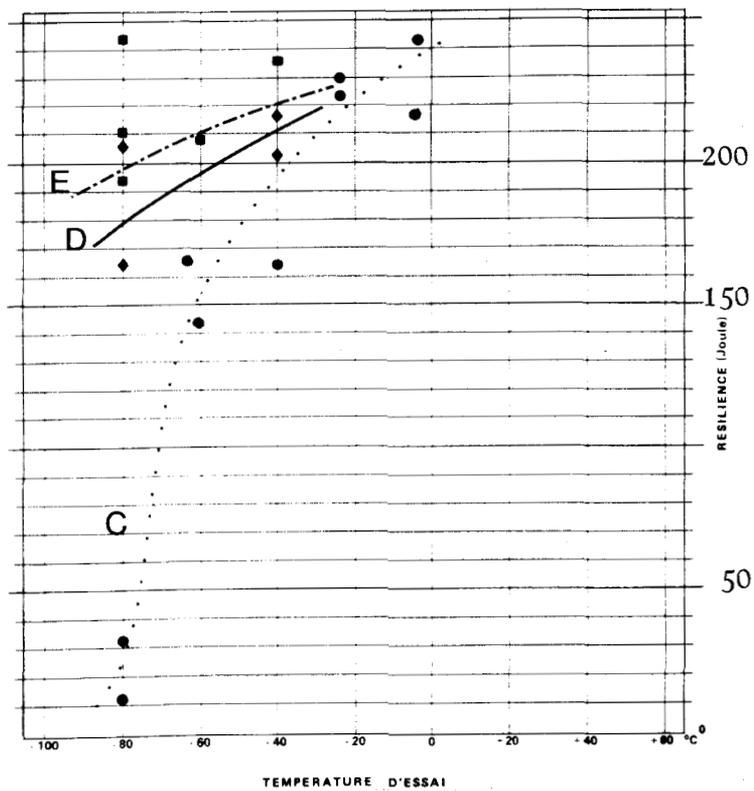
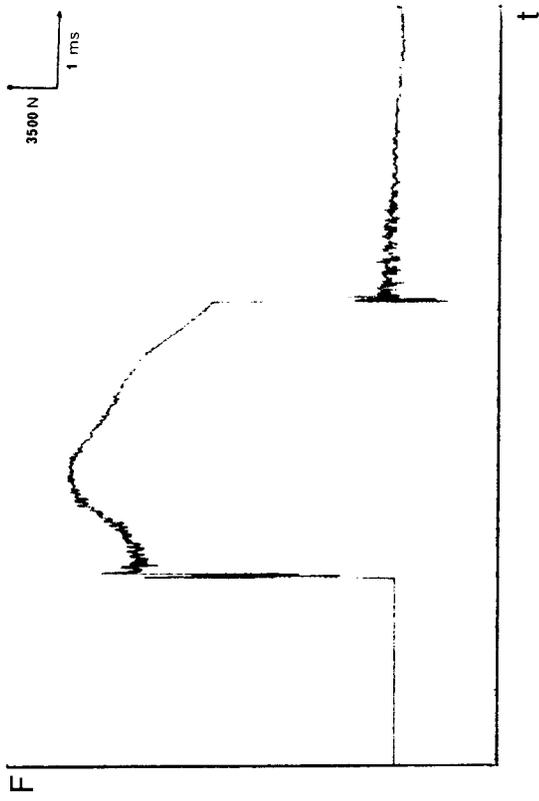
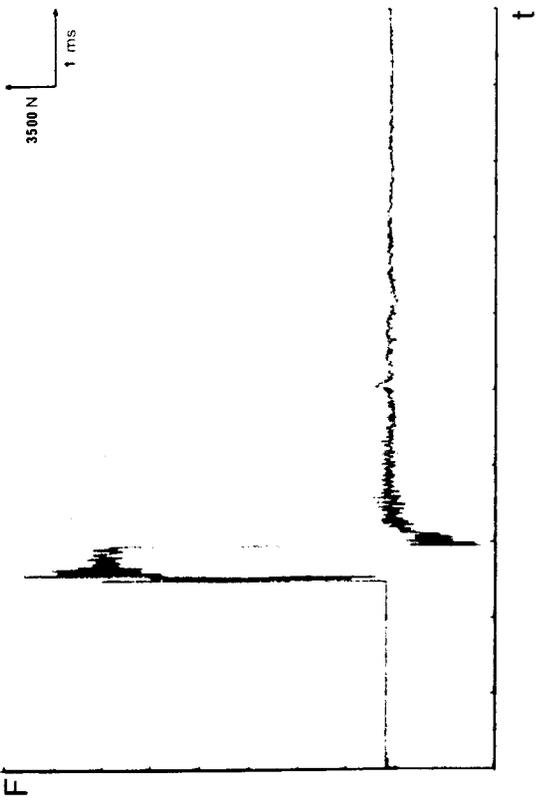


Figure C.10 : courbes de transition des aciers C, D et E à l'état normalisé

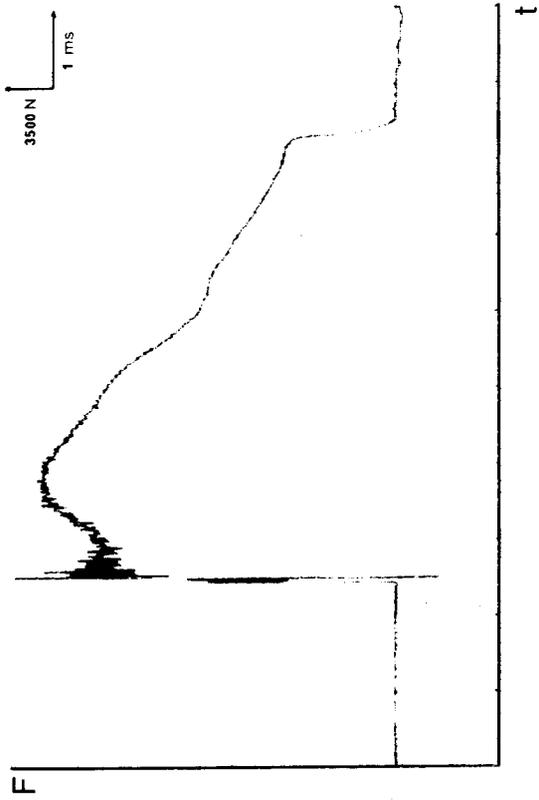




(a)



(b)



(c)

Figure C.11 : fractogrammes des aciers C, D et E à -80°C (a) Acier C $K_v = 32 \text{ J}$ (b) Acier D $K_v = 206 \text{ J}$ (c) Acier E $K_v = 246 \text{ J}$

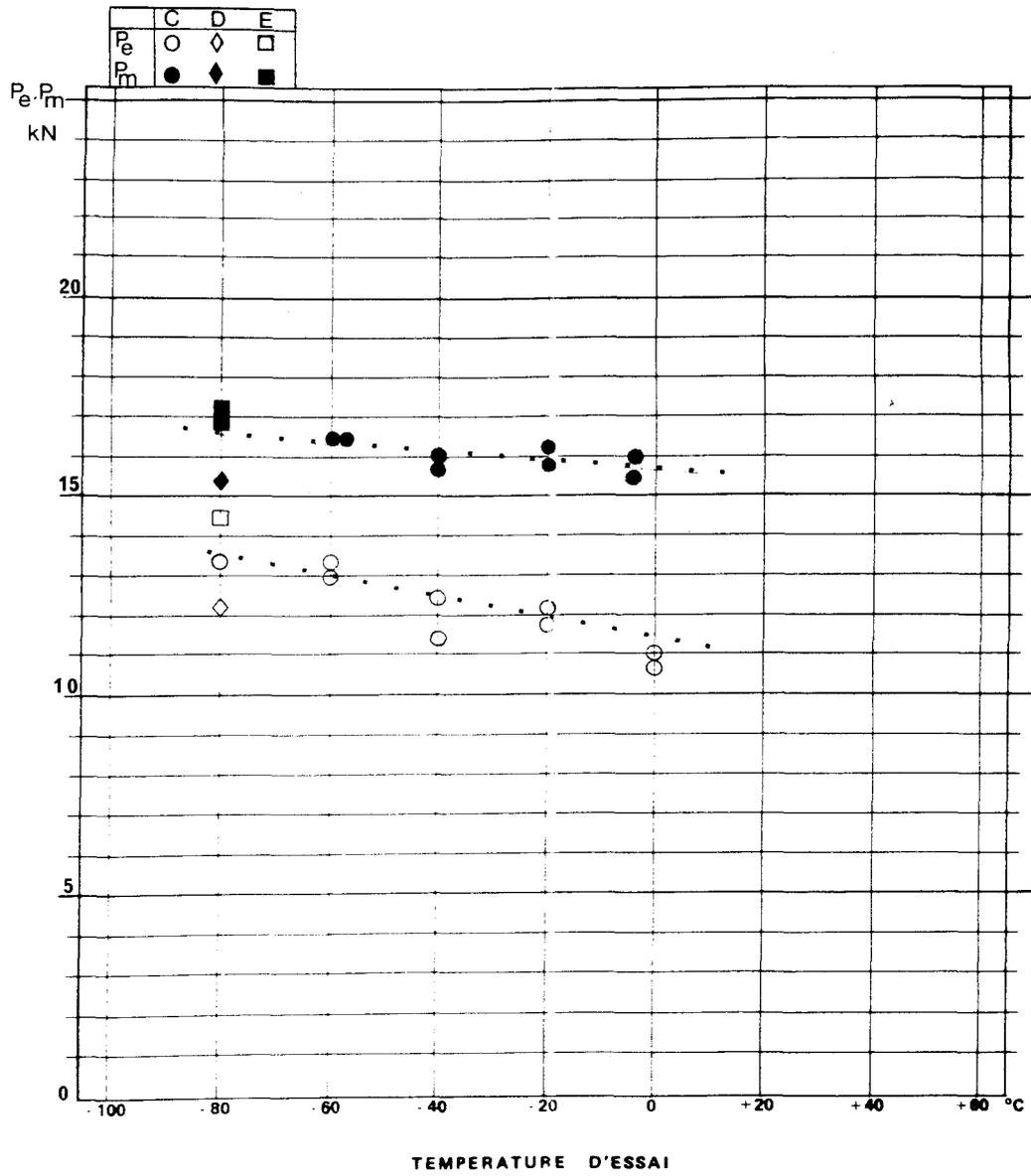


Figure C.12 : évolution des charges P_e et P_m avec la température de rupture de l'acier C à l'état normalisé

C.3.2 Essais de résilience Charpy V après simulation de soudage

C.3.2.1 Températures de transition

Les figures C.13 à C.17 représentent les courbes de transition des aciers après simulation thermique de soudage. Les points relatifs au niveau ductile de la rupture ne sont pas représentés car ils ne sont pas représentatifs de la seule zone affectée thermiquement, mais incluent également une contribution du métal adjacent.

En conséquence, seuls les points correspondants à la partie inférieure de la courbe ont été retenus comme caractéristique de la structure de la zone simulée thermiquement.

Les températures de transition TK 28 J et TK 100 J sont données dans le tableau C.3

Tableau C.3 : Températures de transitions Charpy V (°C) des aciers après simulation de soudage.

Acier	A	B	C	D	E
Tk 28 J	-50	-15	-20	-50	-30
Tk 100 J	-20	+10	+10	-25	- 5

Après simulation de soudage, les aciers A et D sont les seuls à satisfaire à la condition Tk 28 J < -40°C. Les aciers B, C et E présentent des températures de transition Tk 28 J qui n'excèdent toutefois pas -10°C.

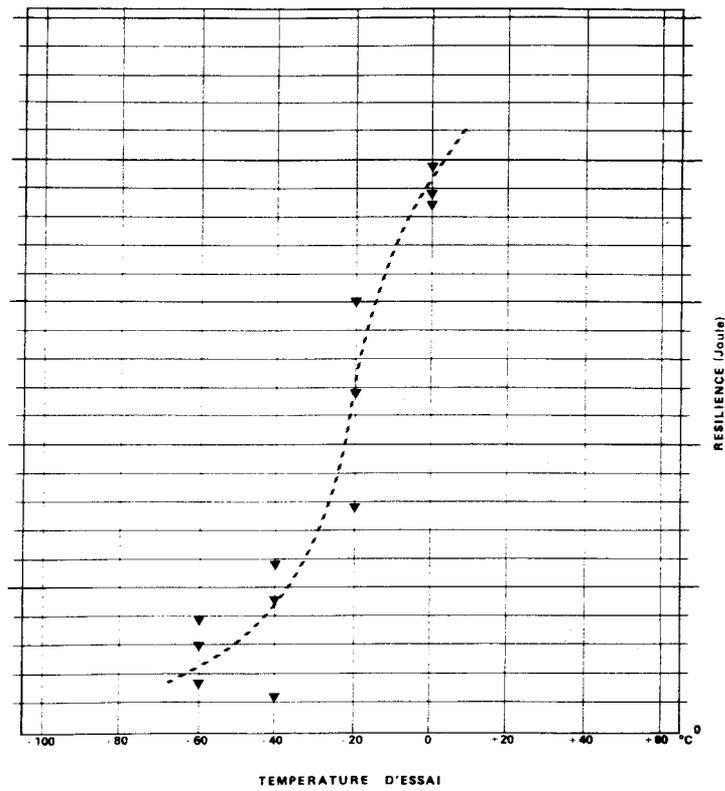


Figure C. 13 : courbe de transition de l'acier A après simulation thermique de soudage

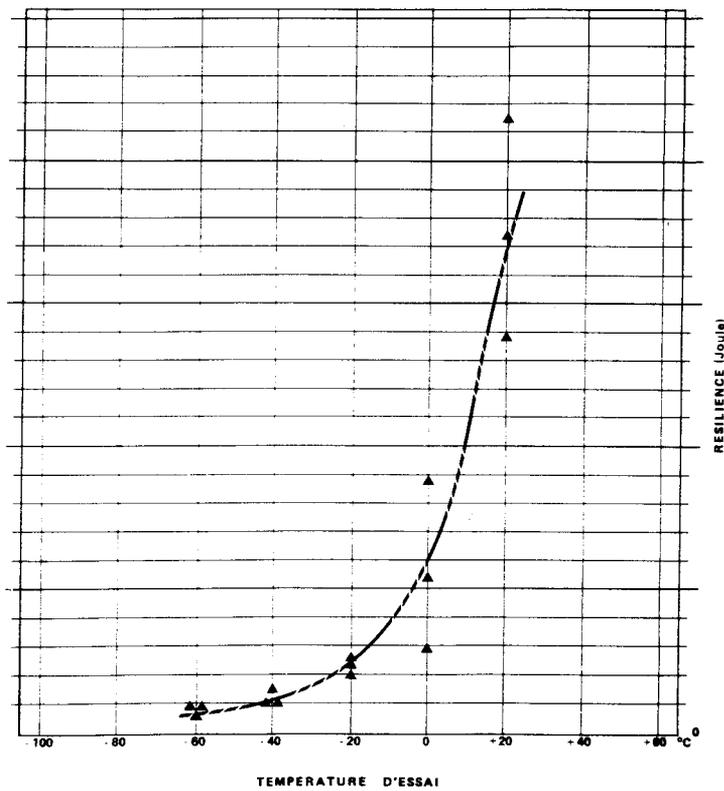
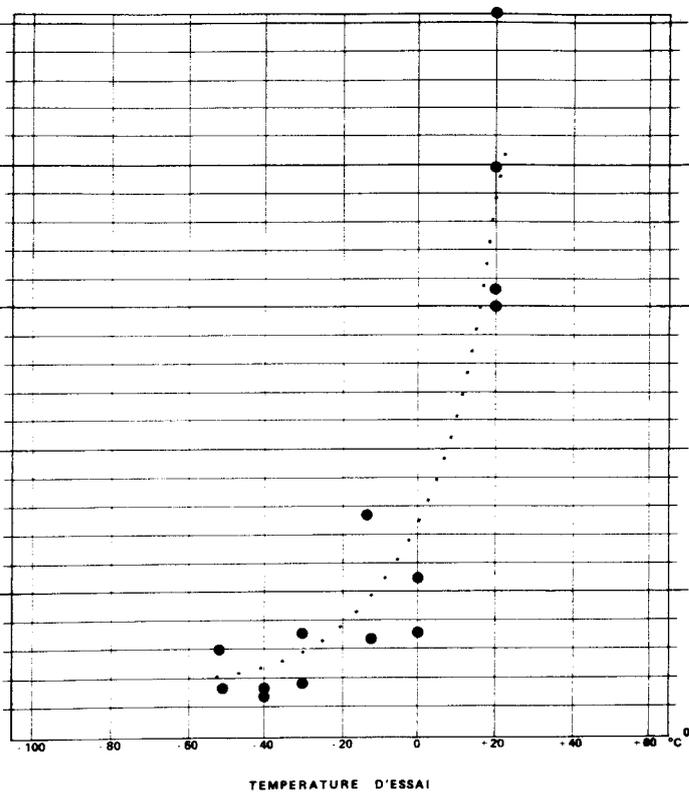
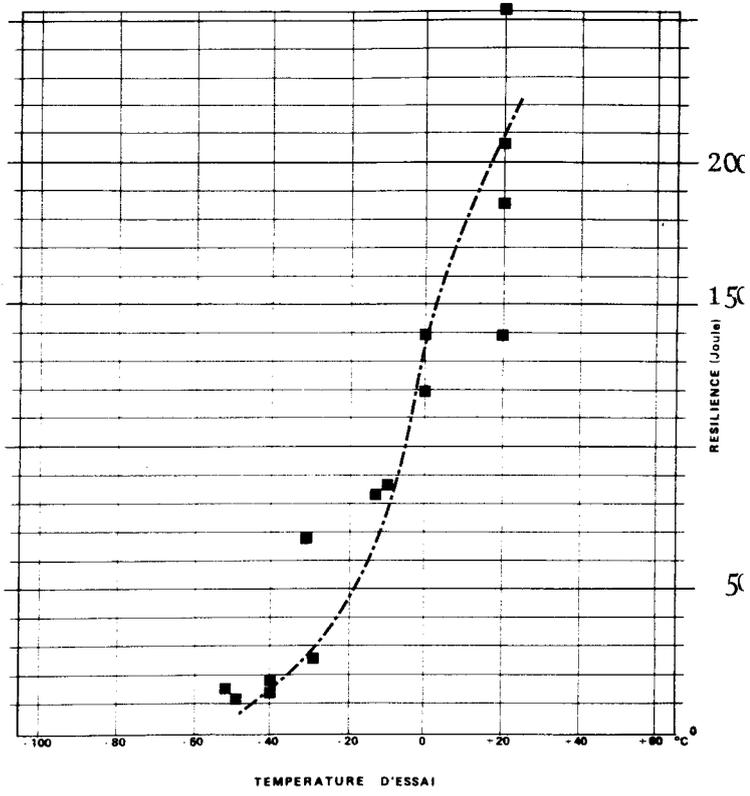


Figure C. 14 : courbe de transition de l'acier B après simulation thermique de soudage





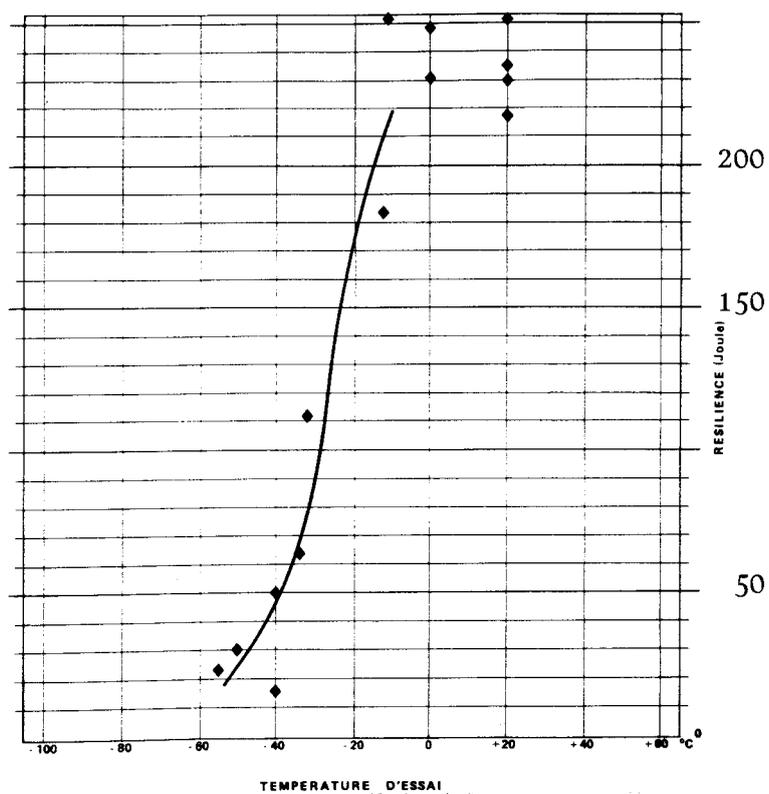
TEMPERATURE D'ESSAI



TEMPERATURE D'ESSAI

Figure C.15 : courbe de transition de l'acier C après simulation thermique de soudage

Figure C.17 : courbe de transition de l'acier I après simulation thermique de soudage



TEMPERATURE D'ESSAI

Figure C.16 : courbe de transition de l'acier D après simulation thermique de soudage



C.3.2.2 Résultats propres à l'instrumentation

Les figures C.18 à C.20 et le tableau C.4 illustrent le comportement des aciers C, D et E, au cours des essais Charpy V, à différentes températures.

A -50°C , les aciers C et E présentent des fractogrammes identiques. La rupture des aciers intervient après une faible déformation plastique de l'échantillon. L'acier D admet un taux de déformation plastique supérieure avant amorçage de la rupture. Pour les 3 aciers, la rupture est du type fragile.

A -30°C , la rupture des aciers C et E a lieu après une déformation plastique très inférieure à celle de l'acier D. La température de transition T_m de l'acier D est proche de -30°C .

L'acier E se différencie de l'acier C à la température de -10°C , où il admet une déformation plastique plus importante avant rupture fragile. A cette température, l'acier D subit une déformation plastique importante avant propagation ductile puis fragile de la fissure.

Tableau C.4 : caractéristiques moyennes des fractogrammes des aciers après simulation thermique de soudage.

Acier	Température d'essai ($^{\circ}\text{C}$)	E rupture (J)	E_I (J)	P_e (kN)	P_m (kN)	cris (%)
C	-50	23	23	15.2	-	100
	-30	27	27	14.1	-	100
	-10	55	55	13.7	-	100
	+20	189	94	12.9	16.7	71
D	-50	29	29	13.6	-	100
	-30	88	88	13.1	17.0	100
	-10	218	91	12.8	16.9	34
	+20	244	91	12.7	16.5	8
E	-50	13	13	-	-	100
	-30	47	47	15.1	-	100
	-10	86	86	13.6	-	100
	+20	197	93	13.5	17.2	58



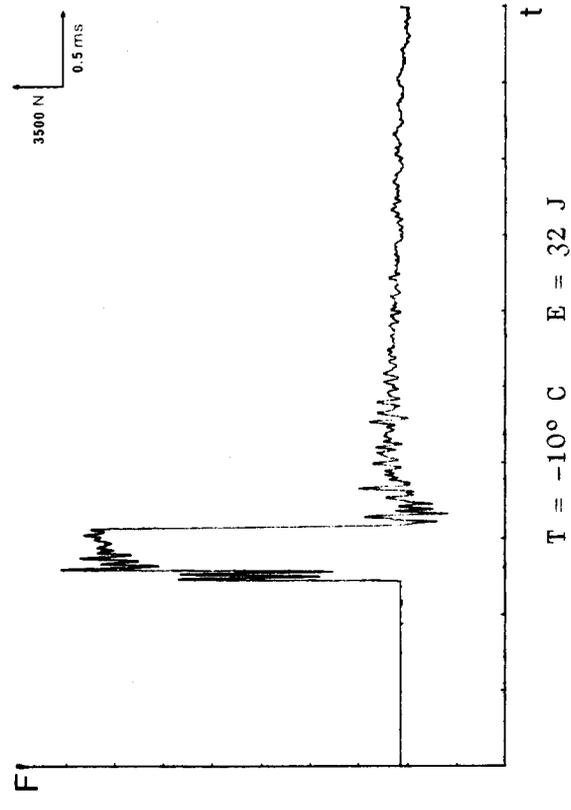
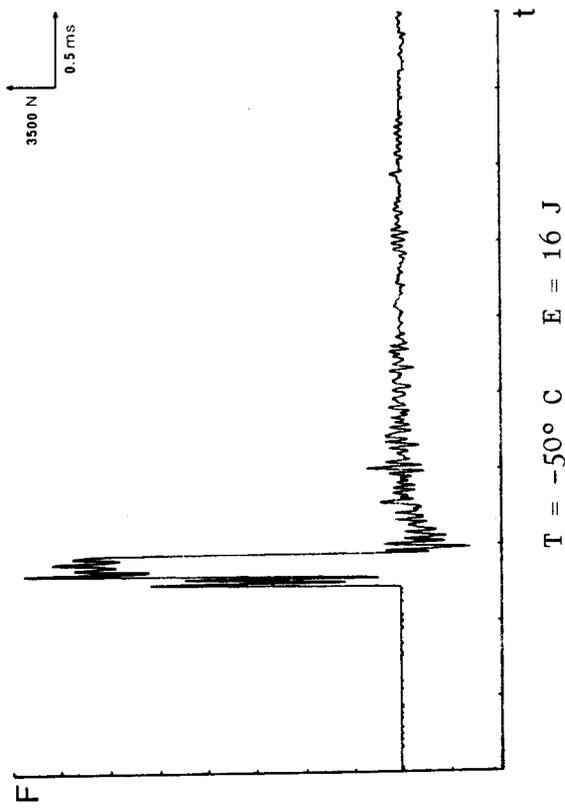
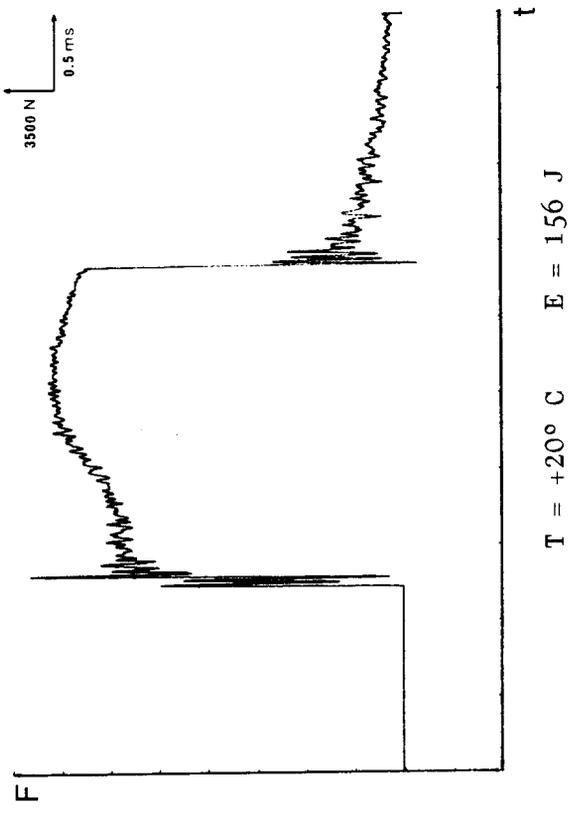
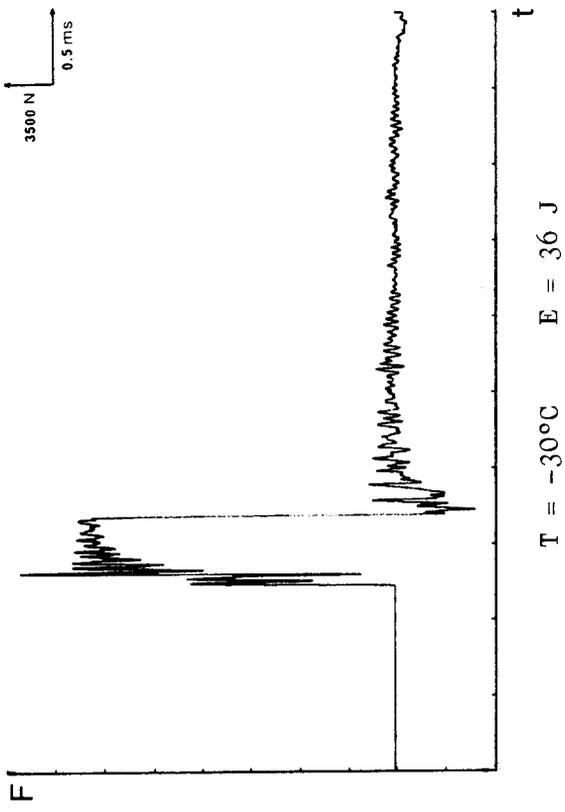
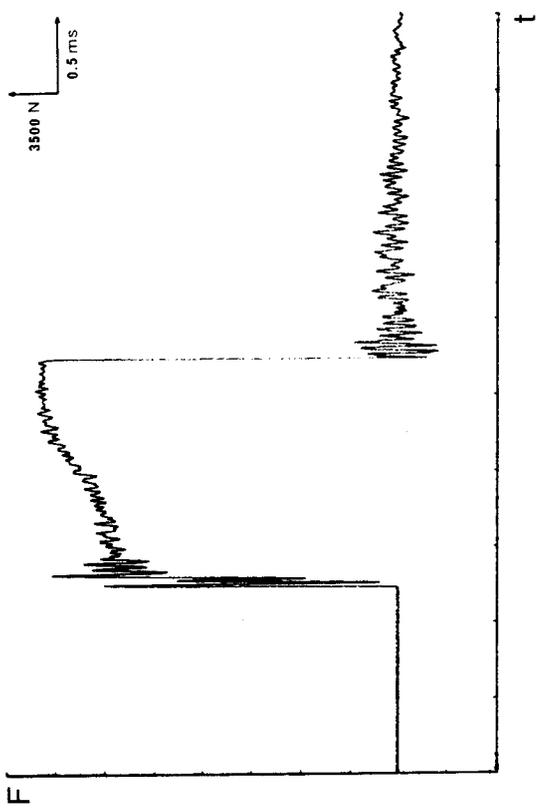
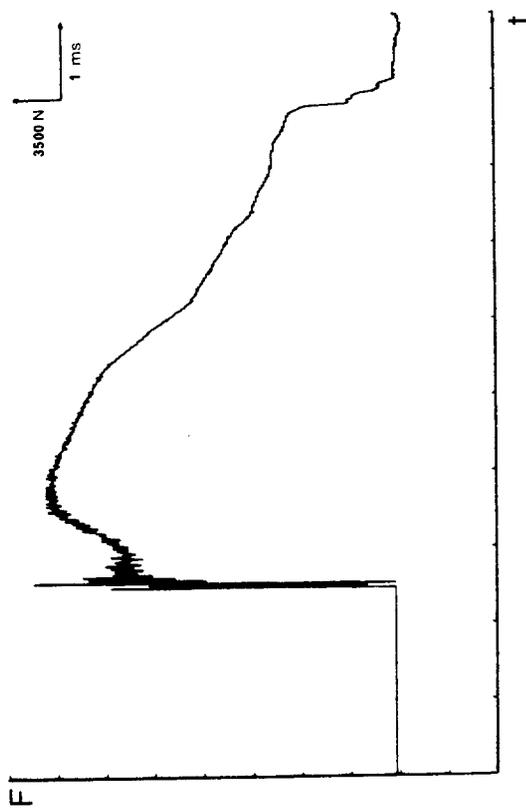


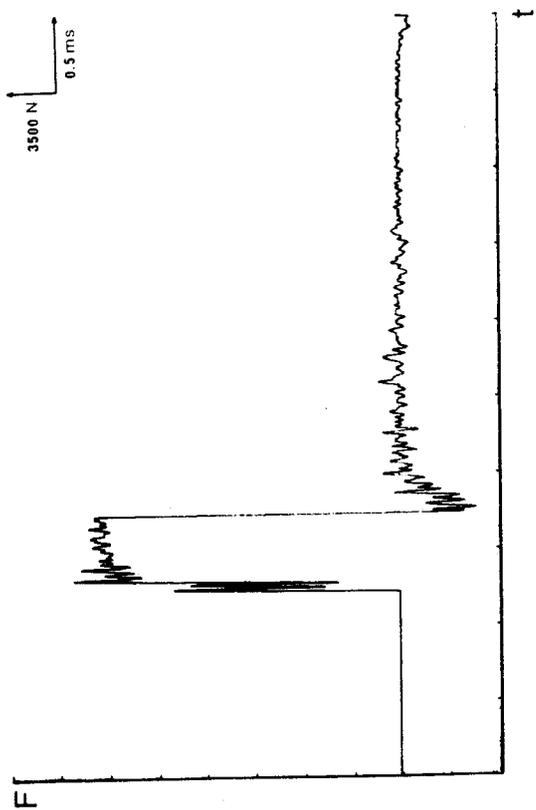
Figure C. 18 : fractogrammes de l'acier C à différentes températures



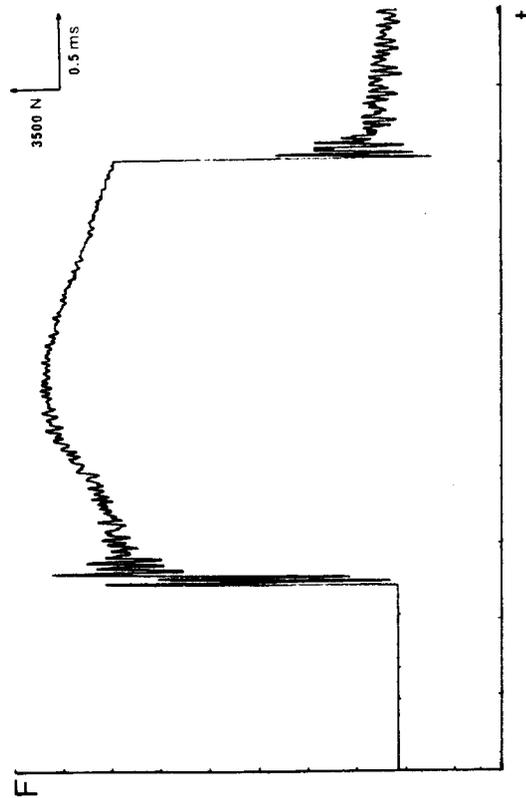
T = -30° C E = 112 J



T = +20° C E = 256 J



T = -50° C E = 30 J



T = -10° C E = 181 J



Figure C.19: fractogramme de l'acier D à différentes températures

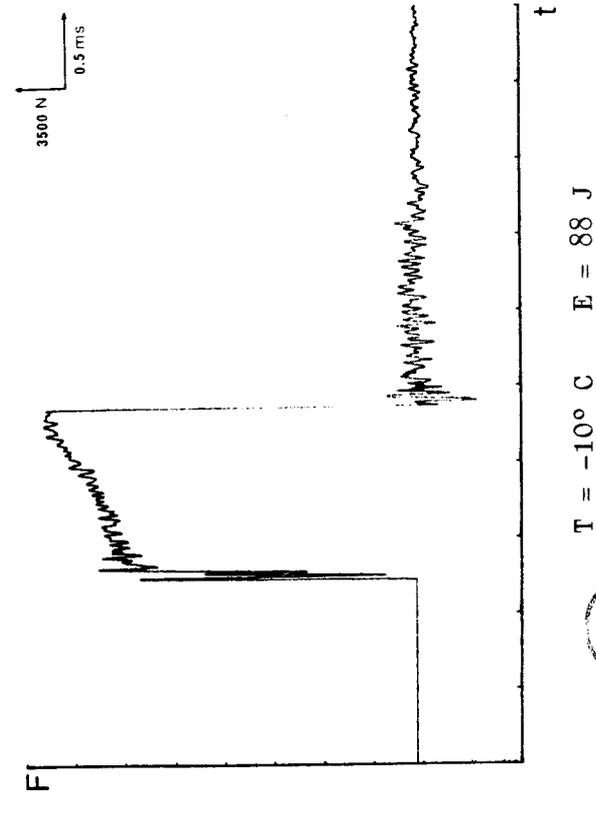
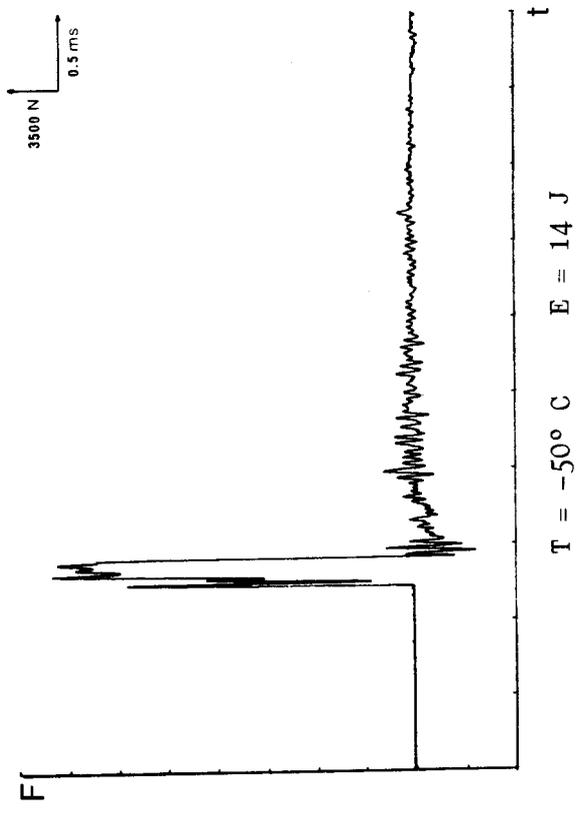
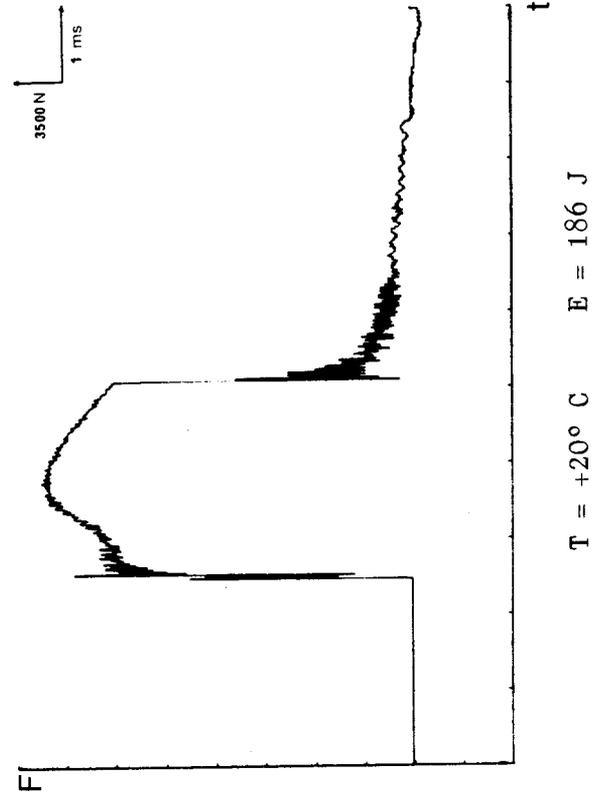
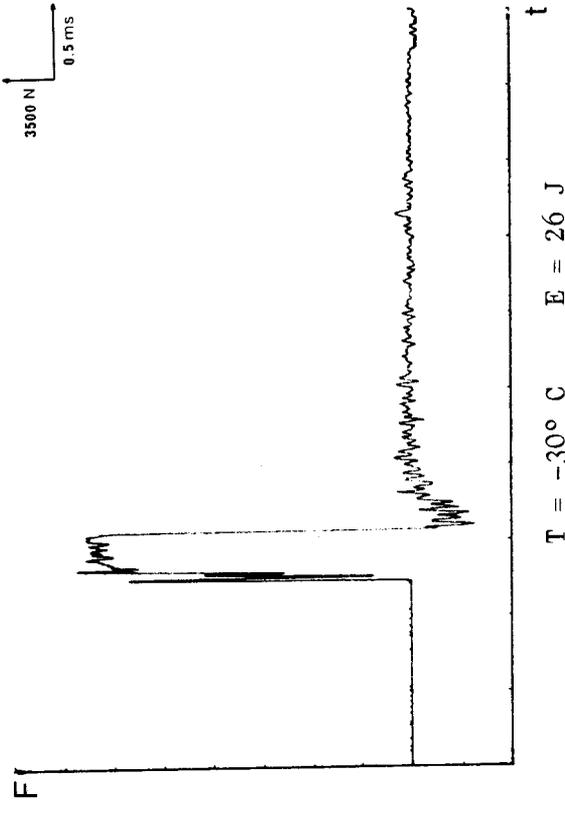


Figure C.20 : fractogramme de l'acier E à différentes températures

Quel que soit l'acier, le tableau C.4 révèle que l'énergie E_I maximale est comprise entre 90 J et 95 J, et semble peu sensible à la température. Les courbes C.21 relient les variations de P_e et P_m à la température des essais. De manière similaire à la figure C.10 relative aux aciers à l'état normalisé, les charges P_e et P_m décroissent avec la température. Les regressions expérimentales fournissent les équations suivantes :

$$\text{acier C} \quad P_e^C = 21.8 - 0.03_1 \cdot T$$

$$\text{acier D} \quad P_e^D = 15.8 - 0.01_1 \cdot T$$

$$\text{acier E} \quad P_e^E = 22.7 - 0.03_3 \cdot T$$

P_e , est exprimée en kN et T, en °K.

Pour les aciers C et E, les décroissances de P_e avec la température sont caractérisées par des droites parallèles. L'acier D se distingue par une droite de régression dont la pente est plus faible.

C.3.3 Faciès de rupture

Les figures C.22 et C.23 sont caractéristiques des faciès de rupture d'éprouvettes Charpy V respectivement issues des aciers A, C, D, E et B, rompues à -80°C après simulation de soudage. On observe que les aciers se sont rompus par clivage transgranulaire et l'on note, à grossissement élevé, la présence de nombreux plans de clivage secondaires, on remarque cependant quelques plages de l'acier B présentant un faciès différent, représentatif de plans de clivage d'aspect "anfractueux". Le faciès "anfractueux" est caractéristique d'une structure de type bainitique (DI FERRI METALLOGRAFIA - 1979).

Dans aucun des échantillons, il n'a été mis en évidence de site privilégié d'amorçage de la rupture.

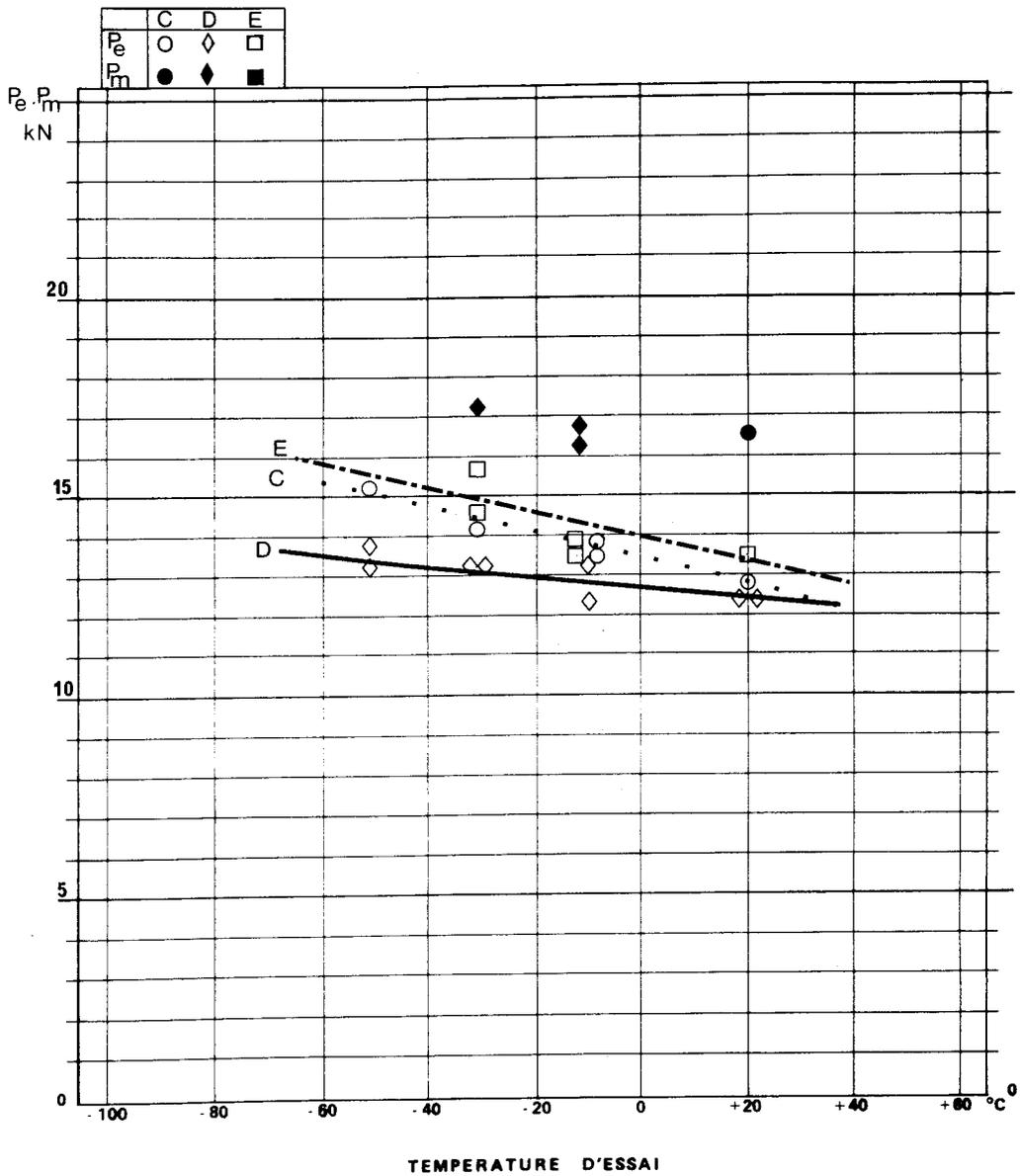


Figure C.21 : évolution des charges P_e et P_m avec la température de rupture des aciers C, D et E après simulation thermique de soudage.

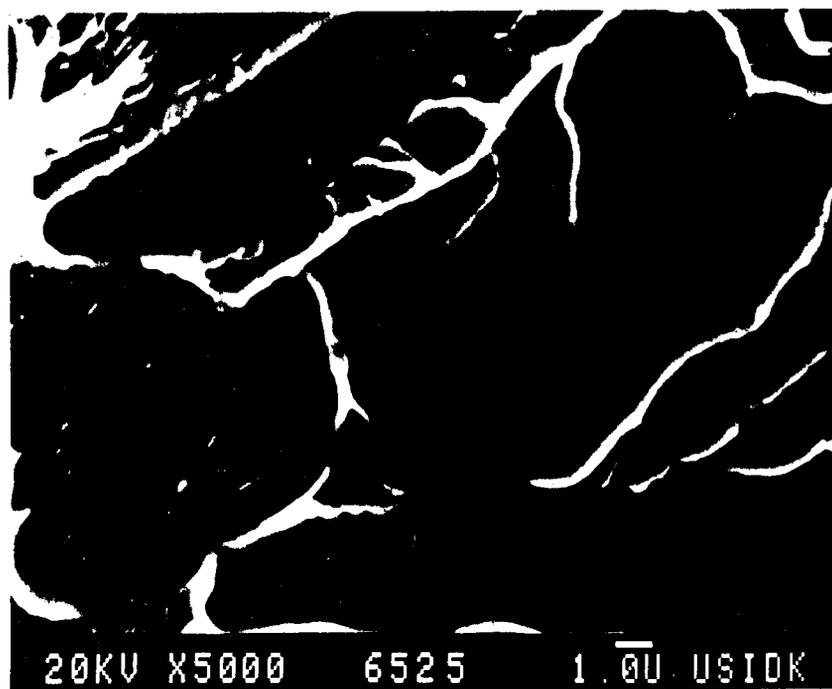
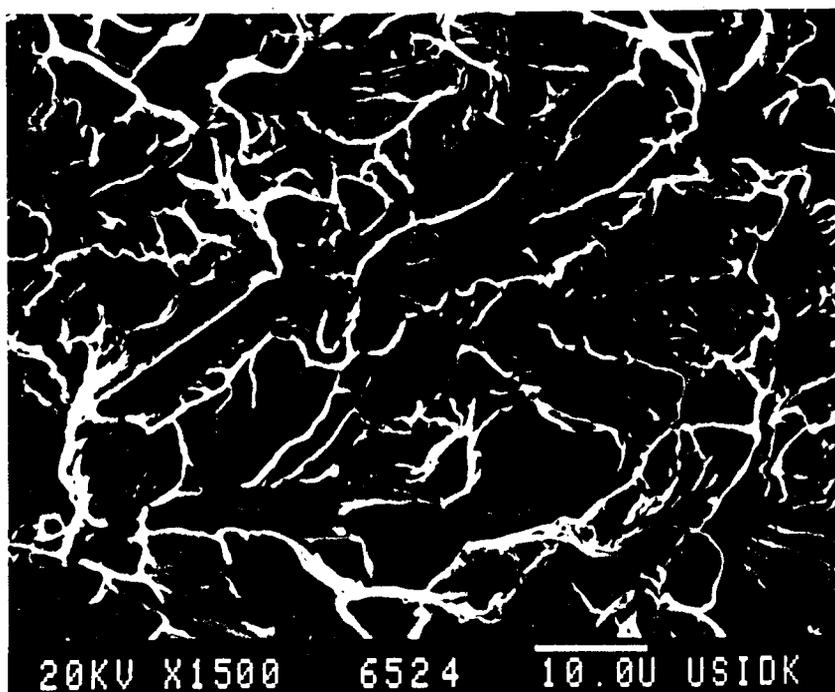


Figure C.22 : aspect de la surface de rupture par choc à -80°C de l'acier A après simulation thermique de soudage

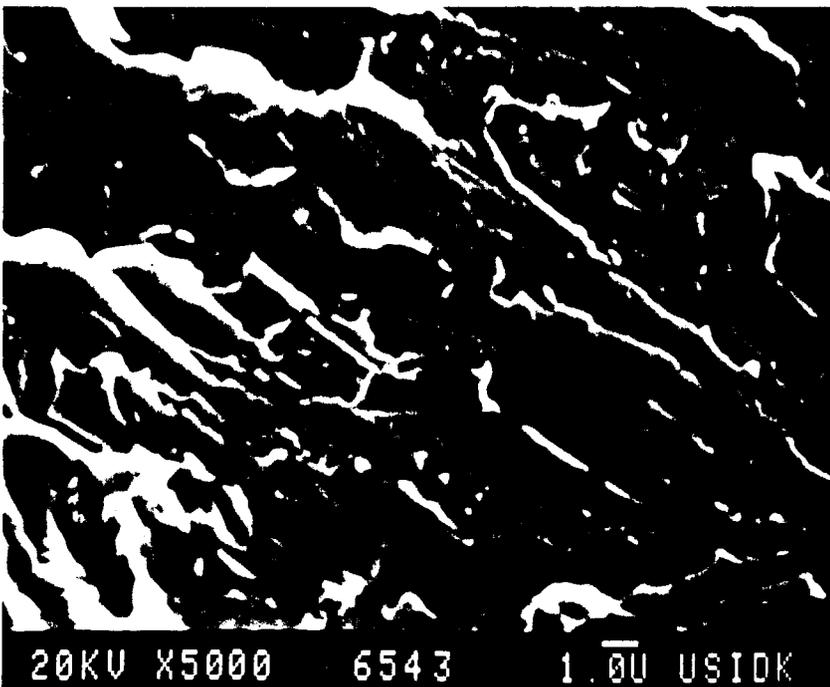
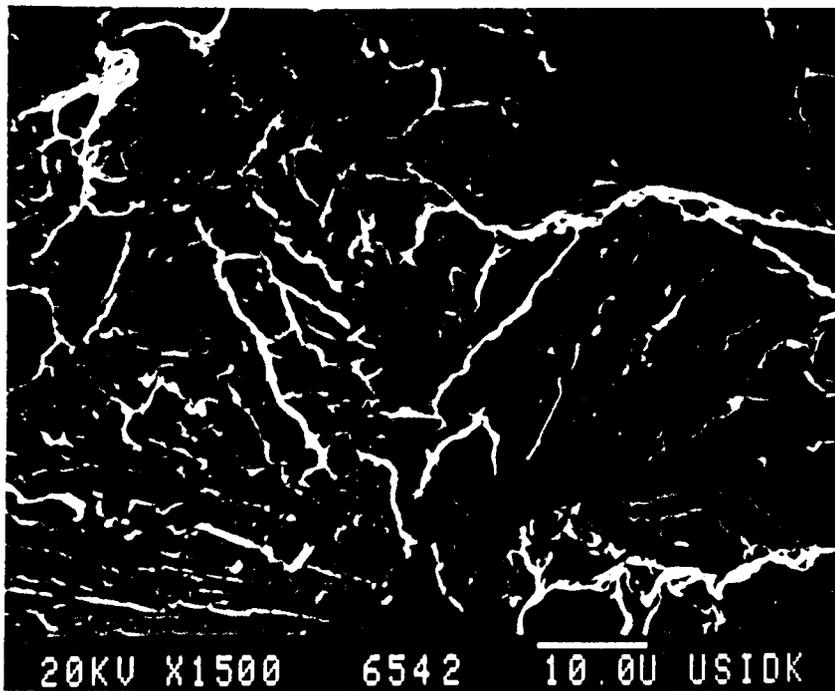


Figure C.23 : aspect de la surface de rupture par choc à -80°C de l'acier B après simulation thermique de soudage.

C.3.4 Essais complémentaires

Les aciers entrant dans la construction de structures soudées doivent satisfaire à une procédure de qualification qui comprend de multiples essais. Dans le cadre de ce mémoire, il peut être utile de mentionner quelques résultats complémentaires obtenus dans l'étude de la soudabilité de ces nuances.

C.3.4.1 Essais de résilience Charpy V sur éprouvettes simulées

avec $\Delta t \frac{700}{300} = 50 \text{ s.}$

Les aciers C, D et E ont suivi un cycle de simulation thermique de soudage correspondant à une énergie de soudage plus faible (5 kJ.mm^{-1}). Le cycle utilisé est caractérisé par une température maximale de 1350°C et un critère de refroidissement $\Delta t \frac{700}{300} = 50 \text{ s.}$

La figure C.24 présente les courbes de transition Charpy V. Les températures de transition $T_k 28 \text{ J}$ et $T_k 100 \text{ J}$ des aciers, reportées dans le tableau C.5 font apparaître le meilleur comportement de l'acier D pour ce type de soudage et les résultats inférieurs de l'acier C. Le classement d'aptitude au soudage avec forte énergie établi précédemment est confirmé par ces investigations.

Tableau C.5 : Température de transition Charpy V ($^\circ\text{C}$) des aciers C, D et E après cycle thermique de simulation de soudage $\Delta T \frac{700}{300} = 50 \text{ s.}$

ACIER	C	D	E
Tk 28 J	-10	-60	-40
Tk 100 J	+20	-20	-10

C.3.4.2 Essais C.O.D réalisés sur joints réels

Des joints soudés par le procédé Arc Submergé sous flux ont été réalisés à partir de tôles des nuances D et E, d'épaisseur 40 mm. Il s'agit de joints en K soudés avec une énergie de 4 kJ. mm^{-1} . Les courbes de transition C.O.D ont été tracées aux laboratoires UNIREC (P. BALLADON 1985) suivant la norme BS 5762 : 1979. Le schéma de prélèvement des éprouvettes est représenté sur la figure C.25. Les éprouvettes sont de type B x 2 B et la fissure de fatigue se situe dans la zone affectée par la chaleur à 0.5 mm de la ligne de fusion.

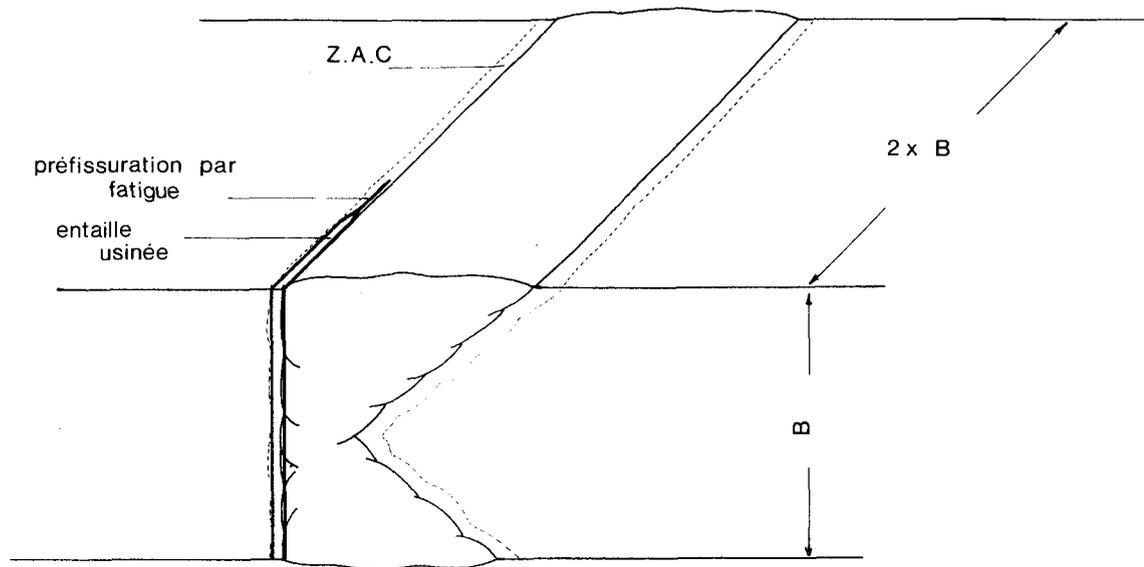


Figure C.25 : Schéma de prélèvement des éprouvettes C.O.D



L'essai C.O.D consiste en un essai de flexion 3 points sur éprouvette entaillée puis pré-fissurée par fatigue. La pièce est chargée lentement et on enregistre la courbe force-écartement des lèvres de l'entaille. L'ouverture des lèvres de la fissure est ensuite calculée à l'aide des formules développées dans la norme BS 5762 : 1979.

Les résultats sont représentés sur la figure C.26, qui montre que, comme en soudage monopasse, après soudage multipasse, la nuance D résiste mieux à la rupture que l'acier E.

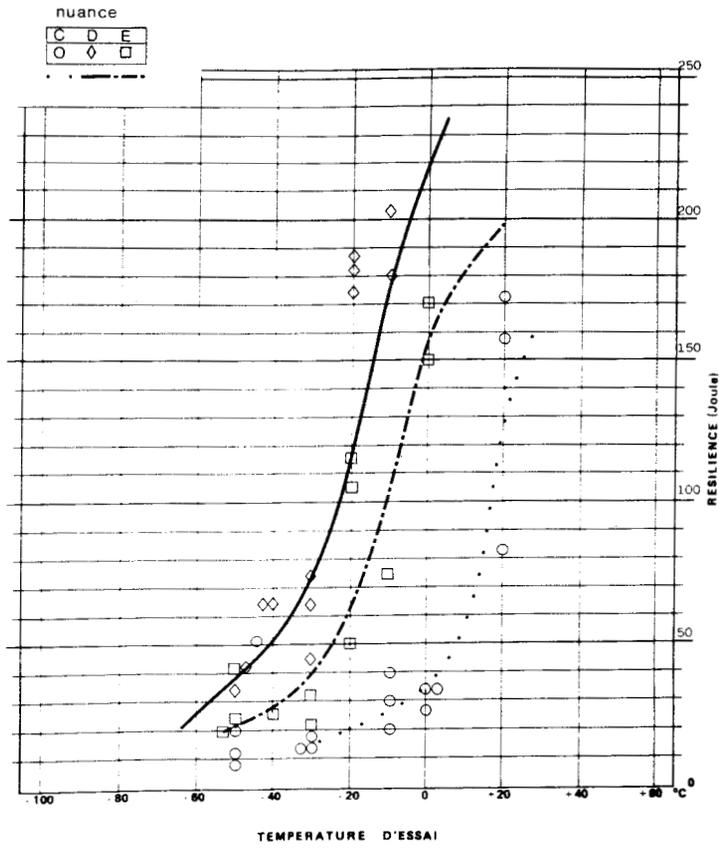


Figure C.24 : courbes de transition des aciers C, D et E après simulation thermique de soudage $\Delta t \begin{matrix} 700 \\ 300 \end{matrix} = 50 \text{ s}$

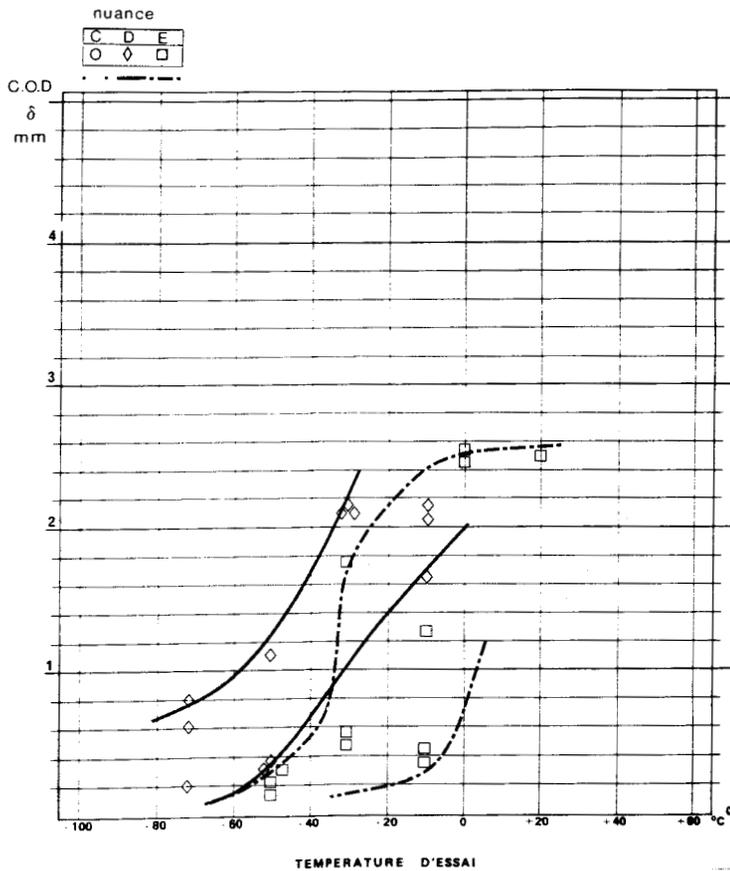


Figure C.26 : courbes de transition C.O.D des aciers D et E après soudage réel multipasse 4 kJ. mm⁻¹

C.4 CONCLUSION

A l'état normalisé, la résilience Charpy V en peau des aciers est bonne. La température de transition T_k 28 J est toujours inférieure à -70°C .

Après simulation thermique de soudage forte énergie, la résilience des aciers diminue. Les valeurs des températures de transition T_k 28 J pour les cinq nuances considérées sont alors comprises entre -15°C et -50°C . Les aciers A et D, respectivement stoechiométrique et sous-stoechiométrique en titane, ne contenant pas de niobium, possèdent la meilleure résilience. Le comportement des aciers B et C est le plus dégradé.

Les essais de résilience instrumentés apportent quelques compléments. Dans l'état Z.A.C., à basse température, la charge P_e est plus élevée pour les aciers C et E, comparativement à l'acier D plus ductile. On remarque par ailleurs que la facilité d'amorçage de la rupture par clivage décroît dans l'ordre acier C, acier E, acier D.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES CITEES DANS LE CHAPITRE C

- **ALMOND E.A, EMBURY J.D**

"Instrumented impact testing of low carbon steel"

Met. Science Journal, 1968, 2, (194-200)

- **BALLADON P.**

note UNIREC TMC/P.B/J.B 361 du 20.11.1985

- **BARSOM J.M, ROLFE S.T.**

"Correlations between K_{IC} and Charpy V notch test results in the transition temperature range"

Impact Testing of Metals, ASTM STP 466, American Society for Testing and Materials, 1970, (281-302)

- **DI FERRI METALLOGRAFIA**

Tome V, chap. 4, Verlag Stahleisen m b h DUSSELDORF, 1979

- **MARANDET B.**

"Evaluation simple de la ténacité pour le suivi de la qualité"

Rapport IRSID, RFP 295, juillet 1981

- **MATHY H., GREDAY T.**

"Relation entre les caractéristiques microstructurales et la résilience des aciers de construction métallique"

Revue de métallurgie, 1977, (169-186)

- **NGUYEN-DUY P., PHELIPPEAU G., SIMONEAU R., BEGIN G.**

"The determination of the J. integral on precracked Charpy Specimens by instrumented impact testing and slow bend testing"

Journal of Engineering Materials and Technology, 1978, 100, (253-257)

- **SANZ G.**

"Propriétés d'emploi des aciers - La rupture des aciers"

tome 1 : la rupture fragile
tome 2 : la mécanique de la rupture
collection IRSID - OTUA

- **TURNER C.E.**

"Measurement of fracture toughness by instrumented impact test"

Impact testing of metals, ASTM STP 466, American Society for Testing and Materials, 1970, (93-114)

- **WULLAERT R.A**

"Application of the instrumented Charpy impact test"

Impact testing of metals, ASTM STP 466, American Society for Testing and Materials, 1970, (148-164)

- **ZIA EBRAHIMI F., KRAUSS G.**

"The evaluation of tempered martensite embrittlement in 4130 steel by instrumented Charpy V notch testing"

Met.Trans A, 14 A, 1983, (1109-1119)

- **NORME BS 5762 : 1979**

"Methods for Crack opening displacement (C.O.D) testing"

British Standards Institution



Chapitre D. ANALYSE STRUCTURALE

Les utilisations d'un acier sont souvent conditionnées par ses propriétés mécaniques. L'analyse structurale d'un matériau constitue le lien indispensable entre d'une part, ses propriétés mécaniques, et d'autre part, son analyse chimique et son histoire. Cette partie de l'étude concerne l'analyse macroscopique et microscopique de la structure des cinq aciers. Les examens sont réalisés à la lumière des résultats fournis par l'étude bibliographique. Ils seront ensuite utilisés dans la discussion en vue de les relier à la composition de l'acier et à son histoire thermique, et d'interpréter les propriétés de résilience.

D.1 ETUDE DES ACIERS A L'ETAT NORMALISE

D.1.1 Analyse des structures

D.1.1.1 Microscopie optique

Après traitement thermique de normalisation, les cinq aciers présentent une structure très voisine en peau des tôles. Ils sont constitués de grains de ferrite équiaxes et de plages de perlite dont la répartition en bandes parallèles à la direction de laminage est plus ou moins marquée suivant les zones. La figure D.1 illustre la structure de l'acier D et principalement la répartition des plages de perlite. On note la présence de plages perlitiques très fines disposées au hasard entre les bandes. Les tailles de grains ferritiques des aciers sont hétérogènes. La taille moyenne est voisine de $10 \mu\text{m}$ dans les aciers au niobium B et E. Elle est légèrement supérieure et proche de $15 \mu\text{m}$ dans les aciers A, C et D non microalliés au niobium.

D.1.1.2 Microscopie électronique en transmission

Les observations effectuées par microscopie électronique en transmission confirment la similitude des structures des cinq aciers. Les figures D.2 et D.3 présentent la répartition des tailles de grains ferritiques des aciers D et E. Les dimensions moyennes des grains sont inférieures à celles établies par microscopie optique. Elles sont proches de $7 \mu\text{m}$ dans les aciers D et E. On remarque également quelques plages perlitiques qui se présentent sous forme granulaire ou aux joints de grains.

D.1.2 Etat de précipitation

L'état de précipitation des aciers à l'état normalisé a été étudié par deux méthodes.

D.1.2.1 Extraction électrolytique (réalisée à l'I.R.S.I.D.)

Des éprouvettes cylindriques de diamètre 5 mm et de longueur 100 mm sont prélevées en peau "P" et coeur "C" des tôles. Elles font l'objet d'un traitement de dissolution. Les éléments précipités sont ensuite analysés par spectrométrie d'émission optique suivant une méthode décrite par D. HENRIET (1983 a). Les résultats sont reportés dans le tableau D.1.

Tableau D.1 : Analyse pondérale ($10^{-3}\%$) des éléments précipités dans les aciers à l'état normalisé.

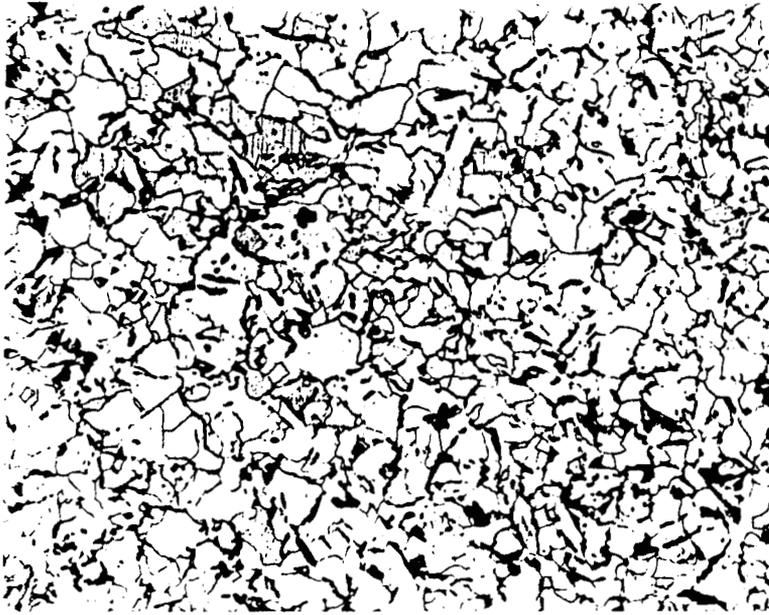
Nuance		Ti	Nb	V	Fe	Mn	Ni	Al total	Al ^{**} nitrure	P	O
A	P	14	1	*	1253	60	5.5	5	*	4	*
	C	13	1	*	1388	66	5.2	10	*	5	*
B	P	14	36	*	714	42	4	9	*	2.7	*
	C	14	35	*	609	33	9	5	*	2.7	*
D	P	9	1	1	*	*	*	7.6	3.3	1.5	1.7
	C	10	1	1	*	*	*	5.5	3.6	0.5	1.4
E	P	14	24	3	*	*	*	4.5	1	1	1.5
	C	14	23	3	*	*	*	3.7	1	0.8	1.3

* non dosé

** dosé par la méthode de Beeghly

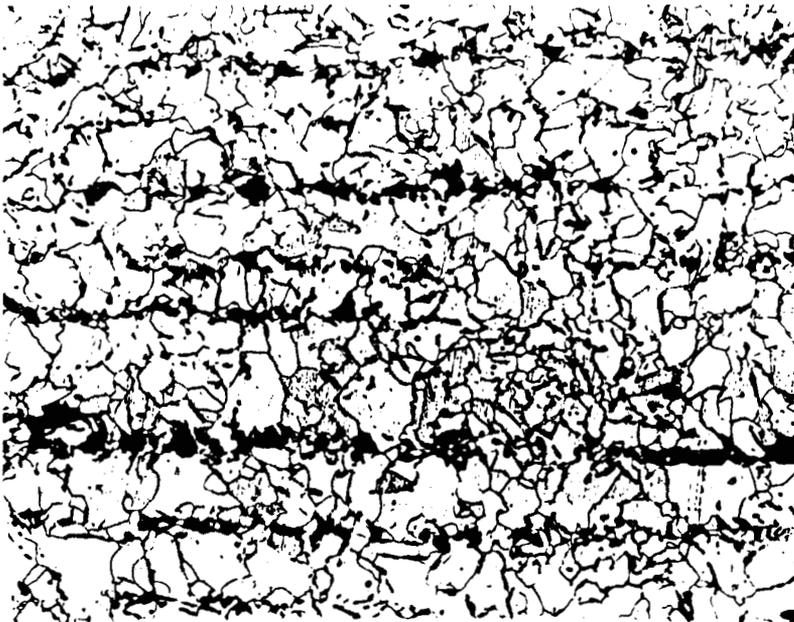


La comparaison des tableaux B.1 et D.1 établie que le titane et le niobium sont totalement précipités à l'état normalisé. Dans l'acier D, la sous-stoechiométrie en titane, relativement à l'azote est à l'origine d'une plus forte précipitation de nitrure d'aluminium comparativement à l'acier E, stoechiométrique en titane qui contient un faible taux de nitrure d'aluminium. La comparaison des teneurs en titane, aluminium total précipité, nitrure d'aluminium et oxygène révèlent des teneurs en TiO_2 très faibles. Ce résultat confirme l'hypothèse qui suppose la précipitation du titane essentiellement avec l'azote.



50 μm

Répartition homogène de la perlite



50 μm

Répartition en bandes de la perlite

Figure D.1 : Structure des aciers à l'état normalisé (acier D)
(attaque nital 4 %)



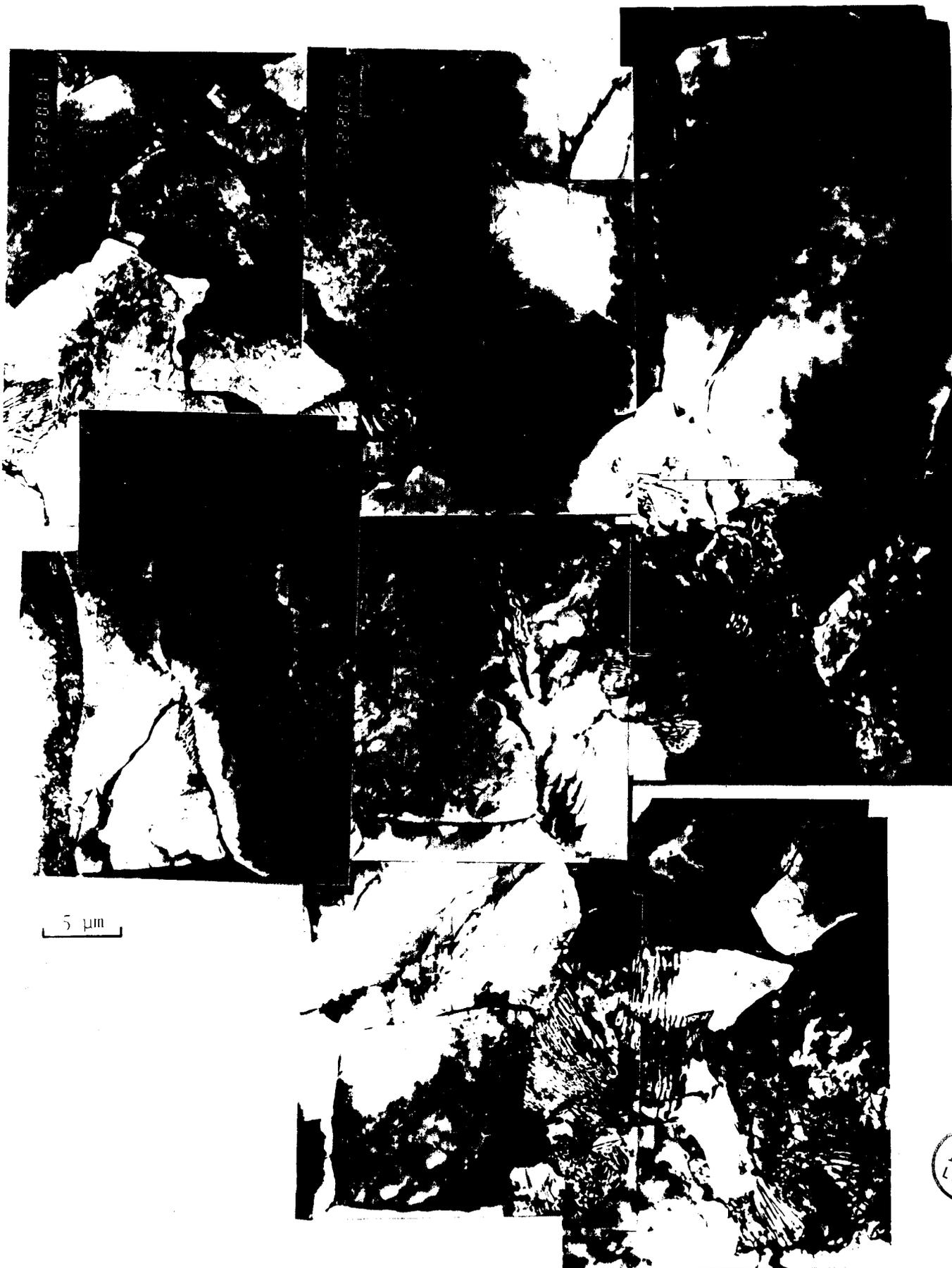


Figure D.2 : Structure de l'acier D à l'état normalisé ($\bar{d} = 7.1 \mu\text{m}$)
micrographie électronique sur lame mince



Figure D.3 : Structure de l'acier E à l'état normalisé ($\bar{d} = 6,4 \mu\text{m}$)
micrographie électronique sur lame mince

Diagramme de diffraction des rayons X sur résidus

Une quantité importante de précipités extraits est obtenue par dissolution d'éprouvettes de diamètre 35 mm et de longueur active supérieure à 100 mm. La cémentite est ensuite détruite par un traitement chimique. Cette technique mise au point par l'I.R.S.I.D est décrite par HENRIET D. (1983.b).

La figure D.4 présente les diffractogrammes X des précipités extraits des aciers D et E. L'acier D contient essentiellement deux types de précipités dispersoïdes. Les pics les plus intenses sont attribués à des précipités de structure cubique à faces centrées, de paramètre de maille $a = 0.424$ nm. Ils sont assimilés à des nitrures de titane purs (TOTH L.E. 1971). Quelques pics de faibles intensités sont par ailleurs attribués à des précipités de nitrure d'aluminium de structure hexagonale et de paramètres de maille $a = 0.31$ nm et $c = 0.49$ nm (TOTH L.E. 1971). De nombreux pics dûs à la présence de cémentite subsistent en outre.

Dans l'acier E, les précipités présentent une seule structure cristallographique. Il s'agit d'une structure cubique à faces centrées et de paramètre de maille $a = 0.426$ nm. Cette mesure jointe aux résultats bibliographiques repris dans le tableau D.2 assimile les précipités à des nitrures de titane substitués en carbone ou niobium. De plus, la plupart des pics présentent un épaulement vers les petits angles. Ces épaulements, marqués d'une flèche sur la figure D.4, traduisent vraisemblablement une modification de composition au sein des précipités de nitrure de titane. Le diffractogramme de l'acier E ne présente pas de pics de cémentite.

Tableau D.2 : structures et paramètres de maille des carbures et nitrures de titane, niobium et aluminium (TOTH L.E. 1971)

	Ti	Nb	Al
C	TiC : CFC $a = 0.431$ nm	NbC : CFC $a = 0.444$ nm	
↑	↑	↑	
	miscibilité complète	miscibilité complète	
↓	↓	↓	
N	TiN : CFC $a = 0.424$ nm	NbN : CFC $a = 0.437$ nm	AlN : Hex $a = 0.310$ nm $c = 0.496$ nm

D.1.2.2 Etat de précipitation intergranulaire

L'observation microscopique de l'état de précipitation intergranulaire des cinq aciers, illustré par les figures D.5 et D.6, révèle la présence de nombreuses plaquettes de précipités, suivant les joints de grains, dont la longueur peut atteindre quelques micromètres. La diffraction électronique identifie ces précipités à de la cémentite Fe_3C .

Les aciers A et C contiennent par ailleurs de rares précipités intergranulaires de morphologie cubique. La figure D.7 montre que ces précipités sont susceptibles d'interagir avec les joints de grains qui sont légèrement déformés à leurs proximités. Vu la faible fréquence d'observation de ces précipités dans les aciers A et C, aucune conclusion ne peut être tirée quant à leur présence ou non dans les trois autres nuances.

D.1.2.3 Etat de précipitation intragranulaire

Dans l'acier A, à l'état normalisé, les précipités intragranulaires les plus fréquemment rencontrés sont de formes parallélépipédiques et de dimension moyenne proche de 70 nm. Ils possèdent une structure cristallographique cubique à faces centrées dont le paramètre de maille est voisin de 0.42 nm. Les figures D.8 et D.9 représentent quelques-uns de ces précipités assimilables a priori à des carbonitrures de titane, seuls susceptibles d'exister sous cette forme cristallographique dans cet acier. La particule de taille voisine de 200 nm, observable sur la figure D.9 correspond à un nitrure de titane formé à très haute température, ou en phase liquide. La quantité de précipité de cette taille est faible.

L'état de précipitation intragranulaire de l'acier B est différent. On note la présence de précipités de tailles voisines de 40 nm dont la distribution est hétérogène. Ils se regroupent sur des longueurs proches de 1 μm et ces alignements sont distants d'environ 85 nm. Le dépouillement des clichés de diffraction électronique, montre que ces particules possèdent une structure cristallographique hexagonale de paramètre de maille $a \sim 0.3$ nm et $c \sim 0.5$ nm (TAILLARD R. 1983). Cette structure s'apparente à celles de AlN , Nb_2C , Nb_2N ou Ti_2N (TOTH L.E. 1971). Les précipités sont assimilés à des carbonitrures mixtes de titane et de niobium $(\text{Ti}, \text{Nb})_2(\text{C}, \text{N})$ susceptibles de contenir de l'aluminium en substitution, compte tenu des résultats obtenus par extraction électrolytique (tableau D.1) qui montrent que le titane et le niobium sont totalement précipités.

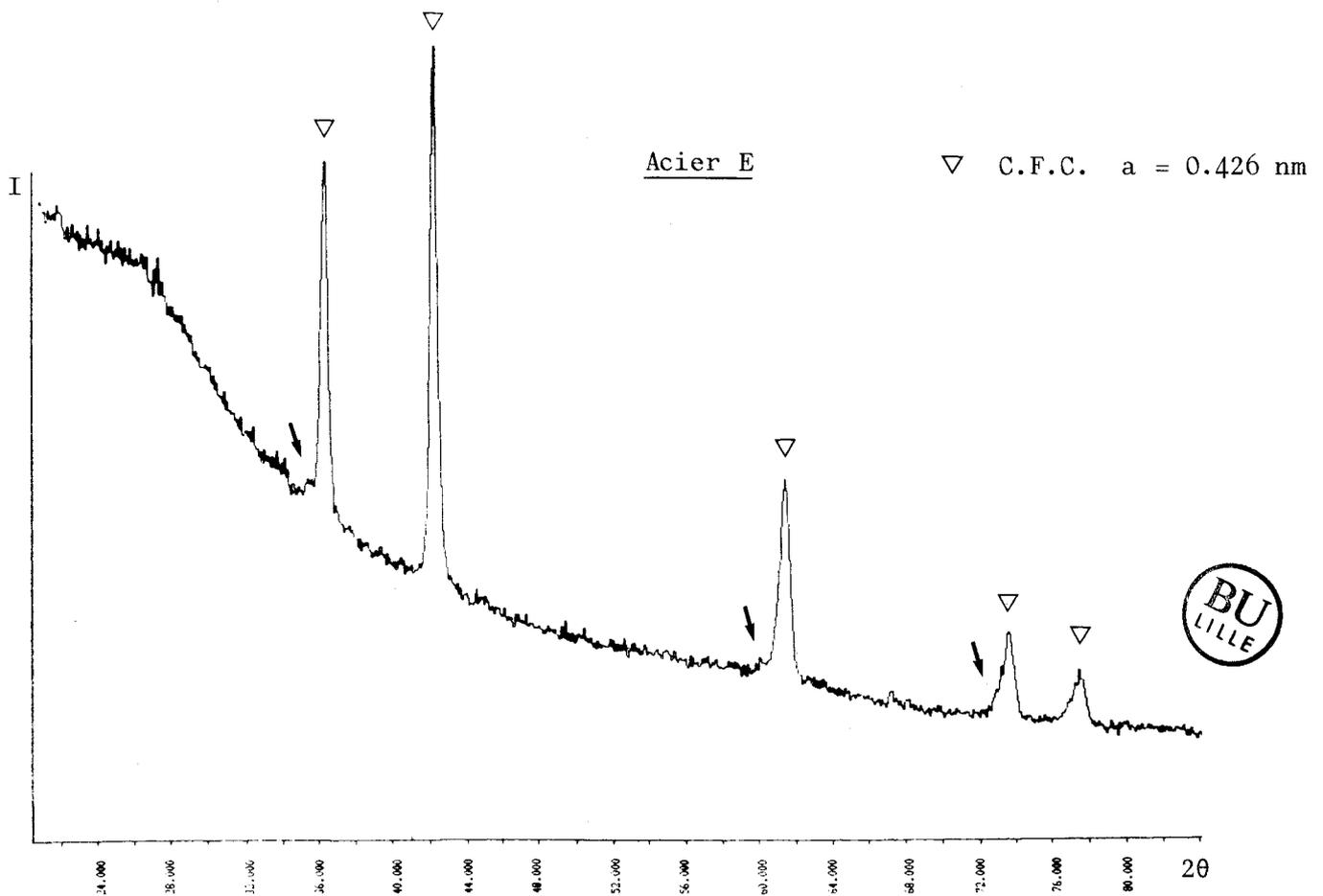
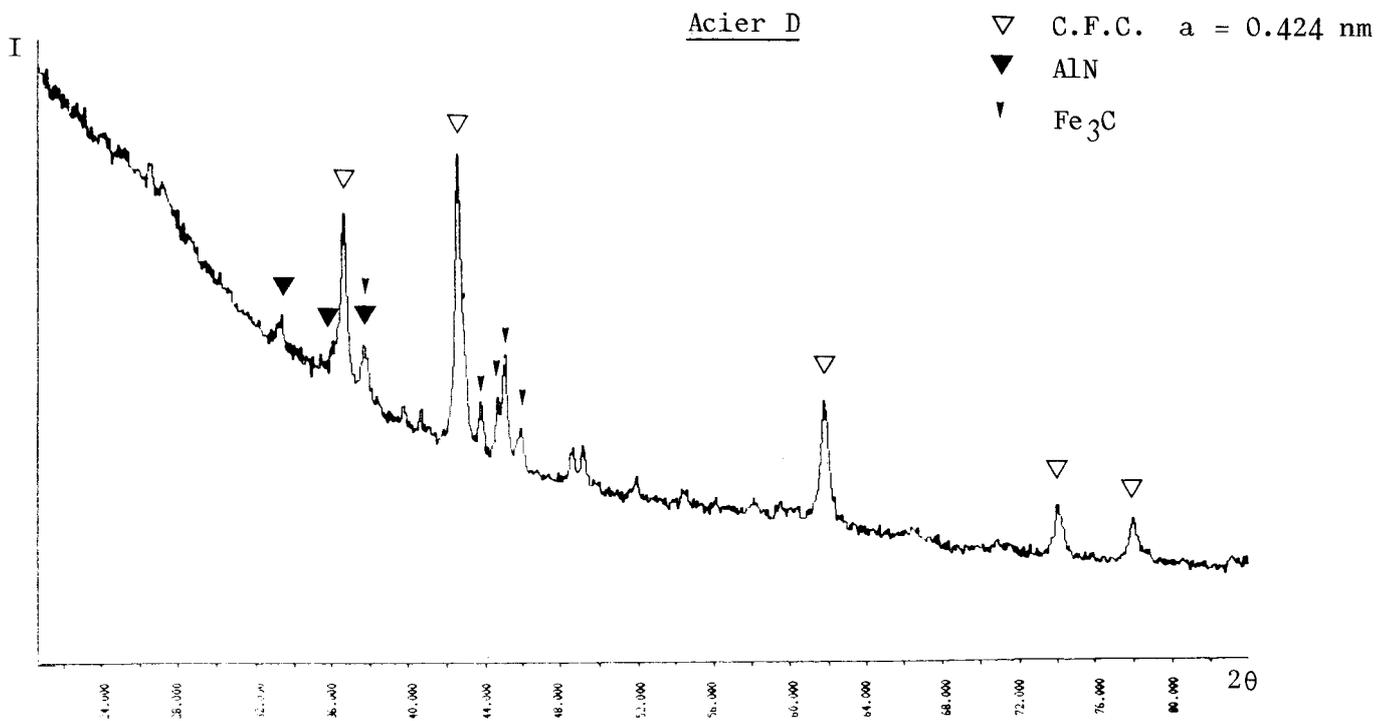
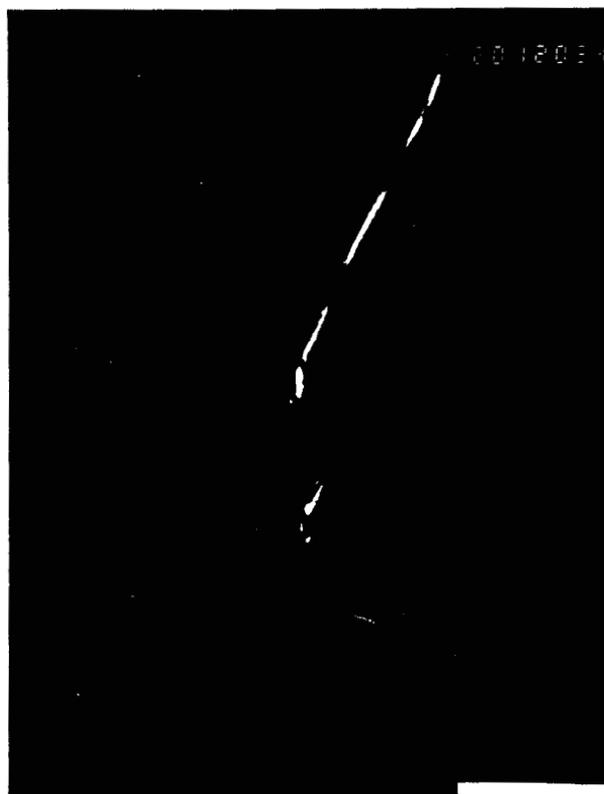


Figure D.4 : diagramme de diffraction des rayons X sur précipités extraits des aciers D et E après destruction chimique de la cémentite (anticathode de Cu $\lambda_{K\alpha} = 0.154 \text{ nm}$)



0,5 μm

Champ clair



Champ sombre centré sur
la tache (110) du précipité

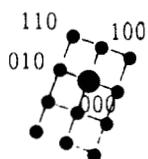


Diagramme de diffraction électronique
coupe [001] de Fe_3C

Figure D.5 : état de la précipitation intergranulaire dans
l'acier C à l'état normalisé



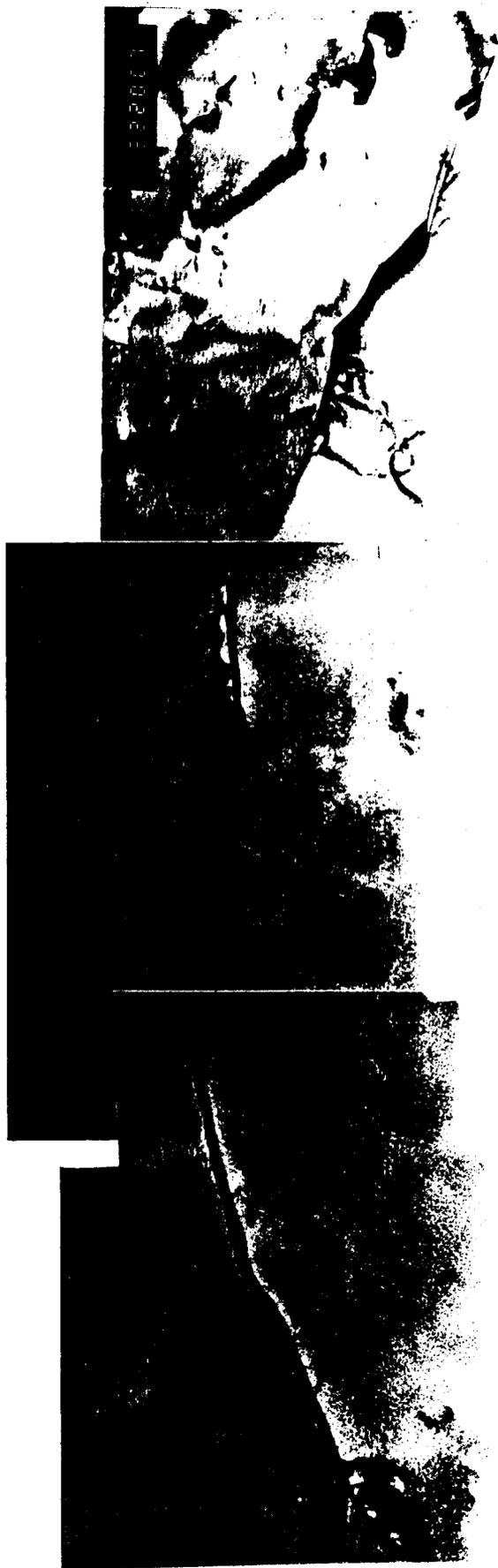


Figure D.6 : état de la précipitation intergranulaire dans l'acier D à l'état normalisé

Diagramme de diffraction électronique
coupe $[4\bar{5}3]$ de Fe_3C





0.5 μm

(a)



1 μm

(b)

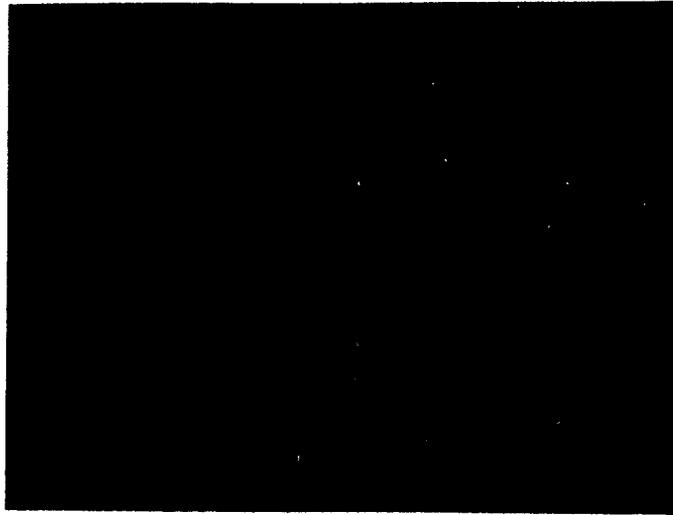


0.1 μm

(c)



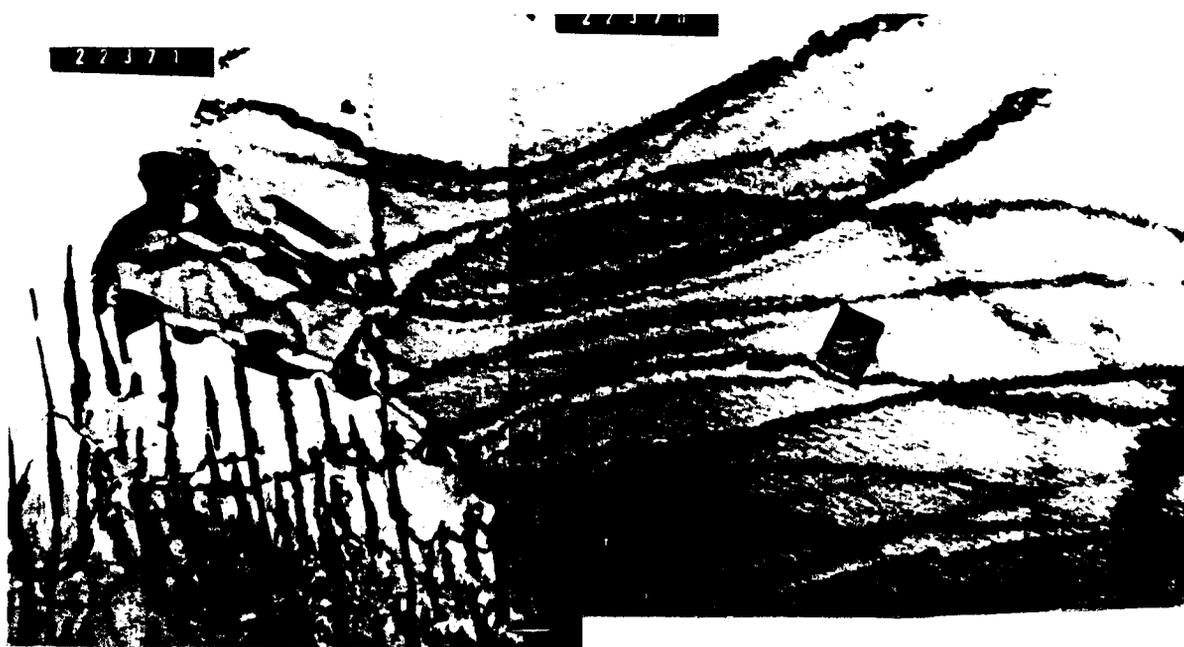
Figure D.7 : aspect de la précipitation intergranulaire dans l'acier A à l'état normalisé
b) et c) : détail



0,1 μm

Figure D.8 : Etat de la précipitation intragranulaire dans l'acier A.
Micrographie électronique sur lame mince.





0,25 μm

Champ clair

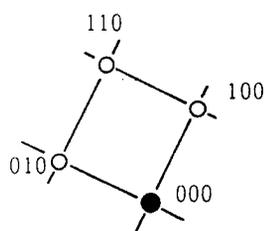
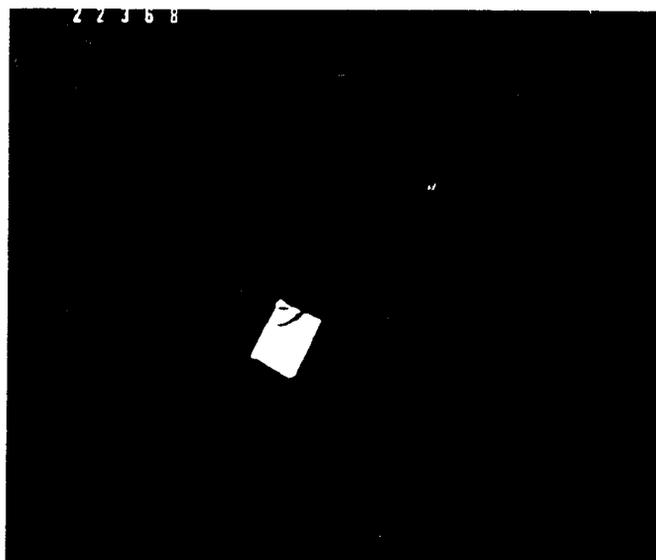


Diagramme de diffraction
électronique

coupe [001]
précipité C.F.C. $a \sim 0,42 \text{ nm}$



Champ sombre



Figure D.9 : Aspect de la précipitation dans l'acier A à l'état normalisé.
Micrographie électronique sur lame mince.

L'étude de l'état de précipitation intragranulaire, à l'état normalisé, des aciers C, D et E révèle de même quelques différences. Dans l'acier C, deux populations de précipités sont observées, d'une part, une densité moyenne de précipités de tailles proches de 10 nm et de structure cristallographique tétragonale ($a \sim 0.4$ nm et $c \sim 0.9$ nm), illustrés par la figure D.10 ou de structure cubique à faces centrées ($a \sim 0.42$ nm), d'autre part, une faible teneur en précipités parallélépipédiques de tailles proches de 80 nm et de structure cristallographique cubique à faces centrées avec un paramètre de maille $a \sim 0.42$ nm.

L'état de précipitation intragranulaire de l'acier D se résume à une faible densité de précipités cubiques, de tailles voisines de 50 nm, de structure cristallographique cubique à faces centrées avec un paramètre de maille $a \sim 0.42$ nm. La figure D.11 représente une particule de ce type observée suivant une direction $\{111\}$. Comme le montre la figure D.6, on note que ces précipités sont alignés par groupe de 5 ou 6.

La figure D.12 représente la double population de précipités intragranulaires observée dans l'acier E à l'état normalisé. Cette distribution se compose d'une part, d'une forte densité de précipités globulaires de tailles proches de 7 nm et de structure cristallographique cubique à faces centrées ($a \sim 0.43$ nm) ou tétragonale ($a \sim 0.4$ nm et $c \sim 0.9$ nm) et d'autre part, d'une faible densité de précipités parallélépipédiques de tailles avoisinant 80 nm et de structure cubique à faces centrées avec un paramètre de maille ~ 0.42 nm.

Dans les aciers C, D et E, les précipités intragranulaires dont la taille est comprise entre 50 et 80 nm sont assimilés à des carbonitrides de titane faiblement substitués ou non avec du niobium dans le cas de l'acier E. Les précipités de plus petites tailles, de structure tétragonale ou cubique à faces centrées sont assimilés respectivement à des composés de type M_2X et MX (TOTH L.E. 1971). Dans l'acier C, ils correspondent vraisemblablement à des carbures de titane et dans l'acier E à des carbonitrides de niobium. Ces précipités sont formés pendant le laminage compte tenu de leurs répartitions fines et homogènes.

D.2 ETUDE DE LA ZONE AFFECTEE PAR LA CHALEUR ($\Delta t_{300}^{700} = 300 \text{ s}$)

D.2.1 Analyse des structures

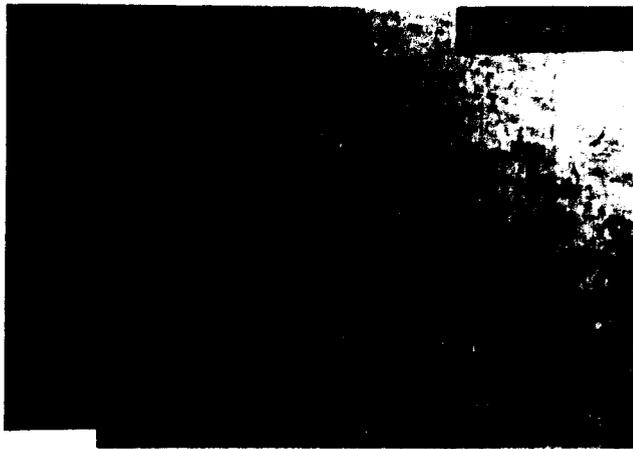
Les bases de la description des structures entreprises dans ce mémoire sont établies dans l'annexe II.

D.2.1.1 Microscopie optique

Les aciers présentent tous une structure de trempe intermédiaire dans la zone affectée par la chaleur. Les figures D.13, D.14 et D.15 sont typiques des structures observées.

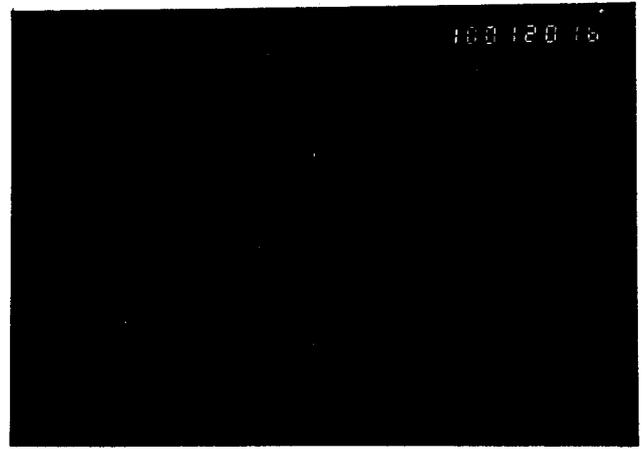
A l'échelle de la microscopie optique, les structures des aciers A, C et D, non microalliés au niobium, se composent d'un réseau de ferrite proeutectoïde à l'aplomb des anciens joints de grains austénitiques, et d'une phase de type bainitique caractérisée par une teneur non négligeable de constituants "M.A.C" sous forme d'îlots ou interlattes. Dans l'acier C, la phase bainitique est constituée d'une proportion importante de ferrite en lattes. Cette structure est moins fréquente dans les aciers A et D. Dans les 3 aciers, quelques plages de perlite apparaissent au contact du réseau de ferrite proeutectoïde. La taille moyenne des grains austénitiques, estimée à partir de la structure, est comprise entre 100 μm et 150 μm .

La structure de la zone affectée par la chaleur des aciers B et E, microalliés au niobium, est caractéristique d'une transformation à plus basse température. Dans ces nuances, la quantité de ferrite proeutectoïde est insuffisante pour décorer la totalité des anciens joints de grains austénitiques. La structure de type bainitique est composée essentiellement de lattes de ferrite avec des alignements de "M.A.C" interlattes. Les plages perlitiques sont rarement observées. La taille des grains austénitiques de l'acier E est homogène, voisine de celle des aciers A, C et D, et comprise entre 100 μm et 150 μm . La taille des grains austénitiques de l'acier B est au contraire hétérogène, elle peut atteindre plusieurs centaines de micromètre.

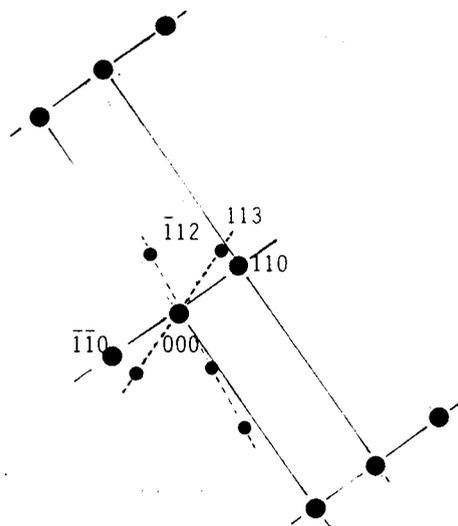


0.1 μm

Champ clair



Champ sombre centré sur
la tache $(1\bar{1}\bar{2})$ du précipité



- précipité
- matrice

Diagramme de diffraction électronique

Précipité structure tétragonale $a \sim .4 \text{ nm}$; $c \sim .9 \text{ nm}$



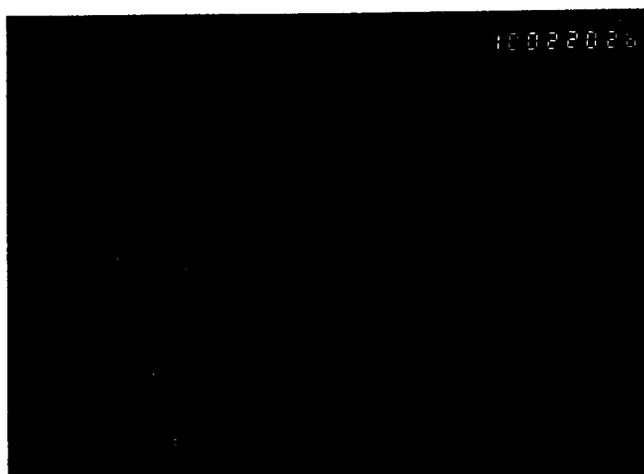
Figure D.10 : aspect de la précipitation intragranulaire
dans l'acier C



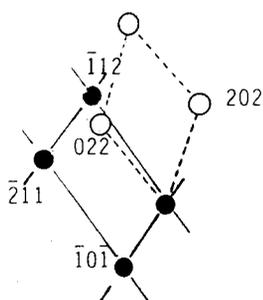
0.1 μm



Champ clair..



Champ sombre centré sur
la tache (202) du précipité



- matrice
- précipité

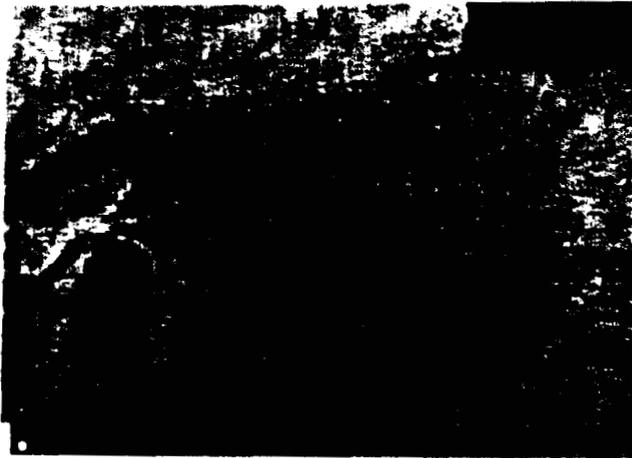


Diagramme de diffraction électronique

Précipité : structure C.F.C. $a \approx 0.42 \text{ nm}$ coupe $[\bar{1}\bar{1}1]$

Matrice : coupe $[\bar{1}\bar{3}1]$

Figure D.11 : précipité intragranulaire observé dans l'acier D



0.1 μm

Figure D.12 : Etat de la précipitation intragranulaire dans l'acier E.
Micrographie électronique sur lame mince.





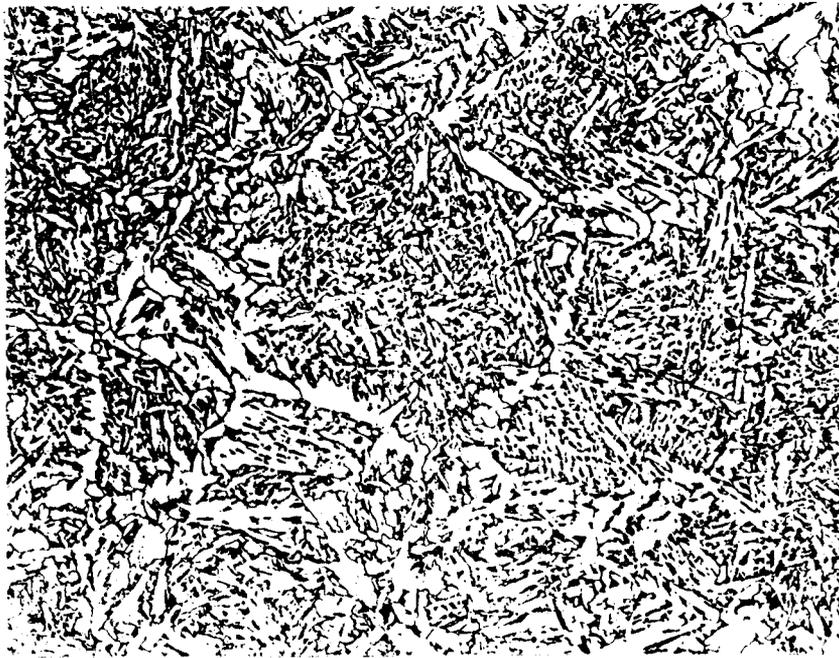
50 μm



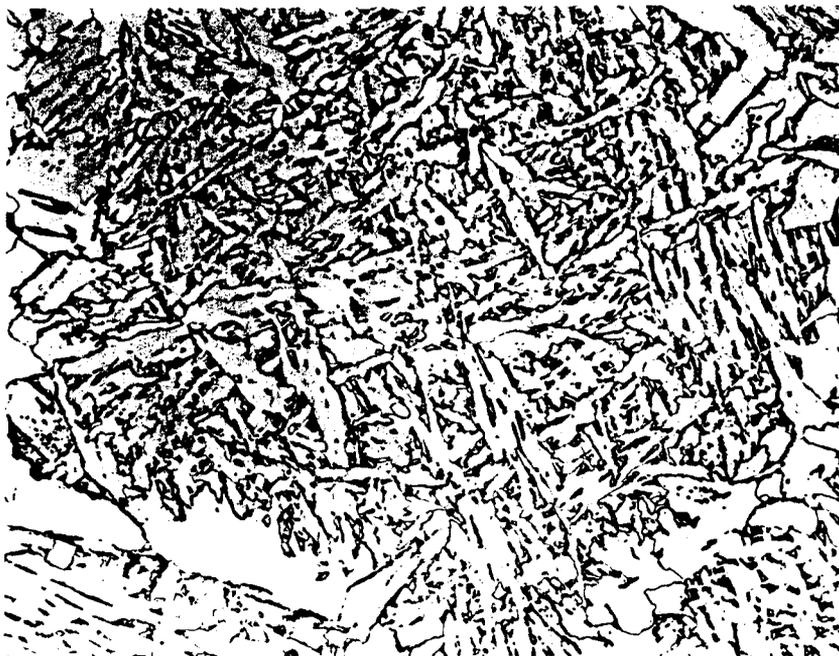
20 μm



Figure D 13 : structure de l'acier C après simulation de soudage
(attaque nital 2 %)



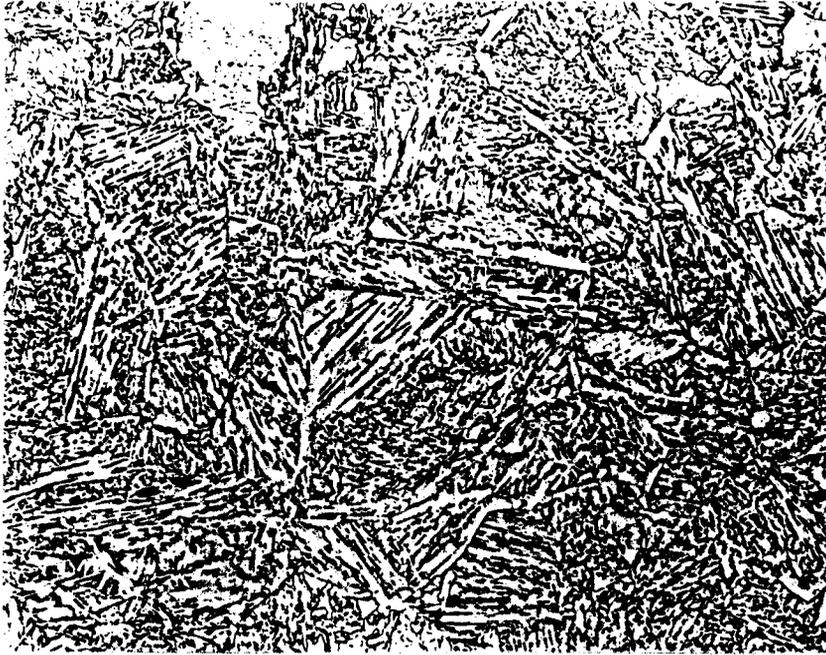
50 μm



20 μm

Figure D 14 : structure de l'acier D après simulation de soudage
(attaque nital 2 %)





50 μm



20 μm



Figure D 15 : structure de l'acier E après simulation de soudage
(attaque nital 2 %)

D.2.1.2 Microscopie électronique en transmission

Les observations structurales réalisées par microscopie électronique en transmission confirment les différences relevées par microscopie optique . Les figures D.16 et D.17 présentent des plages de ferrite aciculaire. Cette phase est le constituant principal des aciers A et D. Elle est composée de grains ferritiques de dimension maximale $5\ \mu\text{m}$ et de rapport de forme inférieure à 4. Ces aciers présentent par ailleurs des plages de type perlitique et de nombreux îlots de "M.A.C". Ce constituant sera étudié au chapitre D.2.4.

La figure D.18 est représentative de la structure des aciers B et E qui possèdent une structure totalement en lattes, de largeur voisine de $1\ \mu\text{m}$ et de longueur maximale supérieure à $50\ \mu\text{m}$, avec de nombreuses plages interlattes de constituant "M.A.C". La micrographie montre la trace de l'ancien joint de grains austénitiques dépourvu de ferrite proeutectoïde.

La structure de l'acier C est composée de ferrite en lattes et de ferrite aciculaire en proportion équivalente. Les deux types de structure contiennent des plages du constituant "M.A.C" de morphologies compatibles.

D.2.2 Etat de précipitation

D.2.2.1 Etat de précipitation intergranulaire

En raison de la sévérité du traitement thermique de simulation de soudage, les états de précipitation intergranulaire dans l'état normalisé et après simulation thermique de soudage ne peuvent être directement comparés.

Dans la zone affectée par la chaleur, les cinq aciers présentent des plaquettes de précipités dont la longueur est de l'ordre du micromètre. La figure D.19 illustre le cas d'un joint de grains fortement décoré. Le dépouillement des clichés de diffraction électronique assimile ces précipités à de la cémentite.

D.2.2.2 Etat de précipitation intragranulaire

Le cycle de simulation de soudage modifie l'état de précipitation intragranulaire des aciers.

Dans les cinq aciers, une faible proportion de cémentite précipite de manière intragranulaire.

Les nuances A, C, D et E présentent un état de précipitation intragranulaire à priori équivalent. Il est constitué d'une faible densité de précipités de forme parallélépipédique simple dont la longueur d'arête moyenne est de 45 nm, 80 nm, 60 nm et 80 nm respectivement dans les aciers A, C, D et E. Les figures D.20 à D.22 représentent la morphologie des précipités intragranulaires observés dans les aciers C, D et E. Les clichés de diffraction électronique montrent que ce type de précipité cristallise dans le système cubique à faces centrées avec un paramètre de maille voisin de 0.42 nm. La figure D.23 est un spectre d'analyse X d'un précipité de l'acier au niobium E. La taille du faisceau électronique, estimée à partir de la tache de contamination avoisine 200 nm. Le spectre, à caractère qualitatif, révèle la présence d'une forte proportion de titane et d'une faible teneur en niobium. Dans cet acier, tous les spectres obtenus sur les précipités confirment ce résultat.

La comparaison avec l'état de précipitation des aciers dans l'état normalisé confie une grande stabilité thermique à ces précipités. Cette stabilité et les résultats cristallographiques nous permettent d'assimiler ces précipités à des nitrures de titane, stables à haute température, substitués ou non par du carbone, ou du niobium dans l'acier E.

Après soudage, l'acier B ne présente pas de précipité intragranulaire dispersoïde. Dans les aciers C et E, les précipités de dimension inférieure à 10 nm, observés à l'état normalisé, ne sont plus présents dans la zone affectée par la chaleur. Ils sont remis en solution pendant le cycle de soudage. Ces observations, jointes à la connaissance des températures de mise en solution des précipités (chap. A.2.2), confirment l'hypothèse émise au chapitre D.1.2.3 qui assimile ces précipités à des carbures de titane dans l'acier C et à des carbonitrures de niobium substitués ou non par du titane dans les aciers B et E.



Figure D 16 : microstructure de l'acier A
après simulation de soudage
Micrographie électronique sur lame mince

M.A.C.

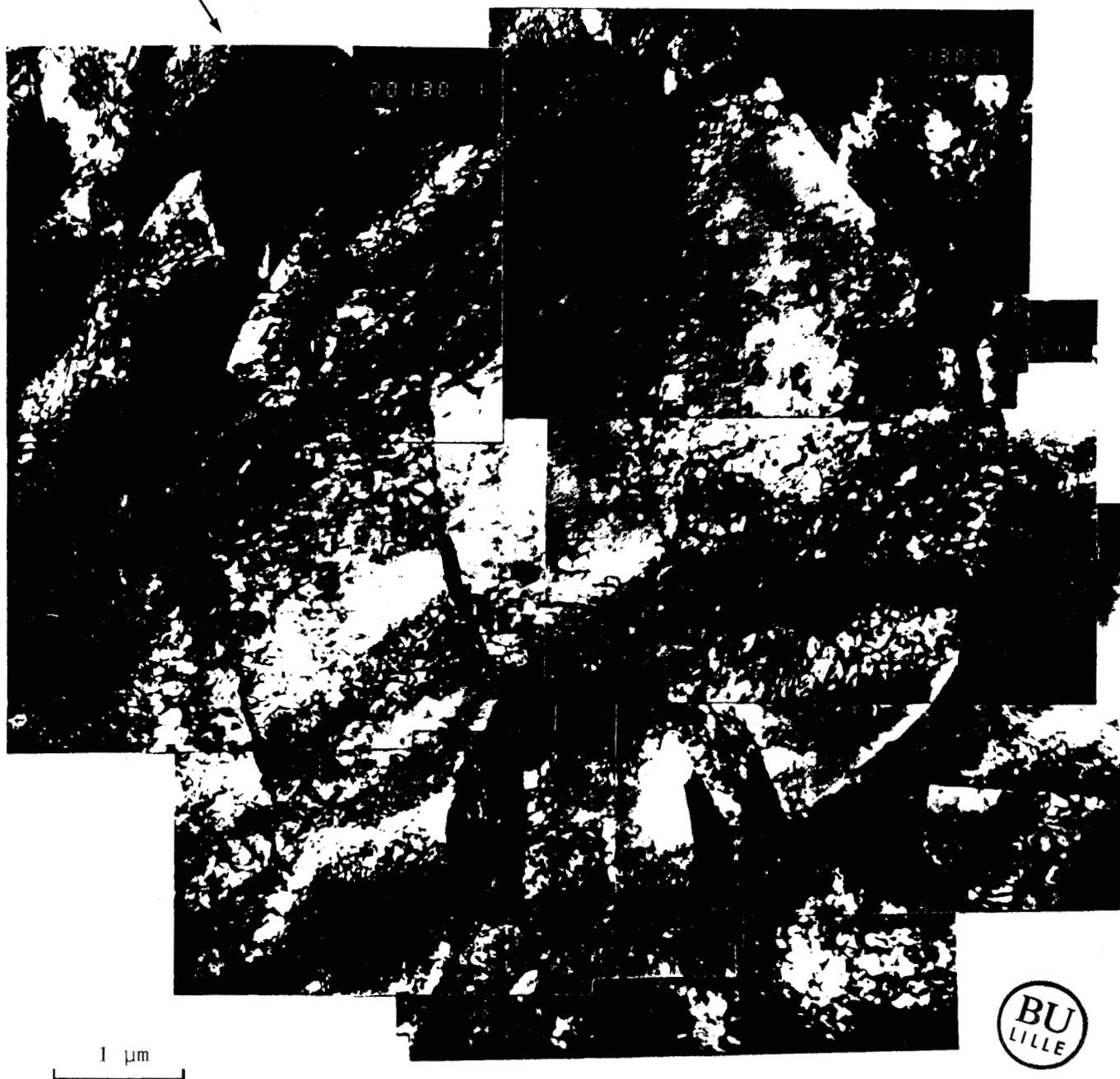
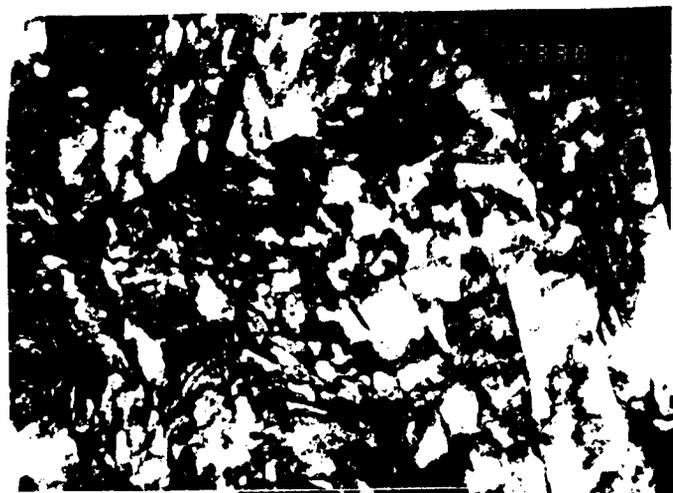


Figure D 17 : microstructure de l'acier C après simulation de soudage.
Morphologie de la ferrite aciculaire.
Micrographie électronique sur lame mince.



Traces du joint de grains austénitiques

M.A.C.



5 μm

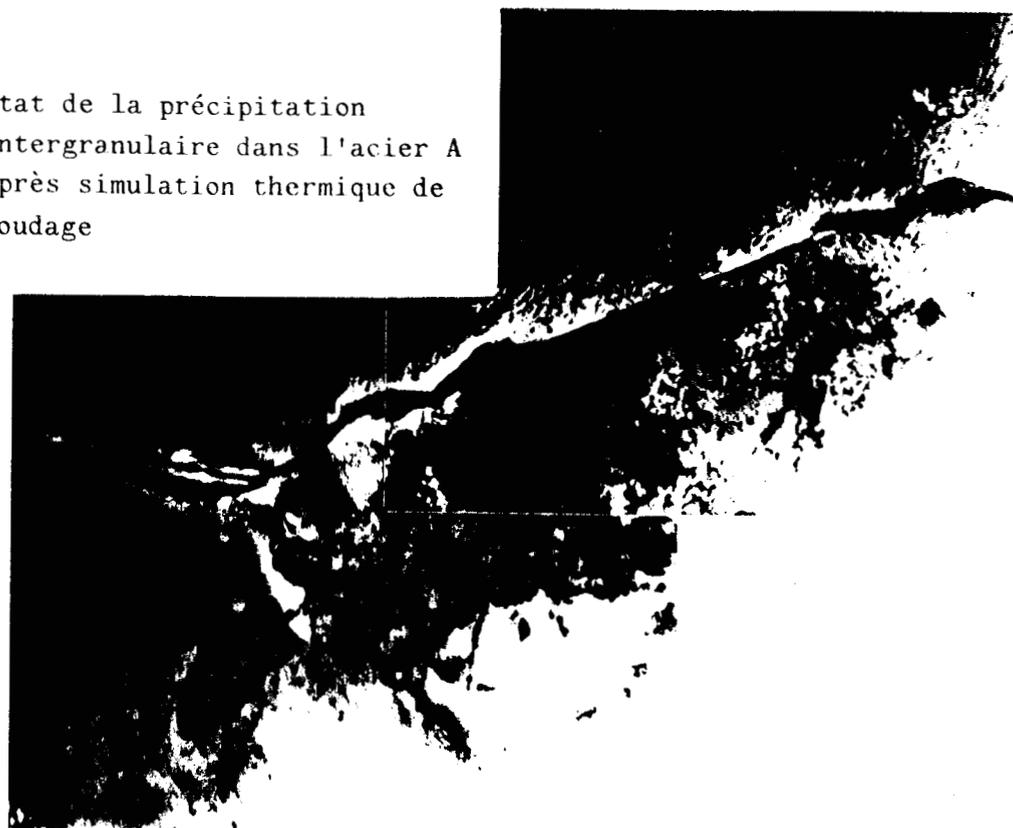
Figure D 18 : structure de l'acier E après simulation de soudage

Micrographie électronique sur lame mince



Figure D.19 : état de la précipitation intergranulaire dans l'acier A après simulation thermique de soudage

champ clair



0,2 μm

champ sombre

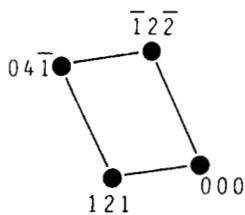
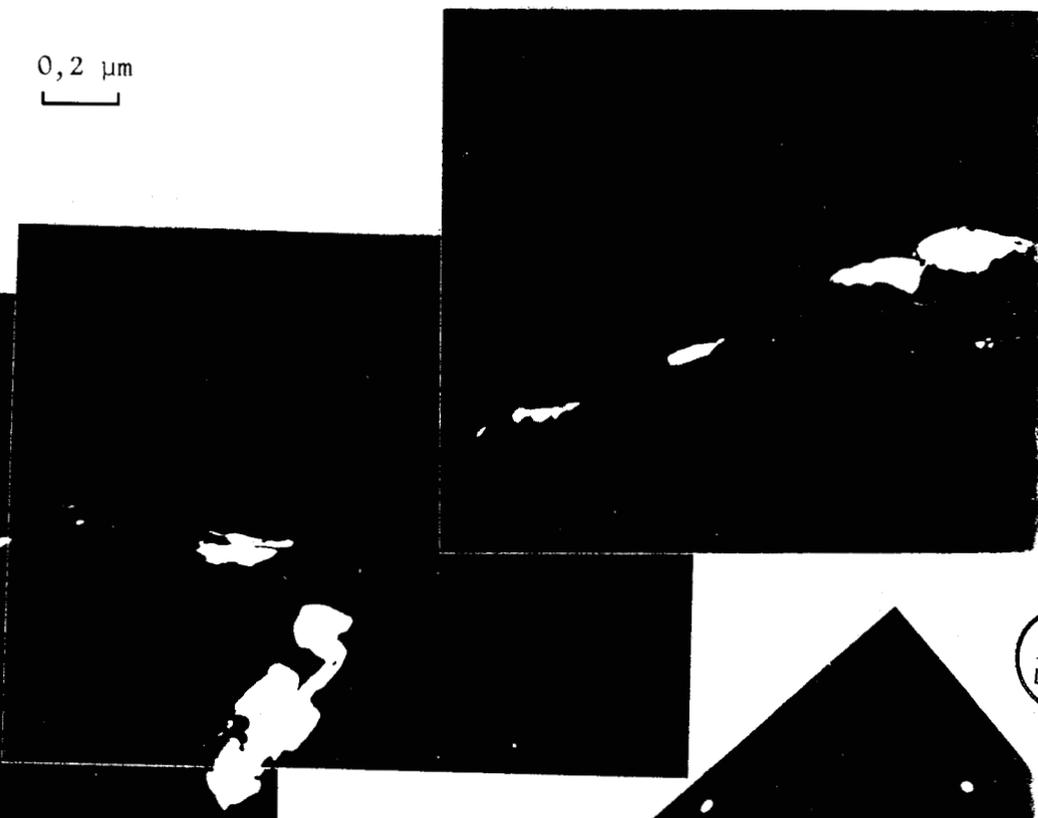


diagramme de diffraction électronique coupe $[\bar{6}14]$ de Fe_3C



0,5 μm

Champ clair

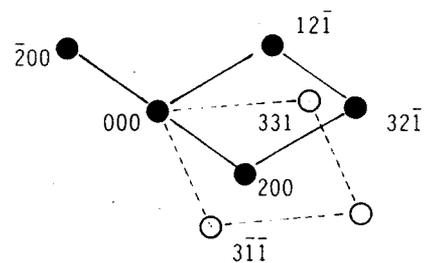
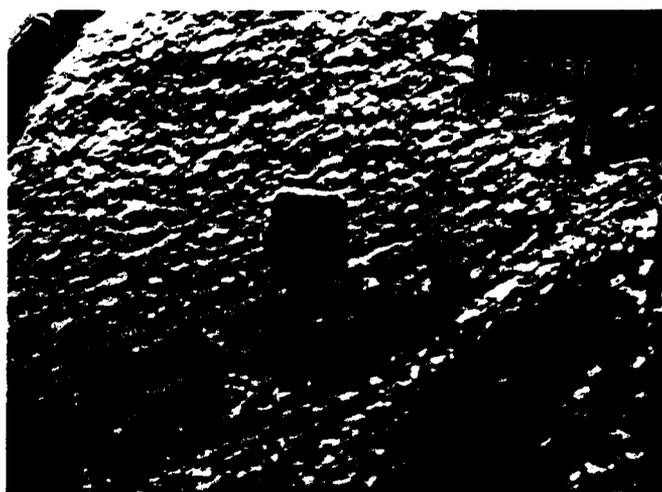


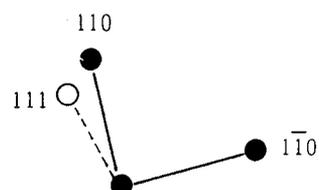
Diagramme de diffraction électronique

- précipité structure C.F.C.
a ~ 0.42 nm
coupe $[1\bar{3}6]$
- matrice coupe $[012]$



0.1 μm

champ clair



- précipité
- matrice

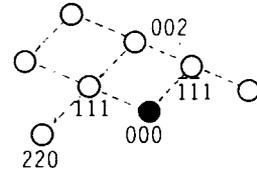


Figure D.20 : précipités intragranulaires dans l'acier C après simulation thermique de soudage

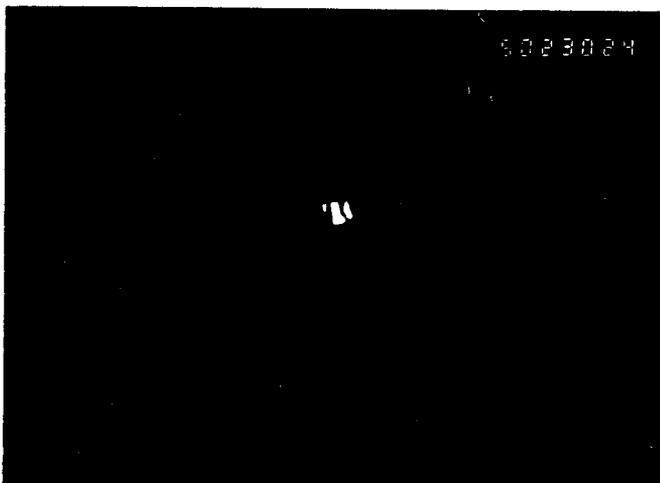


0.2 μm

Champ clair



Cliché de diffraction
 ○ Précipité : structure C.F.C.
 $a \sim 0.42 \text{ nm}$
 coupe $[\bar{1}10]$

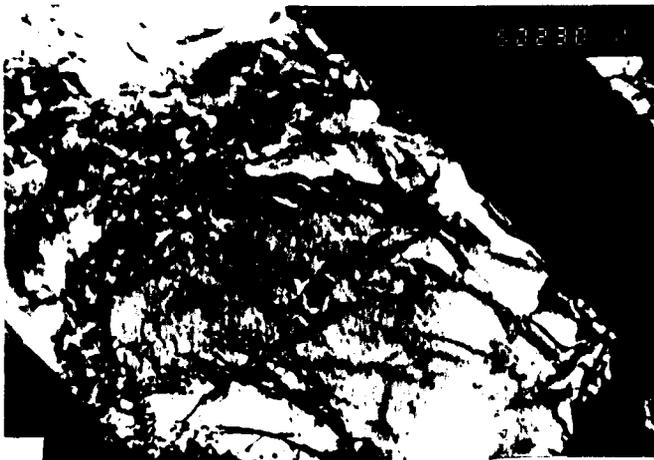


0.2 μm

Champ sombre centré sur
 la tache (111) du précipité

Figure D.21 a): précipité intragranulaire observé dans l'acier D
 après simulation thermique de soudage

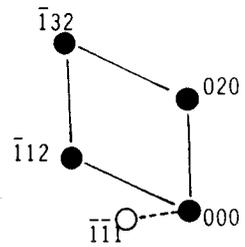




0.2 μm

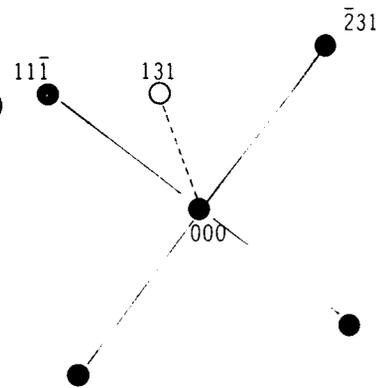
Champ clair $\tau = 23^\circ 5$

Figure D.21 b): précipité intragranulaire de structure C.F.C. ($a \sim 0.42 \text{ nm}$) observé dans l'acier D après simulation thermique de soudage



cliché de diffraction $\tau = 23^\circ 5$

● matrice : coupe [201]
○ précipité



cliché de diffraction $\tau = 7^\circ$

● matrice : coupe [415]
○ précipité





0.2 μm champ clair

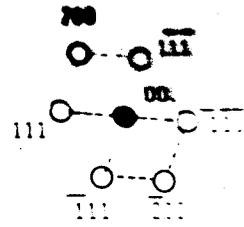


diagramme de diffraction
électronique

précipité de structure C.F.C
 $a \sim 0.42 \text{ nm}$
coupe $[0\bar{1}1]$

Figure D.22 : précipité intragranulaire observé dans l'acier E
après simulation thermique de soudage



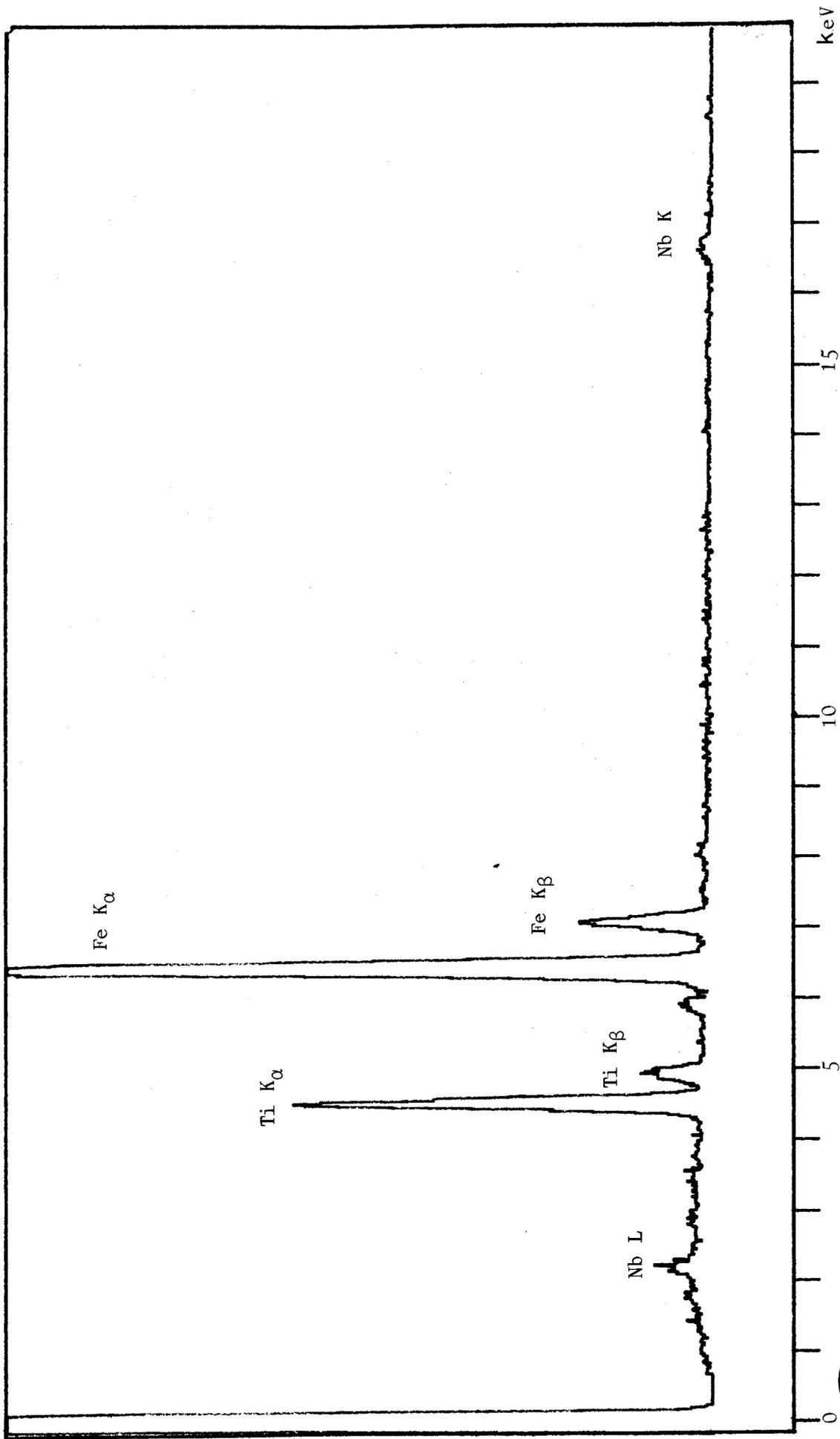


Figure D.23 · spectre Rayon X obtenu sur un précipité intragranulaire dans l'acier E après simulation de soudage.

D.2.2.3 Dosage des phases de l'azote

En complément de l'étude de l'état de précipitation, des dosages des phases de l'azote après simulation thermique de soudage ont été réalisés par voie chimique à la COMPAGNIE FRANCAISE DES ACIERS SPECIAUX, Usine des Dunes. Ils consistent à déterminer les teneurs en azote précipité " $[N]_p$ " et azote total " $[N]_t$ " dans la zone affectée par la chaleur. Les teneurs en azote en solution solide " $[N]_{s.s}$ " sont obtenues par différence. Les résultats sont reportés dans le tableau D.3. Ils sont comparés aux résultats de dosage obtenus sur des éprouvettes après normalisation.

Tableau D.3 : analyse pondérale ($10^{-3}\%$) des phases de l'azote dans les aciers à l'état normalisé et après simulation thermique de soudage.

	A		B		C		D		E	
	Nor	Zac								
$[N]_p$	5.0	2.4	8.4	4.5	3.1	2.1	3.9	1.4	2.9	0.9
$[N]_t$	5.2	*	8.8	*	3.2	*	4.0	*	3.1	*
$[N]_{s.s}$	0.2	2.8	0.4	4.3	0.1	1.1	0.1	2.6	0.2	2.2

* supposé identique à la teneur en azote total à l'état normalisé.

Après traitement thermique de normalisation, l'azote est entièrement précipité. Le traitement de simulation thermique de soudage conduit à une remise en solution d'une fraction de l'azote. Elle consiste, d'une part, en une mise en solution totale des précipités de nitrure d'aluminium et des carbonitrures de niobium, et d'autre part, en une dissolution partielle des précipités de nitrure de titane.

Les teneurs en titane en solution solide peuvent être approchées en faisant les approximations suivantes :

- l'azote est essentiellement précipité sous forme de niture de titane,
- les précipités de niture de titane sont stoechiométriques.

Ces conditions conduisent à la relation D.1 qui exprime la teneur en titane en solution solide " $[Ti]_{s.s}$ " en fonction des teneurs en titane total " $[Ti]_t$ " et azote précipité " $[N]_p$ ".

$$[Ti]_{s.s} = [Ti]_t - 3,4 \cdot [N]_p \quad (D.1)$$

Les teneurs en titane en solution solide calculées sont données dans le tableau D.4.

Tableau D.4 : teneur pondérale ($10^{-3}\%$) en titane total et en titane en solution solide après simulation thermique de soudage.

	A	B	C	D	E
$[Ti]_t$	14	14	20	10	13
$[Ti]_{s.s}$	5.8	0	12.9	5.2	9.9

Les teneurs en titane en solution solide expriment l'importante remise en solution des précipités dans tous les aciers. Il apparaît que, malgré le faible intervalle de temps passé à haute température, les précipités de nitrure de titane sont partiellement dissous. La figure D.24 exprime les teneurs $[Ti]_{s.s}$ en fonction des teneurs $[N]_{s.s}$ dans la zone affectée par la chaleur. Le produit de solubilité anisotherme $K_s^* = [Ti]_{s.s} \cdot [N]_{s.s}$ est constant, voisin de $15 \cdot 10^{-6}$, dans les 3 aciers non microalliés au niobium. K_s^* est équivalent au produit de solubilité du nitrure de titane établi en condition isotherme par KUNZE J. (1982) à la température $T = 1545^\circ K$ ($1273^\circ C$). Le produit de solubilité K_s^* du niture de titane dans l'acier E est supérieur, ce qui traduit une diminution de la stabilité des précipités de TiN avec la présence de niobium dans l'acier. La teneur élevée en azote total dans l'acier B, conduit à une grande imprécision dans le calcul de K_s^* , ce qui rend difficile toutes interprétations à partir de ce résultat.

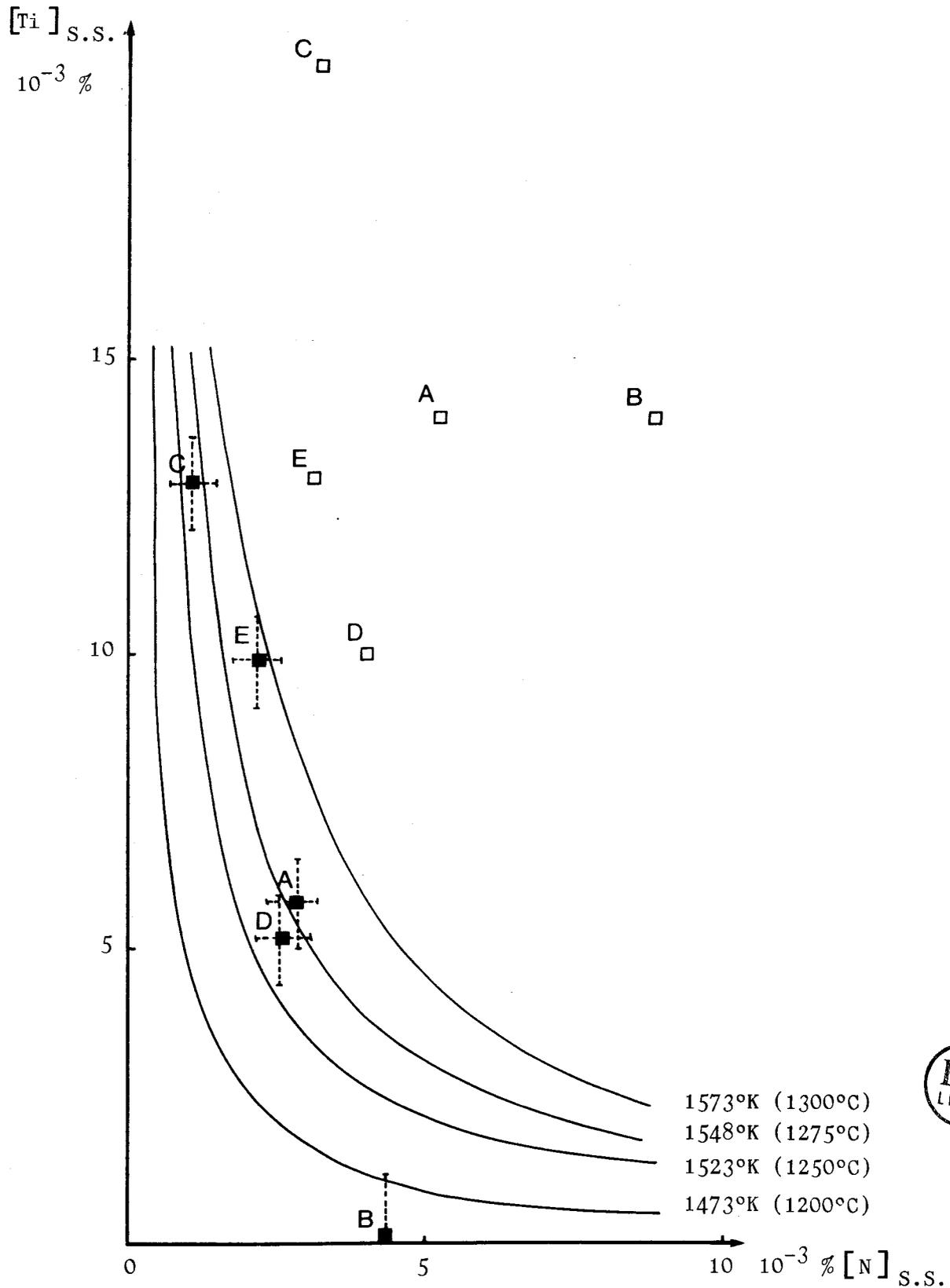


Figure D.24 : isotherme de solubilité du titane et de l'azote dans l'austénite d'après KUNZE J. (1982)

■ points expérimentaux obtenus en condition de soudage ($T_{max} = 1350^{\circ}C$, $\Delta t_{300}^{700} = 300$ s)

□ points représentatifs des teneurs en titane et azote totales des nuances

D.2.3 Cinétique de transformation en condition de soudage

Les différences structurales observées après simulation de soudage traduisent un écart de trempabilité entre les aciers, après auténitisation rapide à 1350°C. L'élaboration des diagrammes T.R.C en condition de soudage a été réalisée à l'I.R.S.I.D. Le cycle thermique, légèrement différent du cycle simulé, consiste en un chauffage rapide (100°C/s) jusqu'à 1350°C suivi d'un maintien de 3 s et d'un refroidissement contrôlé caractéristique d'une dissipation tridimensionnelle de la chaleur. Les points de transformation sont repérés à partir des courbes dilatométriques.

La figure D.25 rassemble les diagrammes T.R.C des aciers C, D et E. Les courbes établies en condition de soudage relient les températures de transformation repérées suivant l'axe des ordonnées au critère de refroidissement Δt_{300}^{700} représentés en abscisse.

A la vitesse de refroidissement appliquée dans cette étude ($\Delta t_{300}^{700} = 300$ s), une différence importante de comportement est remarquée entre les 3 aciers. Malgré la similitude des tailles de grains austénitiques, les aciers C et D, d'une part, et E, d'autre part, présentent des températures de début de transformation " T_d " respectivement égales à 690°C et 640°C. Cet écart de température de début de transformation explique que les aciers C et D présentent une teneur élevée en ferrite proeutectoïde, à la différence de l'acier E qui en contient une teneur très inférieure.

La température de fin de transformation " T_f " varie de même avec la nuance. La température T_f de l'acier D est proche de 540°C et supérieure de 40°C de celle des aciers C et E. Elle traduit, de manière indirecte la morphologie de la phase de type bainitique observée dans la structure des 3 aciers après simulation de soudage. Les aciers C et E se caractérisent par une basse température de fin de transformation et par une structure en lattes. L'acier D, dont la température de fin de transformation est plus élevée, contient au contraire une forte proportion de ferrite aciculaire.

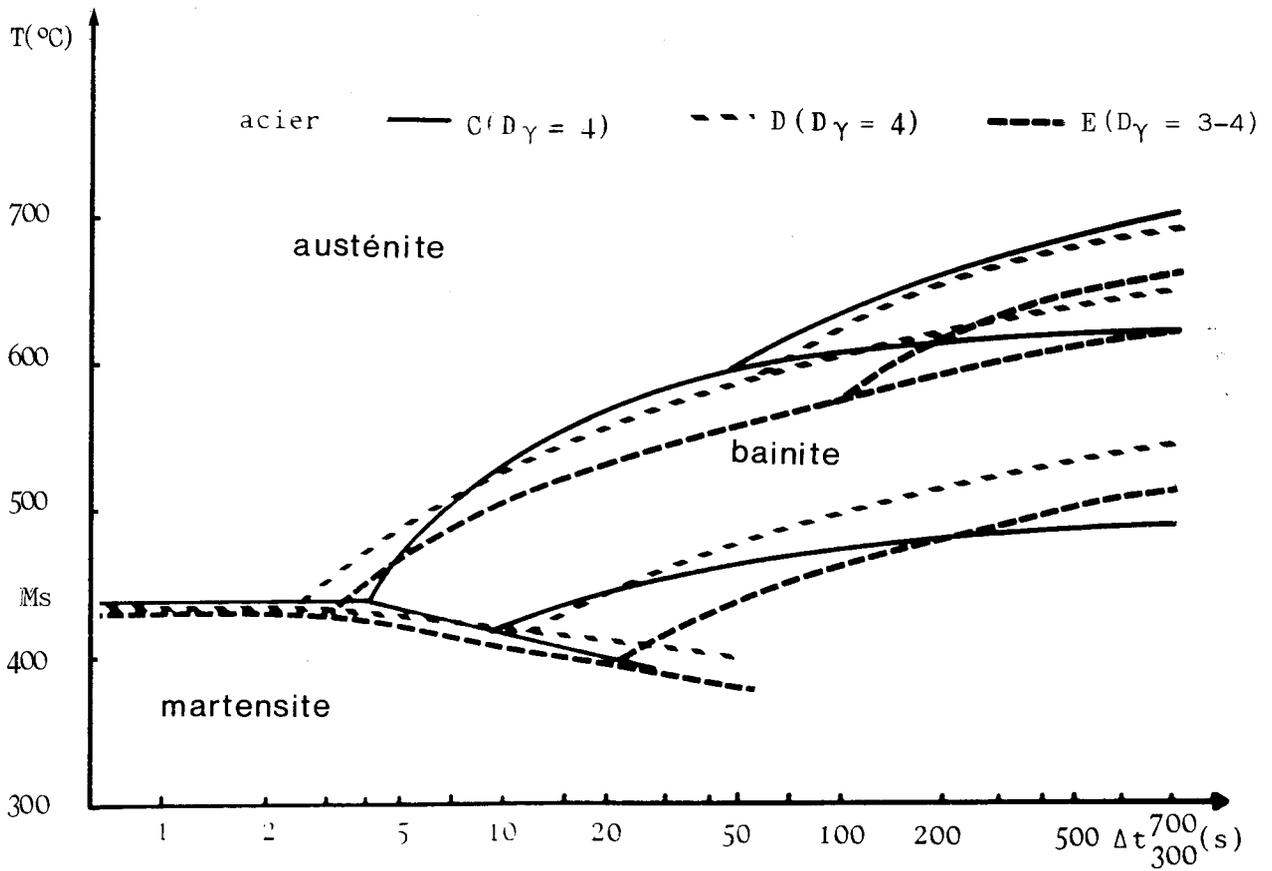


Figure D.25 : Diagrammes T.R.C. des aciers C, D et E établis en condition de soudage (T° max. 1350°C , maintien 3 s).



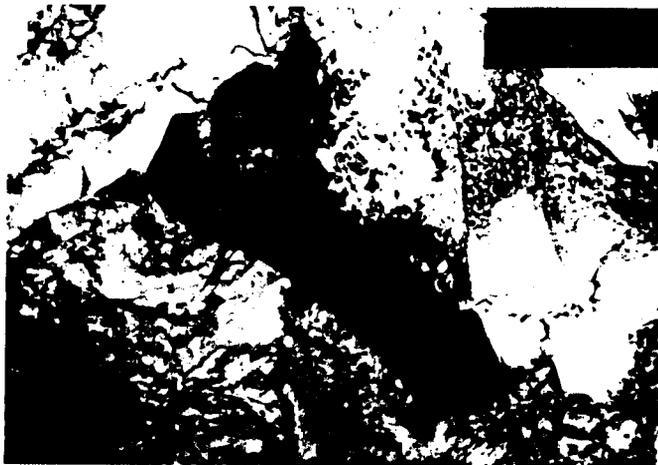
D.2.4 Etude de l'austénite retenue

Les observations de la zone affectée par la chaleur ont conclu à la présence dans la phase bainitique d'un constituant "Martensite - Austénite - Carbures" appelé "M.A.C". Ce constituant a primitivement été rapporté par HABRAKEN J.L. (1967) dans des aciers fortement alliés puis par BISS V. (1971), KASAMATSU Y. (1979), IRAWA H. (1980) et TENUA AZEVEDO A.L. (1978) dans des aciers analytiquement moins chargés. Sans préjuger ou non de l'influence du constituant "M.A.C" sur les propriétés mécaniques de la Z.A.C, il nous est apparu important de compléter l'étude structurale des aciers C, D et E par des investigations spécifiques visant à caractériser plus finement cette phase et à expliquer sa présence en relation avec le traitement thermique. Cet approfondissement est réalisé par microscopie électronique en transmission et par spectrométrie Mössbauer.

D.2.4.1 Microscopie électronique en transmission

La microscopie électronique en transmission révèle l'existence de zones sombres en champ clair dans la structure des aciers. La diffraction électronique identifie ces plages particulières de structure cubique à faces centrées et de paramètre de maille $a = 0.36 \text{ nm}$ à de l'austénite. La figure D 26 a), relative à l'acier D, représente un îlot d'austénite résiduelle de longueur $3 \mu\text{m}$ et de largeur $1 \mu\text{m}$. Cette morphologie massive est caractéristique des plages d'austénite résiduelle observées dans les aciers de structure ferritique aciculaire. Cet îlot est partiellement décomposé en ferrite plus carbure. La diffraction électronique vérifie les relations d'orientation de KURDJUMOV-SACHS entre les composants austénitiques et ferritiques du constituant "M.A.C". On observe également sur ce cliché la présence de tache du type $\{010\}$ de cémentite. Dans la ferrite en lattes, les plages d'austénite résiduelle se situent entre les lattes et présentent un rapport de forme, longueur sur largeur, très élevé. La figure D.26 b) présente une plage de constituant "M.A.C" transformée en agrégat de ferrite et de cémentite.

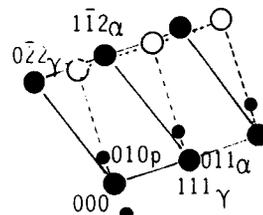
Les analyses réalisées par dispersion de longueur d'onde des rayons X sur lames minces ne décèlent aucun enrichissement de ces zones en éléments substitutionnels. La taille du faisceau utilisée pour cet examen, estimée à partir de la tache de contamination est proche de 200 nm .



(a)

1 μm

Constituant MAC dans l'acier D



● Ferrite

○ Austénite

● Cémentite

Diagramme de diffraction électronique

coupe_α [311]
coupe_γ [211]

$[311]_{\alpha} // [2\bar{1}\bar{1}]_{\gamma}$
 $(011)_{\alpha} // (111)_{\gamma}$



(b)

1 μm

Plages perlitiques interlattes dans l'acier E



Figure 26 : Aspects du constituant "MAC"
Micrographies électroniques sur lames minces

D.2.4.2 Spectrométrie Mössbauer

Les rudiments de spectrométrie Mössbauer nécessaires à la compréhension de ce paragraphe sont donnés en annexe III.

Les figures D.27, D.28, D.29 présentent les spectres Mössbauer des aciers C, D et E après simulation thermique de soudage. Ces spectres relatifs au ^{57}Fe sont obtenus à température ambiante par transmission. Deux gammes de vitesses sont utilisées : $\pm 9 \text{ mm.s}^{-1}$, $\pm 2 \text{ mm.s}^{-1}$. L'origine des vitesses correspond au centre du spectre du fer α .

Les échantillons consistent en de fines lames de section 100 mm^2 et d'épaisseur $40 \text{ }\mu\text{m}$. Malgré la faible quantité d'austénite, les spectres Mössbauer montrent clairement la présence de cette phase paramagnétique à température ambiante dont les pics sont voisins de la vitesse 0 mm.s^{-1} . Dans la gamme de vitesse $\pm 9 \text{ mm.s}^{-1}$, on observe nettement six groupes de pics dédoublés correspondant aux deux environnements 0^α et I^α de la ferrite, associés respectivement aux atomes de fer ayant 0 et 1 atome substitutionnel premier voisin. Le dépouillement numérique des spectres par une méthode de moindres carrés, suivant un programme de LE CAER G., conduit aux paramètres hyperfins, champ H et déplacements isomériques δ suivants :

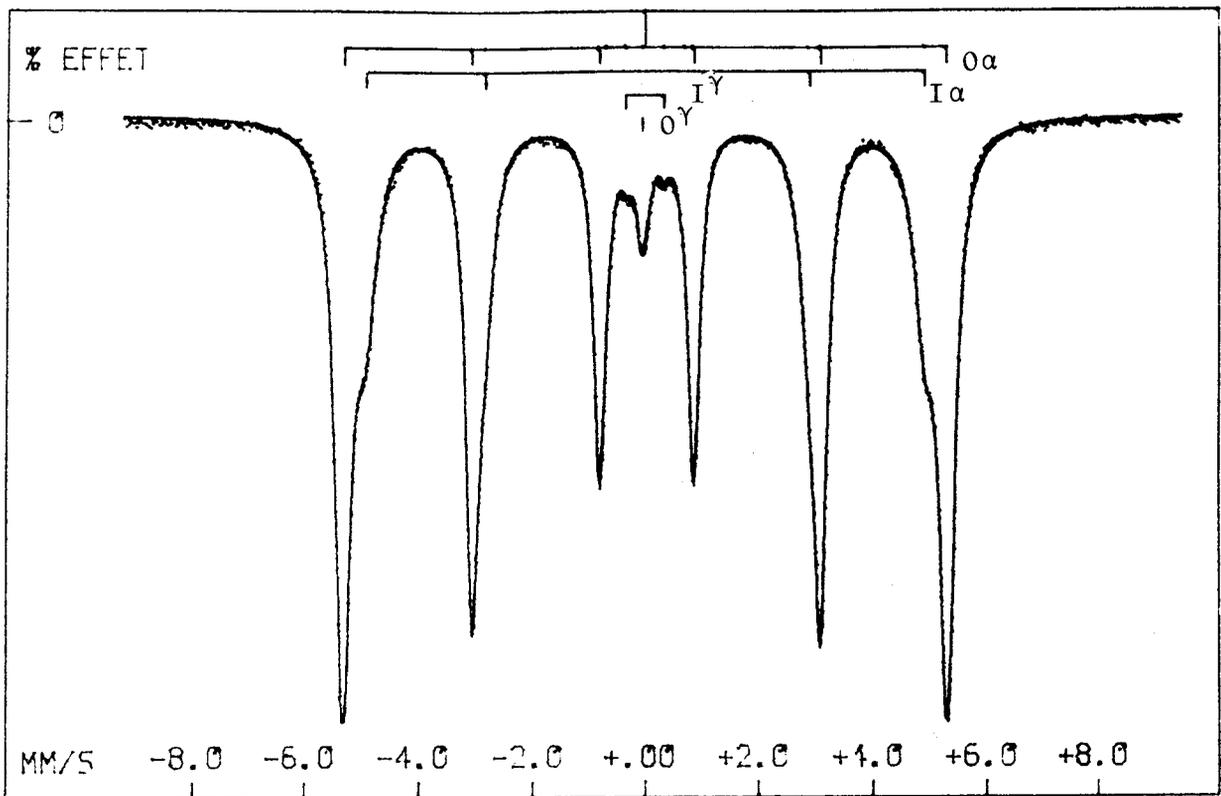
$$\text{site } 0^\alpha \quad H_0^\alpha = 332 \text{ kOe} \quad \delta_0^\alpha = 0 \quad \text{mm.s}^{-1}$$

$$\text{site } I^\alpha \quad H_I^\alpha = 307 \text{ kOe} \quad \delta_I^\alpha = 0.015 \text{ mm.s}^{-1}$$

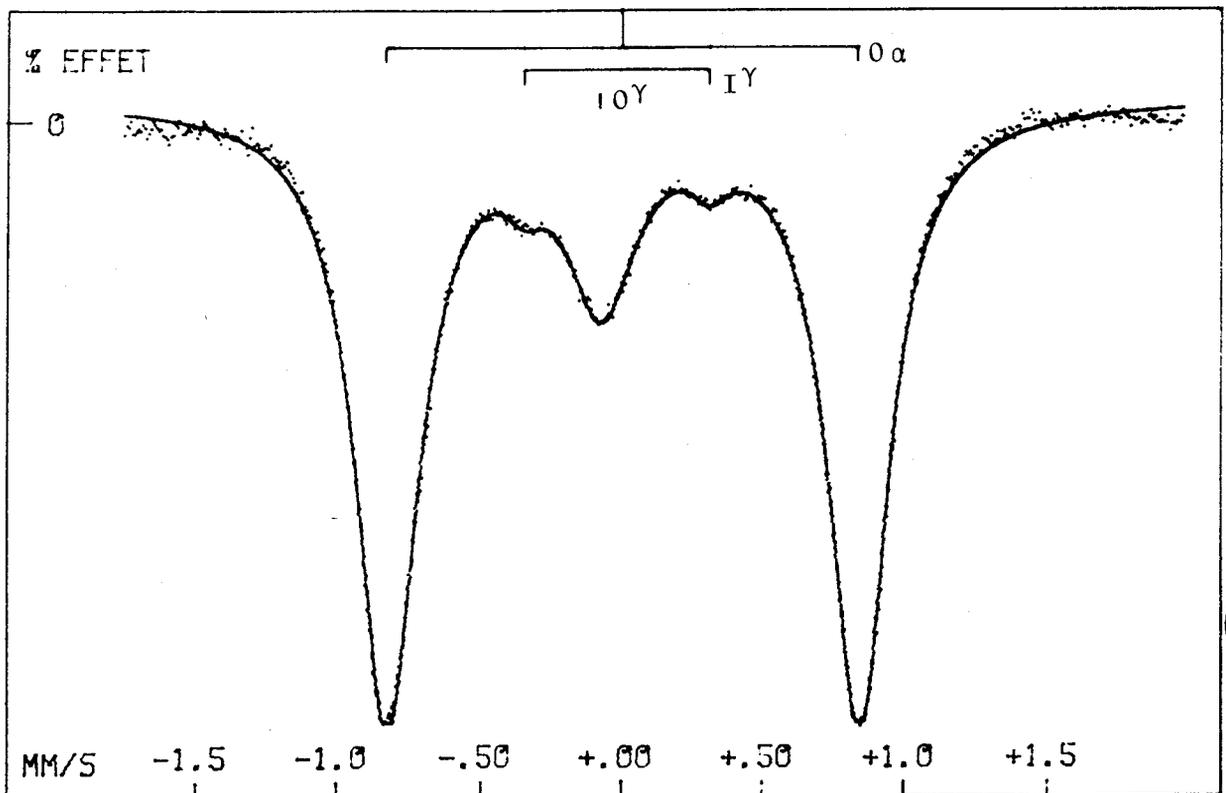
L'effet quadropolaire apparent est voisin de 0 mm.s^{-1} . Ces valeurs sont indépendantes de la nuance considérée. Les aires relatives des sites 0^α et I^α sont données dans le tableau D.5.

Tableau D.5 : aire relative (%) des sites 0^α et I^α de la ferrite.

	C	D	E
A_0^α	72.9	76.1	73.8
A_I^α	23.4	21.0	21.2

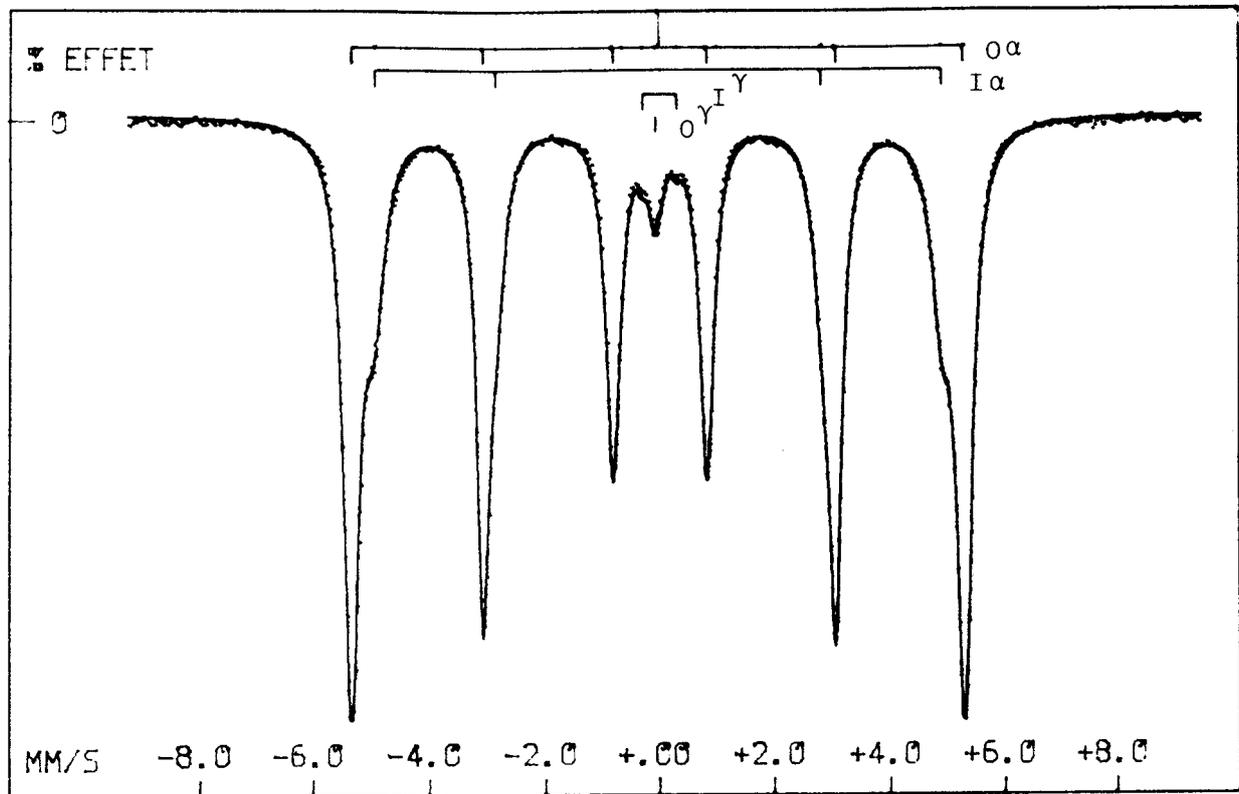


Gamme de vitesse : $\pm 9 \text{ mm s}^{-1}$

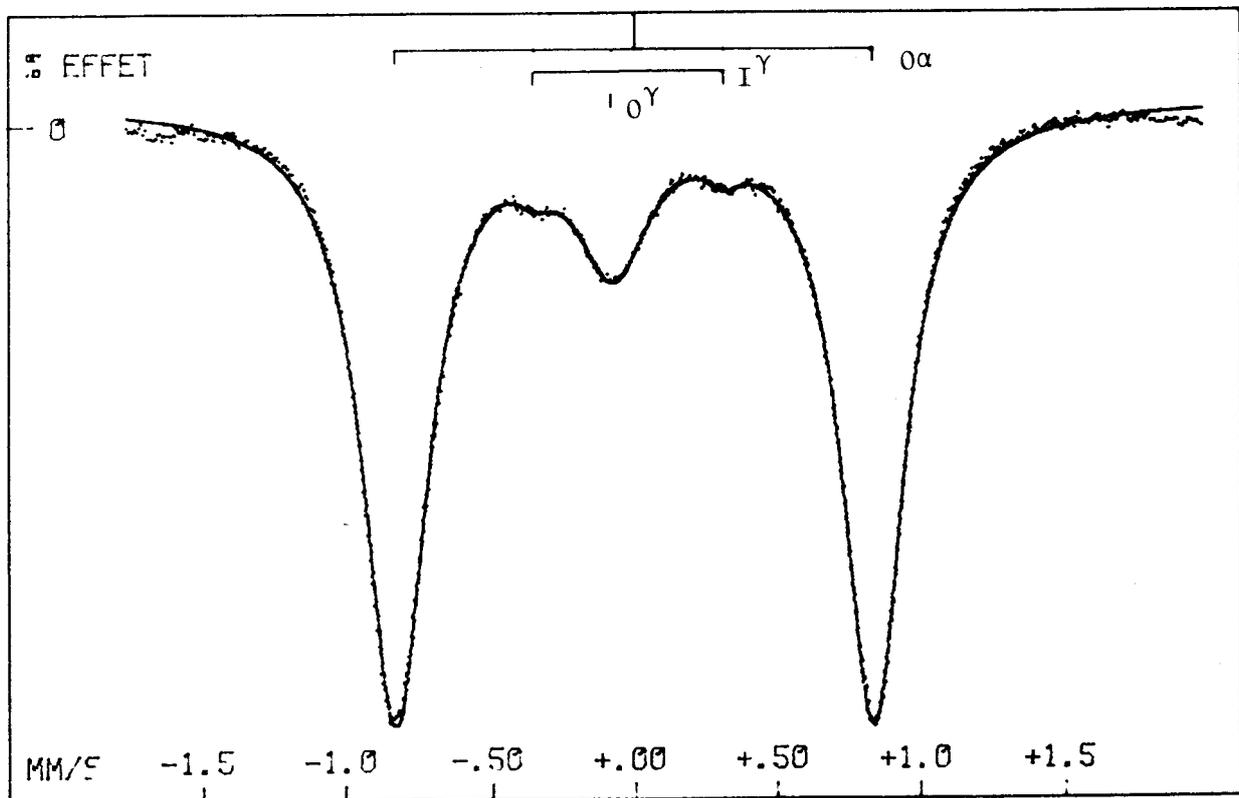


Gamme de vitesse : $\pm 2 \text{ mm s}^{-1}$

Figure D.27 : spectre Mössbauer à température ambiante de l'acier C après simulation thermique de soudage.

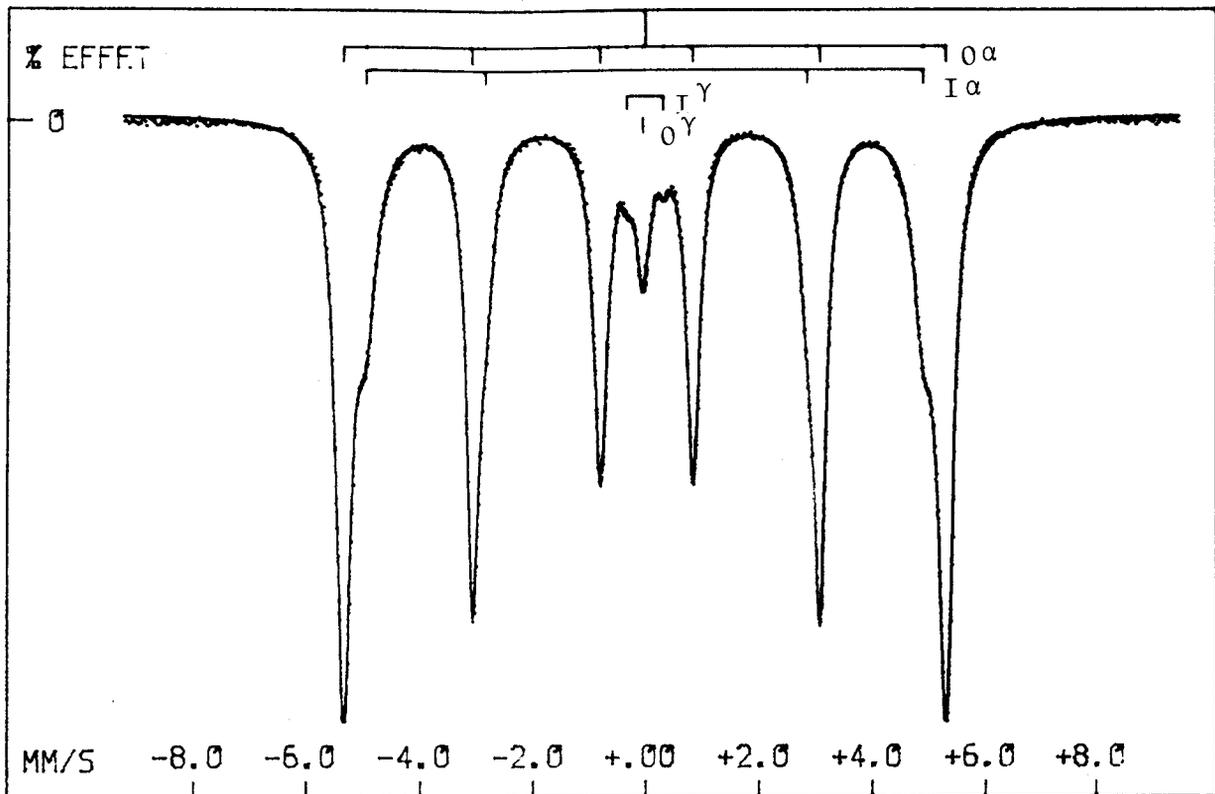


Gamme de vitesse : $\pm 9 \text{ mm s}^{-1}$

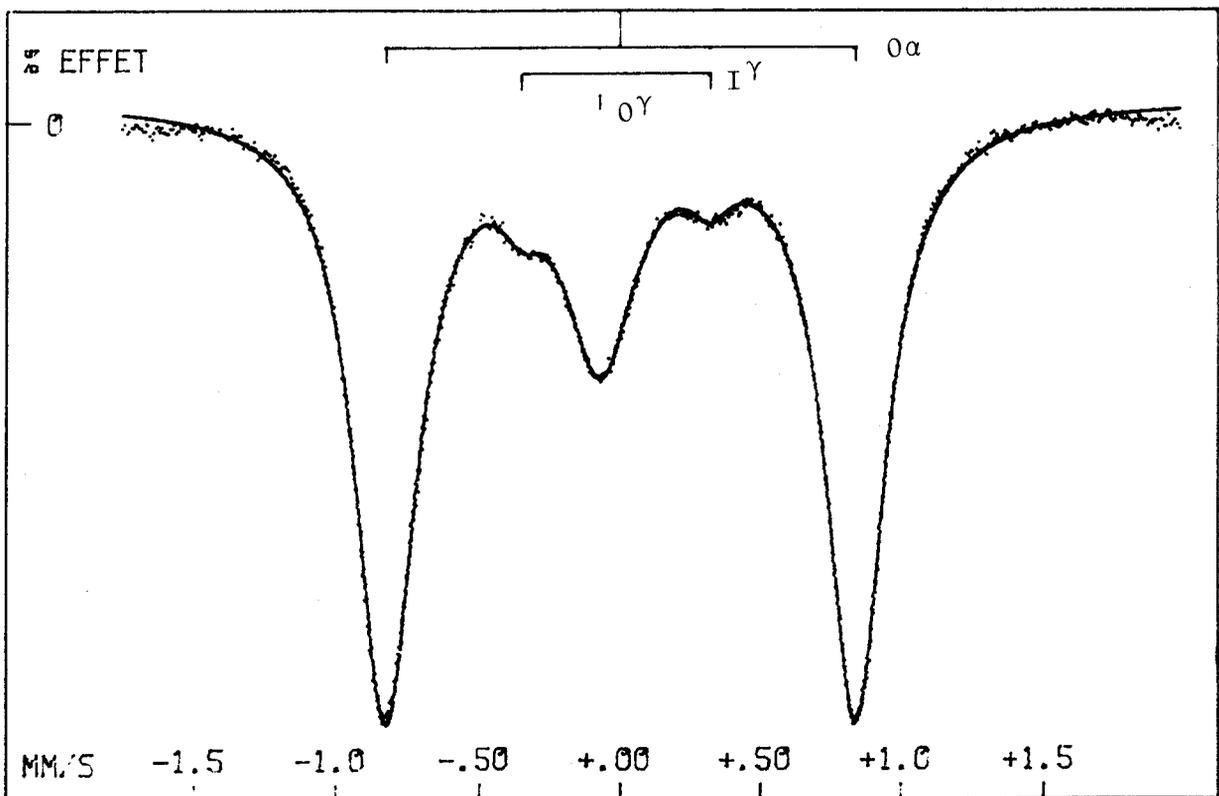


Gamme de vitesse : $\pm 2 \text{ mm s}^{-1}$

Figure D. 28 : spectre Mössbauer à température ambiante de l'acier D après simulation thermique de soudage



Gamme de vitesse : $\pm 9 \text{ mm s}^{-1}$



Gamme de vitesse : $\pm 2 \text{ mm s}^{-1}$

BU
LILLE

Figure D.29 : spectre Mössbauer à température ambiante de l'acier E après simulation thermique de soudage.

Les atomes substitutionnels de silicium et de manganèse sont les seuls à être considérés dans l'explication des abondances relatives des sites O^α et I^α car leurs influences sur le champ interne du fer sont voisines. Cette hypothèse est en accord avec l'abondance de I^α , voisine de huit fois la somme des concentrations atomiques de manganèse et de silicium.

Pour accroître la précision du dépouillement des pics relatifs à l'austénite, nous avons étudié des spectres réalisés dans la gamme de vitesse -2 mm.s^{-1} , $+ 2 \text{ mm.s}^{-1}$. Le spectre présente les deux pics centraux de la ferrite à $\pm 0.80 \text{ mm.s}^{-1}$ et les 3 pics de l'austénite. Les sites O^γ et I^γ de l'austénite sont caractérisés par les paramètres hyperfins déplacements isomériques δ et effets quadrupolaires Eq suivants :

$$\text{site } O^\gamma \quad \delta_O^\gamma = - 0.06 \text{ mm.s}^{-1} \quad Eq_O^\gamma = 0.00 \text{ mm.s}^{-1}$$

$$\text{site } I^\gamma \quad \delta_I^\gamma = - 0.02 \text{ mm.s}^{-1} \quad Eq_I^\gamma = 0.65 \text{ mm.s}^{-1}$$

Ces valeurs sont indépendantes de la nuance. Les aires relatives A des sites O^γ et I^γ sont données dans le tableau D.6.

Tableau D.6 : aire relative (%) des sites O^γ et I^γ

	C	D	E
A_O^γ	2.93	2.48	3.96
A_I^γ	0.74	0.44	0.97

Les environnements O^γ et I^γ de l'austénite correspondent respectivement à l'absence et à la présence d'un atome de carbone dans la sphère des sites interstitiels plus proches voisins du fer (CHRIST B.W. 1968). En faisant l'approximation de l'égalité des facteurs de Lamb - Mössbauer de la ferrite et de l'austénite, on peut assimiler les abondances relatives avec les aires relatives des sites d'austénite et de ferrite. Ceci donne accès à une estimation de la quantité d'austénite retenue dans la structure de la Z.A.C et à la teneur en sites interstitiels occupés "x" à partir de l'équation D.2.

$$A_I^\gamma = 6. x. (A_I^\gamma + A_O^\gamma) \quad (\text{D.2})$$

La teneur pondérale en carbone de l'austénite résiduelle $[C]_{\gamma}$ est calculée à partir de x en supposant l'austénite résiduelle exempte de tout élément alliage autre que le carbone. Les résultats sont reportés dans le tableau D.7.

Tableau D.7 : quantité d'austénite résiduelle et teneur pondérale en carbone exprimée en %.

	C	D	E
$A_I^{\gamma} + A_O^{\gamma}$	3.7	2.9	4.9
x	0.034	0.025	0.032
$[C]_{\gamma}$	0.7	0.5	0.7

Compte tenu du non respect des conditions d'application de l'absorbeur mince, les teneurs en austénite résiduelle sont obtenues par excès. Cet inconvénient est mineur dans le cas présent de mesure comparative. Dans les 3 aciers, les teneurs en austénite résiduelle varient du simple au double. Les teneurs moyennes en carbone de l'austénite sont très supérieures à celles de l'acier de base et l'on observe que $[C]_{\gamma}$ de l'acier D est inférieure à celle des aciers C et E.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES CITEES DANS LE CHAPITRE D

- **BISS V., CRYDERMAN R.L.**

"Martensite and Retained Austenite in Hot-Rolled Low Carbon Bainitic Steels"
Met. trans, Vol 2, 8, 71, (2267 - 2276)

- **CHRIST B.W., GILES P.M.**

"On the Detection of Retained Austenite in High Carbon Steels by ⁵⁷ Fe
Mössbauer Spectroscopy"

Trans. Met. Soc of AIME, Vol 242, sept 1968, (1915 - 1925)

- **HABRAKEN L.J., ECONOMOPOULOS M.**

"Bainitic Microstructures in Low-Carbon Alloy Steels and their Mechanical
Properties"

Symposium "Transformation and Hardenability in steels", Climax Molybdenum,
Ann Arbor, 1967, (69, 108)

- a) **HENRIET D., DE GELIS P., BERNERON R.**

"application de la spectrométrie d'émission à source plasma à l'analyse,
dans les aciers, des phases précipités et isolées par voie électrochimique".

Mem. et Etudes Scient. Rev. de Met., fev 1983, (73,77)

- b) **HENRIET D., DE GELIS P.**

"Mise au point d'une méthode de séparation, d'identification et d'analyse
des inclusions dans les aciers".

Rapport IRSID. RE 984, 1983.

- **IKAWA H., OSHIGE H., TANOUE T.**

"Effect of Martensite Austenite Constituent on H.A.Z toughness of a High
Strength Steel"

Trans. of Japan Welding Society, Vol 11, n° 2, oct 1980, (3, 12)

- **KASAMATSU Y., TAKASHIMA S., HOSOYA T.**

"Influence of Martensite - Austenite Constituent on Toughness of H.A.Z of High Strength Weldable Structural Steels"

J.I.S.I.J, 65, 1979, (92-101)

- **KUNZE J.**

"Solubility Product of Titanium Nitride in Iron"

Met. Science, Vol 16, avril 82, (217 - 218)

- **LE CAER G.**

Communication privée

- **TAILLARD R., FOCT J.**

"Etude microstructurale par microscopie électronique en transmission de tôles fortes en acier peu allié de résilience connue"

Rapport interne U.S.T.L. Lab. Mét. Phys. Juin 1983.

- **TENUTA AZEVEDO A.L., GALVAO DA SILVA E.**

"Mössbauer Study of Retained Austenite in a Low C Low Alloy Steel"

Scripta Metallurgica, Vol 12, 1978, (113 - 117)

- **TOTH L.E.**

"Transition Metal Carbides and Nitrides"

Academic Press, New York and London, 1971



Chapitre E. DISCUSSION DES RESULTATS

Dans ce chapitre, nous tenterons d'établir une relation entre les propriétés de résilience de la zone affectée par la chaleur des cinq aciers et leurs analyses chimiques, à savoir, principalement, leurs teneurs en titane, niobium et azote. Le lien entre la résilience de la Z.A.C et la composition des aciers est réalisé en deux parties articulées autour de l'analyse structurale des nuances après soudage.

E.1 RELATION ENTRE LES TENEURS EN ELEMENTS DE MICROALLIAGE ET LA STRUCTURE DE LA ZONE AFFECTEE PAR LA CHALEUR

E.1.1 Considérations sur l'état de précipitation intragranulaire à l'état normalisé

Analytiquement, les cinq nuances varient essentiellement par leurs teneurs en titane, niobium et azote. Après laminage et recuit de normalisation, leurs microstructures sont sensiblement équivalentes et de type ferrito-perlitique. Elles diffèrent surtout par leurs états de précipitation intragranulaire.

L'acier B est le seul à contenir des précipités de tailles supérieures à 40 nm, de structure hexagonale, par opposition aux autres nuances dans lesquelles les précipités de tailles équivalentes sont de structure cubique à faces centrées. Cette différence semble résulter de la substitution du titane par l'aluminium dans les précipités de nitrure de titane. Les brames sont réchauffées avant laminage, pendant plusieurs heures, à une température " T_r " comprise entre 1473° K (1200°C) et 1523° K (1250°C). Ce traitement thermique s'accompagne d'une importante remise en solution des précipités de type dispersoïde.

Le tableau E.1 rassemble les températures de remise en solution théorique " T_s ", des principaux carbures et nitrures susceptibles d'être présents dans les aciers. Ces températures sont déduites de l'application des relations données dans le chapitre A.2.2.

Tableau E.1 : Température théorique (°K) de remise en solution " T_s " des carbures et nitrures dans les aciers.

précipité	référence	ACIER				
		A	B	C	D	E
Nb C ^{.87}	1	-	1355	-	-	1339
Nb N ^{.87}	1	-	1299	-	-	1186
TiC	2	1356	1326	1373	1311	1336
TiN	3	1640	1700	1645	1615	1613
AlN	4	1405	1520	1422	1405	1393

1 SHARMA R.C et al, Met. Trans, 1984, 15 A (545 - 553)

2 DESALOS Y., rapport IRSID RI 662, 2, 1977

3 KUNZE J., Met. Science, 1982, 16, (217 - 218)

4 LESLIE W.C et al, Trans ASM, 46, 1954, (1470 - 1497)



Dans les aciers A, C, D et E, les écarts entre les températures T_r et T_s concluent à la seule présence de précipités de nitrure de titane de structure cubique à faces centrées dans les brames avant laminage. Dans l'acier B, le faible écart entre T_r et T_s pour le nitrure d'aluminium rend vraisemblable la précipitation du titane et de l'aluminium sous forme de nitrures mixtes avant laminage. Ce résultat peut expliquer que la structure cristallographique des précipités dans l'acier B soit proche de celle du nitrure d'aluminium ou de précipités de type M_2X (voir § D.1.2.3).

Cette hypothèse relative aux influences de la teneur en aluminium et de la température de réchauffage des brames sur l'état de précipitation du nitrure de titane est originale. Notre interprétation est compatible avec quelques résultats récents. LOBERG B. (1984) et STRID J. (1985) rapportent la présence d'aluminium et de vanadium en substitution dans des précipités de nitrure de titane contenus dans des aciers de composition équivalente. Les teneurs en aluminium peuvent atteindre 10 at % dans les précipités. L'influence de la température de réchauffage sur le taux de substitution des précipités de nitrure de titane a par ailleurs été mise en évidence par HOUGHTON D.C. (1982), WOODFIELD A.J (1983) et SUZUKI S. (1987). Ces auteurs ont établi que la teneur en niobium substitutionnel croît quand la température de réchauffage diminue.

Les diagrammes de diffraction des rayons X sur résidus révèlent que dans l'acier E, les précipités de nitrure de titane sont substitués par du niobium et/ou du carbone. Le paramètre de maille a des précipités est alors égal à 0,426 nm. L'utilisation de la courbe présentée sur la figure A.23 permet d'estimer la teneur en niobium dans les précipités de nitrure de titane qui est proche de 6 at %.

Les aciers C, d'une part et, B et E, d'autre part, se caractérisent par une précipitation homogène de particules de tailles inférieures à 10 nm respectivement de carbure de titane et de carbonitrure de niobium. Ces précipités apparaissent au cours du traitement thermomécanique de laminage. Dans l'acier C, cette interprétation résulte de la surstoechiométrie en titane, jointe à l'écart entre les températures de réchauffage et de remise en solution du carbure de titane dont il découle la présence de titane en solution solide dans l'austénite. Dans les aciers B et E, elle provient de la présence de niobium en solution solide. La précipitation dynamique de ces 2 éléments a effectivement été constatée par JONAS J.J (1979) et AKBEN M.G (1984).

En conclusion, l'état de précipitation est conditionné par l'analyse et l'histoire thermomécanique de l'acier. Le prochain paragraphe considère l'influence du cycle thermique de soudage sur l'état de précipitation.

E.1.2 Influence du cycle thermique de soudage sur l'état de précipitation

Le cycle thermique de soudage, décrit au paragraphe B.3.1 consiste en un chauffage rapide à une vitesse voisine de $500^{\circ}\text{C s}^{-1}$, sans maintien à haute température, suivi d'un refroidissement contrôlé. Au cours de ce traitement thermique, la remise en solution des précipités est contrôlée par des mécanismes de diffusion en condition anisotherme. Il apparaît ainsi impossible d'utiliser directement les relations exprimant le produit de solubilité en condition isotherme pour déterminer la nature des phases présentes à haute température. Les travaux réalisés par ASHBY M.F (1982) et EASTERLING K.(1983), introduits dans le chapitre A.2.2. permettent cependant d'approcher le problème.

Afin de nous affranchir de la détermination expérimentale, pour le moins délicate, du couple (t^*, T^*) nécessaire à la remise en solution des précipités, nous calculons le volume de remise en solution " v_r " à chaque instant du cycle thermique. Cette détermination est réalisée par intégration numérique du parcours quadratique moyen r^2 au cours du cycle thermique de soudage. r^2 est défini par la relation E.1.

$$r^2 = \int_0^t D(t) \cdot dt \quad (\text{E.1})$$

avec $D = D_0 \cdot \exp\left(-\frac{Q}{R \cdot T}\right)$

Dans cette formule, t et D expriment respectivement le temps et le coefficient de diffusion fonction de la température, donc du temps en condition anisotherme. D_0 est le facteur de fréquence, Q , l'énergie d'activation, T la température en $^{\circ}\text{K}$ et R , la constante des gaz parfaits.

Le modèle repose par ailleurs sur la définition du produit de solubilité anisotherme adoptée par EASTERLING K.E (1983), ASHBY M.F (1982) et STRID J. (1985).

Le produit de solubilité à l'état d'équilibre du composé MX_λ est défini par la relation (A.20).

$$\text{Log } [M] \cdot [X]^\lambda = A - \frac{B}{T}$$

En condition anisotherme, le volume de dissolution est contrôlé par la diffusion des éléments. Ce volume peut être assimilé en première approximation à une sphère de rayon " r " où r est le parcours quadratique moyen défini par la relation E.1.

La fraction volumique " F_i " occupée par l'élément i issu de la dissolution des précipités à un instant t donné s'écrit :

$$\text{si } r < 1, \quad F_i = \frac{r^3}{l^3}$$

$$\text{si } r > 1, \quad F_i = 1$$

$2.l$ est la distance moyenne entre précipités

Le produit de solubilité en condition anisotherme s'exprime alors par la relation (A.24)

$$\text{Log} \left(\frac{[M]}{F_M} \cdot \left(\frac{[X]}{F_X} \right)^\lambda \right) = A - \frac{B}{T_a}$$

avec T_a : température de remise en solution en condition anisotherme.

Au cours du cycle, la température T_a est calculée à chaque instant t et comparée à la température " T " de l'échantillon. On distingue deux types de cycles :

- Les cycles thermiques où la condition $T_a < T$ est satisfaite provoquent la remise en solution des précipités.

- Les cycles thermiques où la condition $T_a < T$ n'est jamais satisfaite, conduisent à une remise en solution partielle des précipités.

La figure E.1 représente les limites de séparation entre les deux types de comportement dans le repère énergie de soudage, température maximale atteinte au cours du cycle. Les courbes sont établies pour des précipités de carbure de niobium, carbure de titane et nitrure de titane pour le cas des aciers A, C, D et E. Les courbes TiN 1 et TiN 2 ne correspondent pas à un acier étudié dans ce travail.

Les paramètres utilisés dans le calcul sont repris dans le tableau E.2.

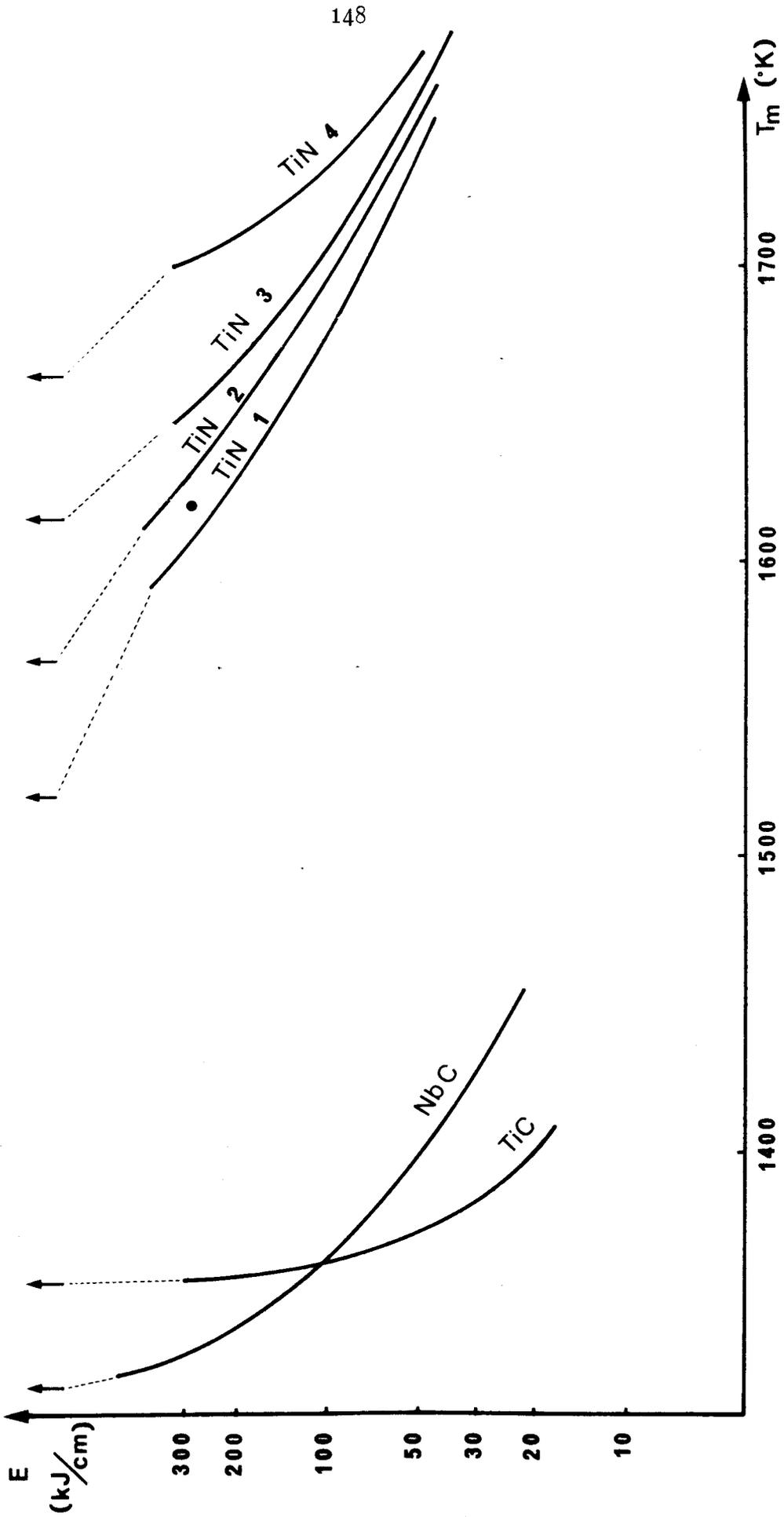


Figure E.1 : influence du cycle de soudage sur la remise en solution des précipités

Nb.C $K_S = 54 \cdot 10^{-4}$; TiC $K_S = 11 \cdot 10^{-4}$; TiN $k_{S1} = 10 \cdot 10^{-6}$; $K_{S2} = 20 \cdot 10^{-6}$; $K_{S3} = 40 \cdot 10^{-6}$; $K_{S4} = 75 \cdot 10^{-6}$

↑ température théorique de remise en solution ; • point représentatif du cycle de soudage



Tableau E.2 : paramètres utilisés pour l'établissement des courbes de la figure E.1

PRECIPITE	NbC	TiC	TiN 3	TiN 4
nuance considérée	acier E	acier C	acier D	acier A
(M) (X) ^{λ*}	(0.04) (0.01). ⁸⁷	(0.01) (0.112)	(0.001) (0.004)	(0.015) (0.005)
K _s	54 10 ⁻⁴	11 10 ⁻⁴	40 10 ⁻⁶	75 10 ⁻⁶
l (10 ⁶ m)	0.1	0.1	1	1
A	2,81 ¹	5 ⁵	5.19 ²	5.19 ²
B	7 019	10 500	15 490	15 490
Do(m ² .S ⁻¹)	7.5 10 ⁻⁵ ³	2.5 10 ⁻⁵ ⁴	2.5 10 ⁻⁵ ⁴	2.5 10 ⁻⁵ ⁴
Q(J.mole ⁻¹)	264 000	264 000	264 000	264 000

* teneurs exprimées en % pondéraux

réf. ¹ SHARMA R.C et al, Met. Trans, 1984, 15 A, (545 - 553)

² KUNZE J., Met. Science, 1982, 16, (217-218)

³ KUROKAWA S. et al, Met. Science, 1983, 17, (433 - 438)

⁴ BOWEN A.W et al, Met. Trans, 1970, 1, 1695, (2767 -

⁵ DESALOS Y., Rapport IRSID RI.662, 2, 1977



Le coefficient de diffusion du titane dans l'austénite n'est pas référencé dans les principales bases de données. Nous avons utilisé pour ce calcul le coefficient de diffusion du vanadium dans l'austénite. Cette hypothèse est justifiée par le caractère rapproché de leur diffusion dans la ferrite et par leurs numéros atomiques voisins. Les distances entre précipités sont déduites des observations micrographiques. Compte tenu du coefficient de diffusion du carbone dans l'austénite, très supérieur à ceux du titane et du niobium, le coefficient F_C "Fraction volumique concernée par la diffusion du carbone" est considéré comme égal à 1.

La figure E.1 met en évidence l'important retard à la remise en solution des précipités dans le cas du soudage avec faible énergie.

Le cycle de soudage considéré dans cette étude est caractérisé par une température maximale de 1623°K (1350°C). Il correspond à une énergie de soudage de 300 kJ.cm⁻¹.

Les prévisions du modèle représenté par la figure E.1 concordent bien avec les observations expérimentales. Dans les aciers C et E, la remise en solution des carbures de titane et carbonitrures de niobium est totale après simulation thermique de soudage. Dans les aciers A, C, D et E, la remise en solution des précipités de nitrure de titane est partielle bien que la température de remise en solution à l'équilibre soit inférieure à la température maximale du cycle thermique de soudage.

La figure E.1 établit par ailleurs que le produit de solubilité anisotherme $K_S^* = [Ti]_{SS} \cdot [N]_{SS}$ correspondant à la remise en solution totale des précipités est compris entre $10 \cdot 10^{-6}$ et $20 \cdot 10^{-6}$. Cette prévision s'accorde avec les résultats des analyses chimiques mentionnées dans les tableaux D.3 et D.4 qui révèlent une remise en solution importante. Le produit de solubilité anisotherme mesuré K_S^* est dans ce cas voisin de $15 \cdot 10^{-6}$ pour les aciers A, C et D.

Après ces résultats relatifs à la remise en solution des précipités non substitués, de stoechiométrie parfaite, nous discuterons quelques observations supplémentaires.

Le produit de solubilité anisotherme du nitrure de titane K_S^* mesuré dans l'acier E est supérieur à $15 \cdot 10^{-6}$ et est proche de $22 \cdot 10^{-6}$. Ce résultat peut être attribué à une légère diminution de la stabilité des précipités de nitrure de titane substitués par du niobium. Cette substitution a été vérifiée par microanalyse X dans les précipités de l'acier E (Voir figure D.23).

L'acier B est le seul où les précipités intragranulaires n'ont pas été observés après soudage. La nature des nitrures vraisemblablement fortement substitués en niobium et/ou aluminium semble être à l'origine de ce résultat.

Dans les aciers A, C, D et E, la variation des tailles des précipités de nitrure de titane est faible. Il est possible d'estimer à partir des analyses des précipités extraits, reportées dans les tableaux D.3 et D.4 qu'approximativement, la moitié de la fraction volumique des précipités de nitrure de titane est remise en solution. En négligeant le phénomène de grossissement des précipités de TiN, cette dissolution partielle s'accompagnera d'une diminution maximale de la taille des précipités inférieure à 20 %, ce qui est conforme à nos observations.

Dans la suite de ce chapitre, nous allons examiner l'influence de la remise en solution des précipités sur la taille des grains austénitiques ce qui, à l'origine de l'étude, paraissait être le paramètre important pour la mise au point d'aciers à soudabilité améliorée.

E.1.3 La croissance des grains austénitiques

A l'exception de l'acier B, les nuances présentent, dans la zone affectée par la chaleur, une taille de grains austénitiques équivalente comprise entre 100 μm et 150 μm . La répartition des tailles de grains est homogène. L'acier B, qui est le seul à ne pas contenir de précipités intragranulaires après soudage possède quant à lui une taille moyenne de grains austénitiques supérieure dont la répartition est uniforme. Ce résultat suggère l'efficacité des précipités stables à haute température sur le contrôle de la croissance des grains austénitiques dans les aciers A, C, D et E.

Les équations introduites au chapitre A.2.3 décrivent une relation entre d'une part, la taille " d_p " et la fraction volumique " V_f " des précipités, et d'autre part, la taille moyenne des grains austénitiques " \bar{D}_γ "

$$\bar{D}_\gamma = \tau \cdot \frac{d_p}{V_f}$$

V_f est calculée à partir de la relation E.2

$$V_f = \frac{[\text{TiN}] \cdot d_{\text{fe}}}{d_{\text{TiN}}} \quad (\text{E.2})$$

où $[\text{TiN}]$ représente la teneur pondérale de nitrure de titane, d_{fe} et d_{TiN} , la densité du fer et du nitrure de titane.

Le tableau E.3 reprend les données nécessaires aux calculs de V_f et du coefficient τ pour les aciers A, C, D et E après cycle thermique de soudage.

tableau E.3 : données nécessaires aux calculs de V_f et τ

Acier	A	C	D	E
d_p (nm)	45	80	60	80
$[N]_p$	2,4	2,1	1,4	0,9
$[Ti]_p$	8,2	7,1	4,8	3,1
$V_f 10^4$	1,6	1,3	0,87	0,56
$\frac{d_p}{V_f}$ (μm)	280	620	690	1 420

Après soudage, dans la zone à gros grains austénitiques, le rapport d_p/V_f des précipités de niture de titane varie de 280 μm à 1 420 μm . Ce résultat conduit à la détermination d'une constante τ comprise entre 0.07 et 0.3, ce qui est proche des valeurs observées dans le cas du soudage d'acier de composition voisine par KANAZAWA S. (1976) où τ est égale à 0.12.

Il est intéressant de remarquer que ces valeurs sont inférieures à celles déduites de la figure A.9 qui sont proches de 2/3. Cet écart s'explique vraisemblablement par l'aspect cinétique de la croissance des grains qui n'est pas pris en compte dans les modèles.

E.1.4 La transformation de l'austénite au refroidissement

En dépit de la similitude des tailles de grains austénitiques, les aciers A, C, D et E présentent des propriétés mécaniques distinctes après simulation thermique de soudage. Cette différence de comportement est en relation directe avec la microstructure de la Z.A.C. Une étude approfondie des mécanismes de transformation, à partir des observations structurales et des diagrammes T.R.C., apparaît donc nécessaire pour comprendre le comportement de ces nuances après le cycle de soudage.

A taille de grains austénitiques constante, deux paramètres microstructuraux distinguent les aciers. Il s'agit de la quantité de ferrite proeutectoïde et de la morphologie aciculaire et/ou en lattes de la phase bainitique. Les deux transformations qui se produisent dans des intervalles de températures différents vont être successivement considérées.

E.1.4.1 Rappel théorique sur la germination

Supposons la transformation allotropique $A \rightarrow B$ à la température T . Cette transformation nécessite l'apparition d'un germe de volume V_B de phase B, dont la surface commune avec la matrice environnante est S_{AB} . L'énergie libre ΔG_{hom} associée à la germination homogène de B s'écrit :

$$\Delta G_{\text{hom}} = V_B \cdot \Delta G_{AB} + S_{AB} \cdot \gamma_{AB} + V_B \cdot \Delta G_d \quad (\text{E.3})$$

où ΔG_{AB} , γ_{AB} et ΔG_d expriment respectivement l'énergie libre par unité de volume associée à la transformation $A \rightarrow B$ (<0), l'énergie de l'interface entre les phases A et B et l'énergie d'accommodation élastoplastique de la phase B dans la matrice A.

La germination de la phase B peut également se faire sur un défaut cristallin "D", tel que joint de grains, inclusion, précipité, dislocation, ... Dans ce cas, le bilan énergétique s'écrit (E.4).

$$\Delta G_{\text{het}} = V_B \cdot \Delta G_{AB} + S'_{AB} \cdot \gamma_{AB} + S_{DB} \cdot (\gamma_{DB} - \gamma_{DA}) + V_B \cdot \Delta G_d^* \quad (\text{E.4})$$

S_{DB} , S'_{AB} , γ_{DB} et γ_{DA} symbolisent respectivement l'aire de l'interface entre le défaut et la phase B, la phase A et la phase B et les énergies de surface entre le défaut et la phase B, ou la phase A. ΔG_d^* représente l'énergie d'accommodation élastoplastique dans le cas de la germination hétérogène.

En négligeant les énergies d'accommodation élastoplastique, très faibles aux premiers stades de la transformation, et en supposant une géométrie de germe constante, la germination hétérogène présentera un bilan énergétique favorable si la relation E.5 est satisfaite.

$$\gamma_{DB} < \gamma_{AB} + \gamma_{DA} \quad (\text{E.5})$$

On conçoit facilement à partir de cet examen que la germination hétérogène sera facilitée si elle s'accompagne du remplacement d'une interface par une interface de moindre énergie.

E.1.4.2 Germination et croissance de la ferrite proeutectoïde

Dans la gamme de vitesses de refroidissement considérée, la transformation de l'austénite au refroidissement débute par la germination hétérogène "semi-cohérente" de ferrite sur les joints de grains austénitiques. La croissance des germes de ferrite à haute température conduit à la formation d'un réseau qui marque la structure "primaire" de la zone affectée par la chaleur. Ce réseau est très visible dans les aciers A, C et D, non microalliés au niobium. Il est au contraire très peu développé dans les aciers B et E microalliés au niobium. L'étude des diagrammes T.R.C. en condition de soudage, représentés sur la figure D.25, confirme les observations micrographiques. Elle révèle un abaissement de la température de début de transformation de 50°C pour l'acier E. Cette diminution semble imputable à la présence de niobium en solution solide dans l'austénite qui retarde la formation de la ferrite proeutectoïde.

Il est à noter que ROTHWELL A.B. (1979) mentionne une influence similaire du niobium en solution solide sur la structure de la zone affectée par la chaleur. De nombreux auteurs confirment ces observations. Récemment, SHAMS N.(1985) a étudié la variation de la température Ar_3 avec la teneur en niobium en solution solide. Ses travaux montrent une décroissance de Ar_3 de 100°C quand la teneur en niobium évolue de 0 % à 0,050 %, après un cycle thermique caractéristique de la zone affectée par la chaleur de soudage. THOMAS M.H. (1981) rapporte une diminution de la vitesse critique d'apparition de la ferrite proeutectoïde de $9^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$ à $1,5^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$ pour des teneurs en niobium variant de 0 % à 0,04 %.

Il est intéressant de signaler que la présence de titane en solution solide de substitution dans l'acier C n'entraîne pas les mêmes conséquences (voir figure D.25).

Deux mécanismes métallurgiques sont avancés pour expliquer l'influence du niobium.

. La différence des produits de solubilité des carbonitrides de niobium dans l'austénite et la ferrite est à l'origine d'un phénomène de précipitation interphase (HONEYCOMBE R.W.K. 1981). La cinétique de transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ sera imposée par le phénomène de précipitation le plus lent. En condition anisotherme, ce mécanisme peut conduire à l'absence de formation de ferrite proeutectoïde.

. Du fait de son rayon atomique (0,162 nm) supérieur à celui du fer (0,141 nm), le niobium en solution solide ségrégerait dans les joints de grains austénitiques en entraînant une diminution de l'énergie du joint. De plus, l'affinité du niobium pour le carbone stabilise l'austénite au voisinage du joint. Le phénomène retarde la germination de la ferrite proeutectoïde. Ce mécanisme, connu sous le nom de "Solute Drag Like Effect" (BRADLEY J.R. 1981, ABE T. 1985) à primitivement été rapporté pour expliquer l'influence du vanadium.

La complexité de la structure de la zone affectée par la chaleur, jointe aux techniques d'observation employées, ne nous permet pas de vérifier la validité de ces hypothèses.

E.1.4.3 La ferrite aciculaire

Après simulation thermique de soudage, la structure des aciers A et D, et dans une moindre proportion celle de la nuance C, est composée de petits grains de ferrite de faibles rapports de forme. Cette structure particulière est appelée ferrite aciculaire par similitude avec les structures du métal fondu brut de solidification. Cette morphologie s'oppose à la ferrite en lattes qui est le constituant essentiel des aciers B et E. L'objet du paragraphe est d'expliquer la présence de ferrite aciculaire dans la zone affectée par la chaleur.

. Considérations générales sur la germination de la ferrite

Au cours du cycle thermique, avant la transformation de l'austénite en constituant ferritique, la structure des aciers se compose de grains de dimension moyenne supérieure à 100 μm .

La germination hétérogène de ferrite sur les joints de grains austénitiques conduit à la formation d'un réseau de ferrite proeutectoïde et/ou de lattes de ferrite, suivant la température de transformation, et donc, la nature du mécanisme de croissance de la ferrite.

A priori, l'observation de ferrite aciculaire ne semble pas pouvoir résulter d'un mécanisme de germination hétérogène sur les joints de grains austénitiques. Un deuxième type de site de germination intragranulaire doit alors être invoqué pour expliquer le résultat. La ferrite aciculaire est observée dans les aciers C et D, dont la température de transformation bainitique est supérieure de 50°C à celle de l'acier E de structure en lattes. Ce résultat est compatible avec la nature des phénomènes de germination hétérogène qui sont favorisés par une température de transformation élevée.

.Sites de la germination de la ferrite aciculaire

Dans nos aciers, de nombreux sites peuvent convenir à la germination hétérogène et intragranulaire de la ferrite. Il s'agit par ordre d'efficacité croissante :

- . Des défauts ponctuels (lacunes ...)
- . Des défauts linéaires (dislocations)
- . Des interfaces (précipités, inclusions ...).

La germination intragranulaire de ferrite sur les dislocations ou les lacunes est un mécanisme qui n'est jamais rapporté dans le cas du soudage.

Les cycles thermiques de soudage conduisent à des vitesses de refroidissement élevées qui abaissent les températures de transformation et augmentent les énergies libres de transformation ΔG_{AB} . Les défauts de faible potentialité semblent ainsi peu susceptibles de constituer des sites préférentiels de germination au cours du soudage. Cette remarque s'accorde bien avec des résultats mentionnés par LORIMER G.W.(1981) qui montrent que la germination sur les défauts ponctuels et linéaires intervient uniquement pour des énergies libres de transformation ΔG_{AB} faibles.

Les inclusions peuvent également servir de sites préférentiels de germination intragranulaire. Les observations microscopiques ne permettent pas de déceler une proportion d'inclusions suffisante à la germination des grains ferritiques. Le nombre de grains de ferrite par unité de volume conduit à une densité minimale de sites de germination voisine de $5 \cdot 10^{16} \text{ m}^{-3}$. Les teneurs en oxygène précipité reprises dans le tableau D.1 indiquent une faible teneur en oxydes (Al_2O_3 , TiO_2 , ...) dans ces aciers. La taille des inclusions de sulfure de manganèse voisine de plusieurs microns, et la teneur en soufre des aciers excluent par ailleurs l'influence de ce composé sur la germination de la ferrite aciculaire.

Les précipités de nitrure de titane sont observés dans tous les aciers après normalisation. Ils apparaissent comme les seuls sites de germination intragranulaire possibles pour la ferrite aciculaire. La première condition à satisfaire est que la densité de précipités soit suffisante. Le nombre de précipités de TiN par unité de volume "N" est déduit de la relation E.6.

$$N = \frac{V_f}{d_p^3} \quad (\text{E.6})$$

V_f exprime la fraction volumique de nitrure de titane précipité (voir tableau E.3) et d_p , la taille des précipités cubiques. Les valeurs de N (m^{-3}) dans les aciers A, C, D et E sont respectivement de $18 \cdot 10^{17}$, $2.5 \cdot 10^{17}$, $4 \cdot 10^{17}$, et $1.1 \cdot 10^{17}$. Ce calcul révèle un nombre de précipités de nitrure de titane présents dans la zone affectée par la chaleur, supérieur à la quantité de grains de ferrite ($5 \cdot 10^{16} \text{ m}^{-3}$).

Outre ce critère quantitatif, les conditions de germination définies par l'inéquation E.5 doivent être satisfaites avant de conclure plus sûrement à l'action des précipités de nitrure de titane.

. Energie de surface précipité-matrice

Le respect de l'inéquation E.5, appliquée au cas de la germination intragranulaire de ferrite sur les précipités de nitrure de titane, impose au minimum l'estimation de deux grandeurs, à savoir :

- l'énergie d'interface nitrure de titane-austénite à haute température
- l'énergie d'interface nitrure de titane-germe de ferrite

La perte de cohérence de précipité en cours de croissance vérifie les modèles basés sur des considérations énergétiques (TAILLARD R. 1979). La relation E.7 due à NABARRO F. (1940) exprime l'énergie d'accomodation élastique " E_e " d'une particule sphérique de rayon $(1 + \delta)r$, insérée dans une cavité de rayon r :

$$E_e = 8. \Pi . r^3 . G . \delta^2 . \frac{1 + \nu}{3 (1 - \nu)} \quad (E.7)$$

Dans cette expression, G représente le module de cisaillement et ν , le module de Poisson. Les constantes d'élasticité des deux matériaux sont considérées identiques. Dans le cas de l'accomodation élastique de deux cristaux, selon des plans de distances inter-reticulaires " δ_p " et " δ_m ", le paramètre d'écart à la cohérence " δ " s'écrit :

$$\delta = \frac{\delta_p - \delta_m}{\delta_m} \quad (E.8)$$

L'énergie totale " E " associée à la présence d'un précipité sphérique " p " dans une matrice " m " intègre la quantité " E_e " et l'énergie d'interface créée " E_s ".

$$E_s = 4. \Pi . r^2 . \gamma_{pm} \quad (E.9)$$

$$E = E_s + E_e$$

avec γ_{pm} , énergie par unité de surface entre le précipité et la matrice.

L'énergie γ_{pm} , exprimée par JESSER W.A. (1968), fait intervenir deux composantes : une contribution de nature chimique " γ_o " et l'énergie " γ_d " relative au réseau de dislocations qui accommode l'écart à la cohérence :

$$\gamma_{pm} = \gamma_o + \gamma_d \quad (E.10)$$

L'expression de γ_d est due à VAN DER MERWE J.H. (1963).

$$\gamma_d = \frac{Gb}{2 \pi^2} \left\{ 1 + \beta - (1 + \beta^2)^{\frac{1}{2}} - \beta \operatorname{Ln} (2 \beta (1 + \beta^2)^{\frac{1}{2}} - 2 \beta^2) \right\} \quad (E.11)$$

$$\text{avec } \beta = \pi.F.(1 - \nu)^{-1} \text{ et } F = |\delta - \delta'| \quad (E.12)$$

b, δ, δ' , symbolisent respectivement le vecteur de Burgers du réseau de dislocations, le paramètre d'écart à la cohérence des deux phases à l'état libre et le paramètre d'écart à la cohérence, compte tenu de la présence des défauts d'accommodation dans l'interface.

A la transition cohérence-incohérence, il y a équilibre entre l'énergie de distorsion dans l'état cohérent (E.7, $\delta' = \delta$) et l'énergie de surface pour un état incohérent (E.9, E.11, $\delta' = 0$). Le rayon critique de perte de cohérence s'exprime (JESSER W.A. 1968).

$$r_c = 3.b \left[1 - \operatorname{Ln} (2\beta - 2\beta^2) \right]. (4.\pi(1 + \nu).\delta)^{-1} \quad (E.13)$$

La figure E.2 illustre la variation de $r_c.b^{-1}$ avec le paramètre d'écart à la cohérence ($\nu = 0,33$).

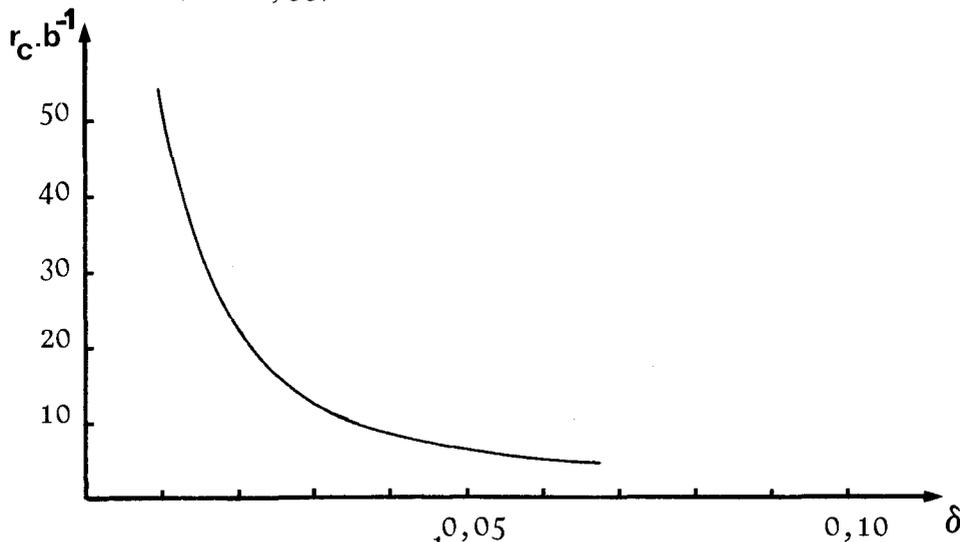


Figure E.2 : Variation de $r_c.b^{-1}$ avec le paramètre d'écart à la cohérence

- Interface entre le nitrure de titane et la matrice austénitique

Deux hypothèses extrêmes, relatives à l'orientation cristallographique des précipités de nitrure de titane sont envisagées, qui démontrent que l'énergie de cette interface est élevée.

- Il est admis que les précipités de nitrure de titane se forment à l'instant de la coulée et/ou au cours du réchauffage des brames avant laminage (§§ A.2, A.3). A la suite du traitement thermomécanique de laminage, et des austénitisations de normalisation et de soudage, les particules ont des orientations cristallographiques aléatoires avec la matrice austénitique. Les interfaces sont incohérentes.

- Les relations d'orientation cristallographiques les plus vraisemblables entre le nitrure de titane et l'austénite sont celles qui existent entre des précipités cubiques à faces centrées et l'austénite (JACK D.H. 1974) :

$$\begin{array}{l} (100)_m // (100)_p \\ [001]_m // [001]_p \end{array}$$

La valeur du paramètre d'écart à la cohérence calculée à 300°K dans ces conditions est $\delta = 0,18$. Le report de cette valeur sur la figure E.2 conduit à un rayon critique de perte de cohérence proche de 1 nm. Compte tenu de leurs tailles supérieures à 40 nm, les précipités de nitrure de titane sont incohérents.

- Interfaces entre le nitrure de titane et la ferrite aciculaire

Il est vraisemblable que la germination cohérente de la ferrite sur les précipités de nitrure de titane satisfasse aux relations d'orientation de BAIN qui sont observées dans le cas de la précipitation d'une phase cubique à faces centrées dans la ferrite (JACK D.H. 1974). Ces deux transformations satisfont au même critère, à savoir une minimisation de l'énergie de l'interface précipité-matrice. La figure E.3 schématise une maille de ferrite en cohérence avec une maille de nitrure de titane suivant les relations de BAIN :

$$(100)_\alpha // (100)_{\text{Ti}} \quad (01\bar{1})_\alpha // (010)_{\text{TiN}} \quad (011)_\alpha // (001)_{\text{TiN}}$$

La figure E.4 représente les projections stéréographiques du nitrure de titane et de la ferrite suivant ces relations. Le report de l'indexation des clichés de diffraction observés sur les planches D.20 et D.21.b montre que ces relations d'orientation sont effectivement vérifiées.

Cette observation autorise, de plus, le calcul du paramètre d'écart à la cohérence " δ " (à 300°K), entre la ferrite et le précipité. Dans le cas du nitrure de titane pur, δ est égal à 0,048. Cette valeur conduit à un rayon critique de perte de cohérence voisin de 2 nm pour la ferrite.

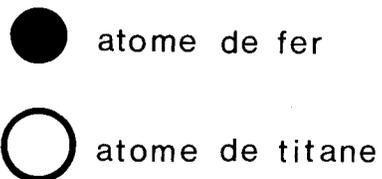
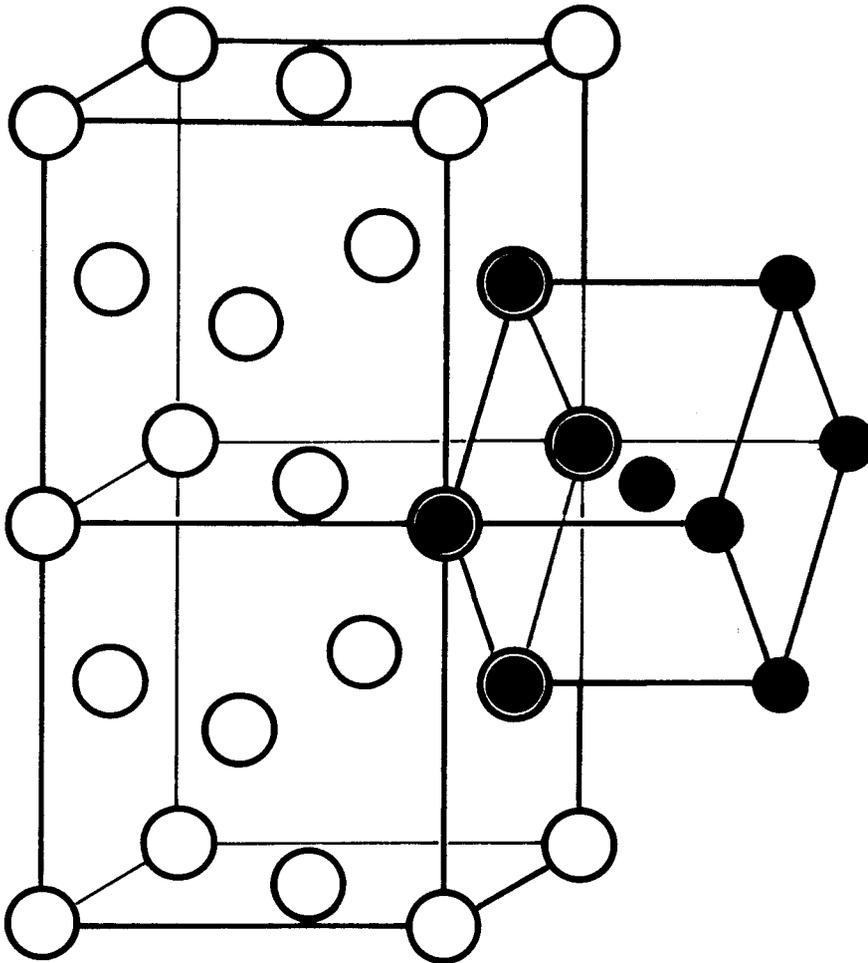
. conclusion sur le mécanisme de germination de la ferrite aciculaire

Nous montrons que les précipités de nitrure de titane satisfont aux conditions nécessaires à la germination intragranulaire de ferrite, et sont en relation d'orientation avec la ferrite aciculaire. Cette vérification expérimentale d'une des hypothèses, relative à l'influence du nitrure de titane sur la trempabilité de la Z.A.C., reprise par de nombreux auteurs, est originale. Elle permet d'expliquer la présence de ferrite aciculaire dans la zone affectée par la chaleur de soudage des aciers microalliés au titane.

. remarque : Nous avons supposé dans cette analyse que l'énergie libre par unité de volume associée à la transformation austénite \rightarrow ferrite, $\Delta G_{\gamma\alpha}$, est la même pour la germination homogène de ferrite et la germination hétérogène sur un nitrure de titane. Au cours du cycle de soudage, la remise en solution partielle des particules de nitrure de titane s'accompagne d'un enrichissement local en titane au voisinage des précipités. Il est intéressant de noter que cette présence doit favoriser la germination de ferrite puisque le titane est un élément très fortement alphagène (HONEYCOMBE R.W.K. 1981), et donc contribuer à une diminution de $\Delta G_{\gamma\alpha}$ (< 0).

E.1.4.4 Influence des éléments dispersoïdes en solution solide sur la germination de la ferrite aciculaire

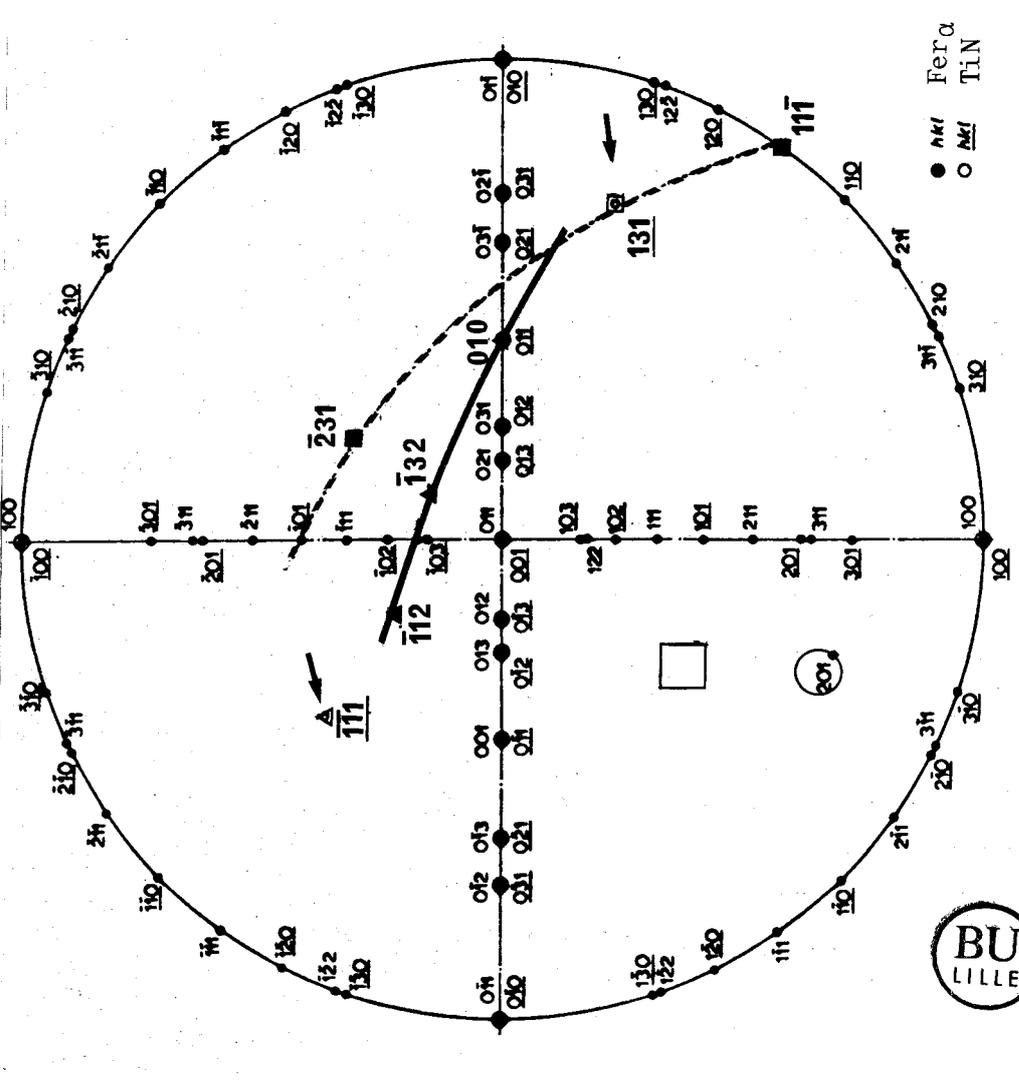
Malgré la présence de nitrure de titane stable, les aciers A et D, C et E présentent des teneurs en ferrite aciculaire décroissantes. Ce résultat peut être corrélé à la quantité de titane et de niobium en solution solide dans l'austénite.



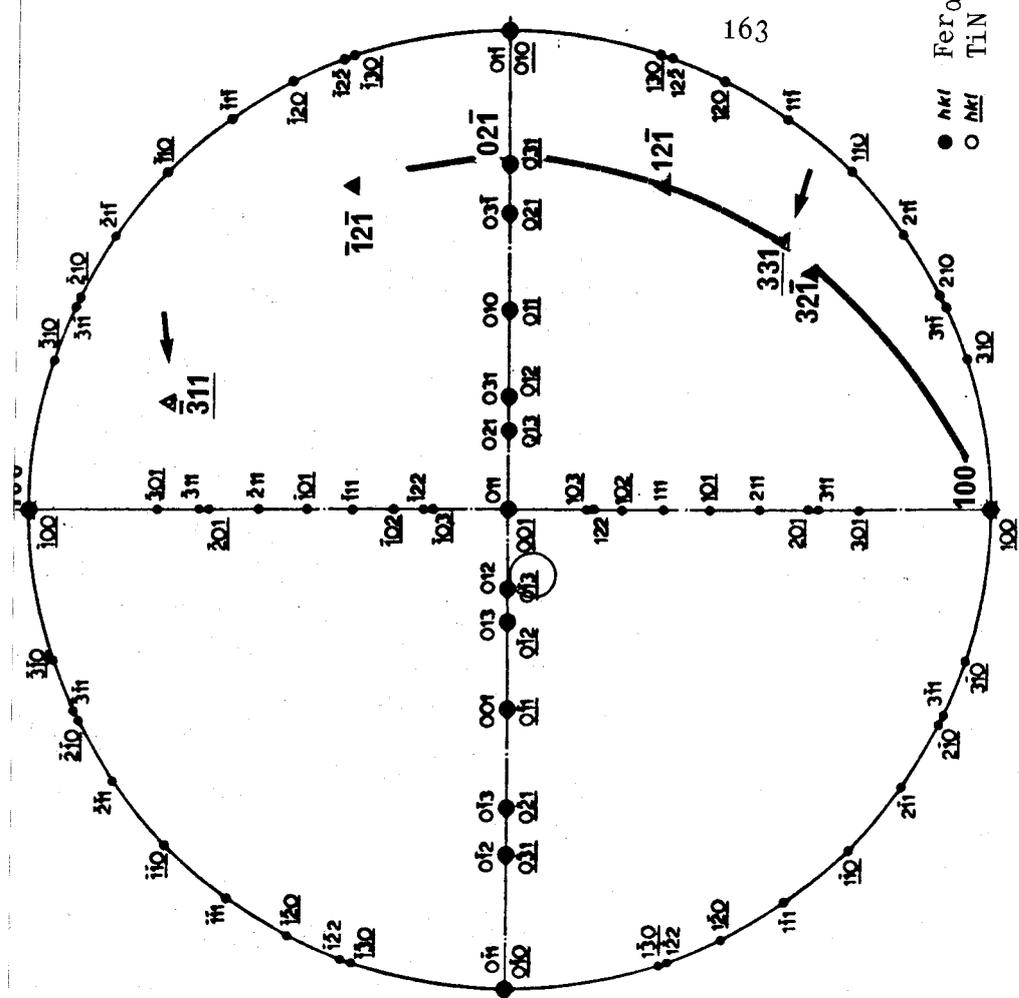
Relations d'orientation de BAIN :

$$(100)_{\alpha} // (100)_{\text{TiN}} \quad (01\bar{1})_{\alpha} // (010)_{\text{TiN}} \quad (011)_{\alpha} // (001)_{\text{TiN}}$$

Figure E 3 : représentation schématique des relations d'orientation entre la ferrite (C.C) et le nitrure de titane (C.F.C)



Taches observées sur les clichés de diffraction D.21 b)



Taches observées sur le cliché de diffraction D.20



Figure E.4 : projections stéréographiques de la matrice de Fe α et d'un précipité de TiN suivant les relations de BAIN.

Vérification de ces relations d'orientations sur les clichés de diffraction représentés figures D.20 et D.21 b)

Plusieurs hypothèses peuvent être avancées pour expliquer ces observations : elles considèrent que les précipités de nitrure de titane stables à haute température agissent comme germe pour la précipitation des carbonitrides de niobium et carbure de titane (LOBERG B. 1984, HOUGHTON D.C.1982). Ce phénomène entraîne un accroissement local des teneurs en titane et niobium au voisinage des précipités. Deux conséquences sont envisageables :

. De manière similaire à ce qui est observé pour la ferrite proeutectoïde (§ E.1.4.2), le niobium et le titane excédentaires, du fait de leur affinité pour le carbone, conduisent à un accroissement de la stabilité de l'austénite au voisinage des précipités de nitrure de titane. Ce mécanisme de "Solute Drag Like Effect" diminue le taux de germination de ferrite aciculaire.

. la précipitation de carbonitride de niobium et carbure de titane sur les nitrures de titane conduit à un effet de "coquille" observé par HOUGHTON D.C. (1981) sur de fins précipités (~ 10 nm) et par MATSUDA S. (1976) sur des particules de tailles plus importantes (~ 1 μm). Les vitesses de refroidissement sont trop élevées pour permettre une homogénéisation de la composition des précipités.

En conséquence, la germination incohérente de ferrite aciculaire aura lieu sur un précipité dont le paramètre de maille "apparent" sera supérieur à celui du nitrure de titane. La figure E.5 représente l'influence du paramètre de maille apparent "a" de $\text{Ti}_x\text{Nb}_{1-x}(\text{C}_y\text{N}_{1-y})$ sur le paramètre d'écart à la cohérence " δ " et sur le rayon critique de perte de cohérence de la ferrite (relation E.13).

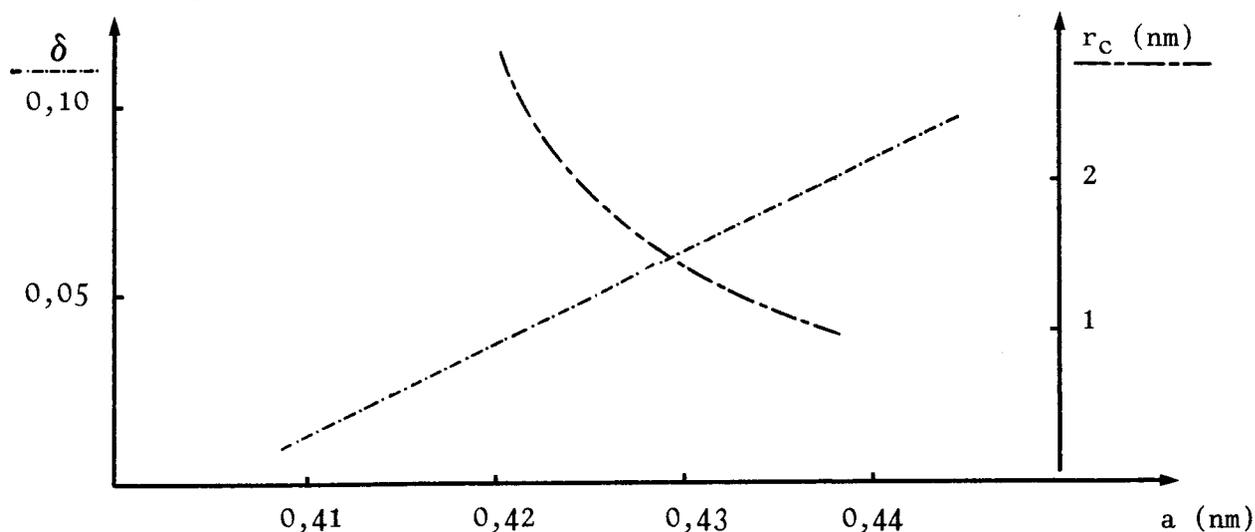


Figure E.5 : Evolution de δ et r_c avec le paramètre de maille "apparent" des nitrures de titane.

La présence de carbure de titane ou de carbonitride de niobium à l'interface entre les précipités de nitrure de titane et l'austénite, diminue le rayon critique de perte de cohérence pour la ferrite, donc le taux de germination de ferrite aciculaire. Le modèle montre que ce caractère sera plus marqué dans les aciers microalliés au niobium que dans les aciers surstoéchiométriques en titane ($Ti/N > 3,4$), ce qui est conforme à nos observations.

Remarque : Les paramètres de maille des carbures et nitrures de vanadium sont respectivement de 0,417 nm et 0,414 nm (TOTH L.E. 1971). L'extension de nos hypothèses à des aciers microalliés au titane et au vanadium montre que dans ce cas, le paramètre d'écart à la cohérence décroît avec la présence de vanadium à l'interface nitrure de titane - ferrite, ce qui laisse supposer que la germination de ferrite aciculaire sera favorisée par la présence de vanadium. Nous avons effectivement constaté, par microscopie optique, que la zone affectée par la chaleur d'un acier microallié au titane et au vanadium ($\Delta t \frac{700}{300} = 300 \text{ s}$; $T_m = 1350^\circ\text{C}$) est constitué de ferrite aciculaire.

E.1.5 Mécanismes de formation et de stabilisation de l'austénite retenue

Les examens par microscopie électronique en transmission révèlent l'existence d'une quantité non négligeable d'austénite résiduelle après cycle thermique de simulation de soudage. La spectrométrie Mössbauer autorise le dosage de l'abondance de ce constituant et de sa teneur en carbone (§ D.2.4).

L'observation de cette phase à température ambiante peut paraître étonnante. Nous allons tenter d'expliquer sa formation et les mécanismes de stabilisation qui lui sont associés.

La figure D.25 montre que les températures de début de transformation de l'austénite " T_d " sont comprises entre 690°C et 640°C . Les germes de ferrite qui apparaissent à cet instant ont une teneur pondérale en carbone sensiblement égale à 0,02 %. La croissance de la ferrite va s'accompagner d'un enrichissement en carbone de l'austénite. Dans les premiers stades de la transformation, la cémentite est susceptible de précipiter. Elle sera associée à la ferrite proeutectoïde. A plus basse température, l'enrichissement en carbone

ne conduit plus à la formation de carbures. Des îlots d'austénite riches en carbone vont ainsi être inclus dans la structure ferritique. La teneur en carbone de l'austénite à l'équilibre avec la ferrite, à une température T , peut être approchée par une extrapolation du diagramme d'équilibre de type HULTGREN.

Perpendiculairement à l'interface austénite-ferrite, les conditions d'équilibre imposent un gradient de teneur en carbone, fonction de la température et de la vitesse de refroidissement. Ce résultat est schématisé sur la figure E.6. Il a été relevé par de nombreux auteurs dont BISS V. (1971) et SARIKAYA M. (1981).

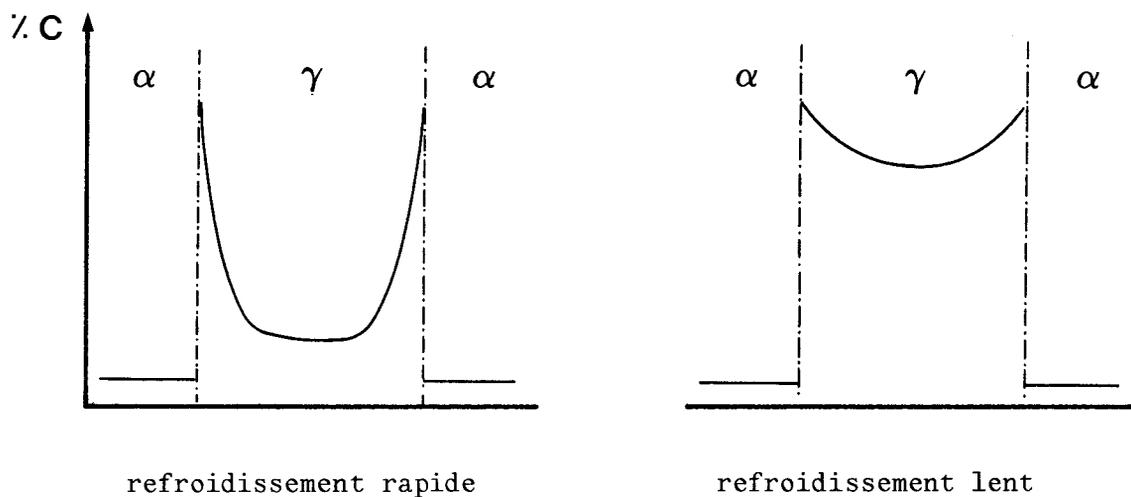


Figure E.6 : Profils de teneur en carbone perpendiculairement à l'interface austénite-ferrite.

A 550°C , le parcours quadratique moyen du carbone dans l'austénite est égal à $0.2 \cdot 10^{-7} t^{\frac{1}{2}}$ (m). Compte tenu du critère de refroidissement de nos éprouvettes et de la largeur des îlots austénitiques ($\sim 1 \mu\text{m}$), l'enrichissement en carbone sera global, le gradient sera faible. Nous n'avons observé aucune variation des teneurs en éléments lourds (Mn, Ni, ...) entre l'austénite résiduelle et la matrice. Ce résultat est conforme aux analyses d'autres auteurs (SARIKAYA M. 1981). Il est donc possible d'approcher les variations de M_s et M_f à partir de la seule modification de la teneur en carbone, par la formule d'ANDREWS (HVRINAK I. 1978).

$$M_s \text{ (}^{\circ}\text{C)} = 539 - 423.C\% - 30,4.Mn\% - 17,7.Ni\% - 12,1.Cr\% - 7,5.Mo\% \quad (\text{E.14})$$

$$M_f \text{ (}^{\circ}\text{C)} = 346 - 474.C\% - 33.Mn\% - 17.Ni\% - 21.Mo\% \quad (\text{E.15})$$

Les températures M_s (M_f) calculées à partir des teneurs moyennes pour les constituants "M.A.C" des aciers C et E d'une part et D d'autre part, sont respectivement proches de 190°C (-40°C) et 270°C (50°C). Ces températures doivent être corrigées par un facteur tenant compte des contraintes imposées par la déformation associée à la transformation austénite \rightarrow ferrite qui n'intervient pas dans les équations E.14 et E.15 et qui nous sont inconnues. (La correction abaissera la valeur de M_s).

L'examen des températures M_f confirme la stabilité de l'austénite résiduelle à température ambiante.

La figure E.7 montre que pour une vitesse de refroidissement donnée, ($\Delta t \frac{700}{300} = 300$ s), les teneurs moyennes en carbone de l'austénite résiduelle, reportées dans le tableau D.7, sont en étroite relation avec la température de fin de transformation bainitique.

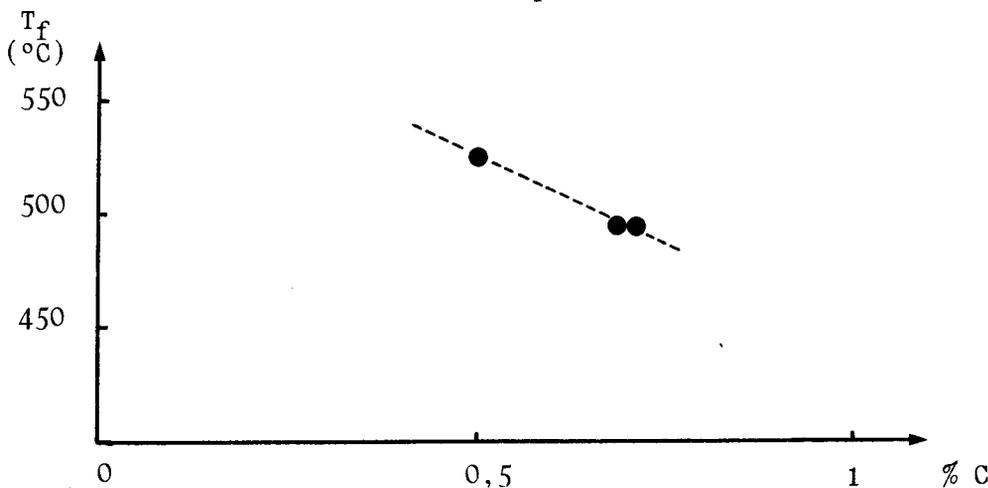


Figure E.7 : Evolution des teneurs en carbone de l'austénite résiduelle avec la température de fin de transformation bainitique ($\Delta t \frac{700}{300} = 300$ s).

Cette évolution est en accord avec l'hypothèse relative à l'équilibre des teneurs en carbone entre l'austénite résiduelle et la ferrite adjacente, prévu par l'extrapolation de type HULTGREN. Les concentrations en carbone sont cependant inférieures à 0,8 %, ce qui traduit le déplacement du pseudo-équilibre sous l'effet des contraintes générées par la transformation austénite \rightarrow ferrite (NILAN T.G. 1967).

Faute de l'étude des mécanismes de déformation, l'interprétation de la résilience de la zone affectée par la chaleur à partir des examens structuraux est malaisée. L'étude des mécanismes à l'origine de la rupture par clivage, dans les structures intermédiaires de type bainitique ne s'est pas, à ce jour, traduite par des concepts simples. Seuls, quelques auteurs ont travaillé sur ce thème (NAYLOR J.P. 1976, PICKERING F.B. 1967, DESALOS Y. 1979, ...) et ont tenté d'en dégager les paramètres essentiels. Le cas du soudage n'est, par ailleurs, jamais considéré. Le prochain paragraphe est une réflexion qualitative sur l'influence des divers paramètres structuraux sur la résilience de la zone affectée par la chaleur.

E.2 RELATION QUALITATIVE ENTRE LA STRUCTURE ET LA RESILIENCE DE LA ZONE AFFECTEE PAR LA CHALEUR

Malgré le faible nombre de variables analytiques, des différences structurales significatives sont observées qui conduisent à des écarts de résilience importants. Le tableau E.4 récapitule les résultats. La fragilisation de la Z.A.C. peut, a priori, résulter de la présence d'éléments interstitiels en solution solide et/ou des caractéristiques de la microstructure.

E.2.1 Influence des éléments interstitiels

La formation de la bainite supérieure est contrôlée par la diffusion du carbone à l'interface ferrite-austénite. Ce mécanisme impose une teneur en carbone constante dans la ferrite proche de sa limite de solubilité. Cette teneur est équivalente pour les 5 nuances.

L'évolution de la température de transition, présentée sur la figure E.8, avec les faibles teneurs en azote en solution solide est contraire à ce qui est couramment admis (DE SY A. 1962). Cette observation contradictoire minimise l'influence des éléments interstitiels vis-à-vis de la microstructure.

ACIER	T _d (°C)	T _f (°C)	D γ (μm)	Composantes structurales	Austénite retenue		Etat de précipitation		[N] _{ss}	Tk 28 J (°C)	P _e (kN)
					%	[C]	plage-perlitique	préc. Intra			
A	*	*	100 - 150	GF + AF	*	*	oui	TiN d _p = 45 nm	2,8	-50	*
B	*	*	300	AC + faible teneur en GF	*	*	rare	remis en solution	4,3	-15	*
C	690	500	100 - 150	GF + AF + AC	3,7	0,7	oui	TiN d _p = 80 nm	1,1	-20	14,5
D	690	540	150	GF + AF	2,9	0,5	oui	TiN d _p = 60 nm	2,6	-50	13
E	640	500	100	AC + faible teneur en GF	4,9	0,7	rare	TiN d _p = 80 nm	2,2	-30	15,0

GF : ferrite proeutectoïde
 AF : ferrite aciculaire
 AC : ferrite en lattes

* non mesuré

Tableau E.4 : tableau récapitulatif des paramètres structuraux et des paramètres de résilience à l'état Z.A.C.



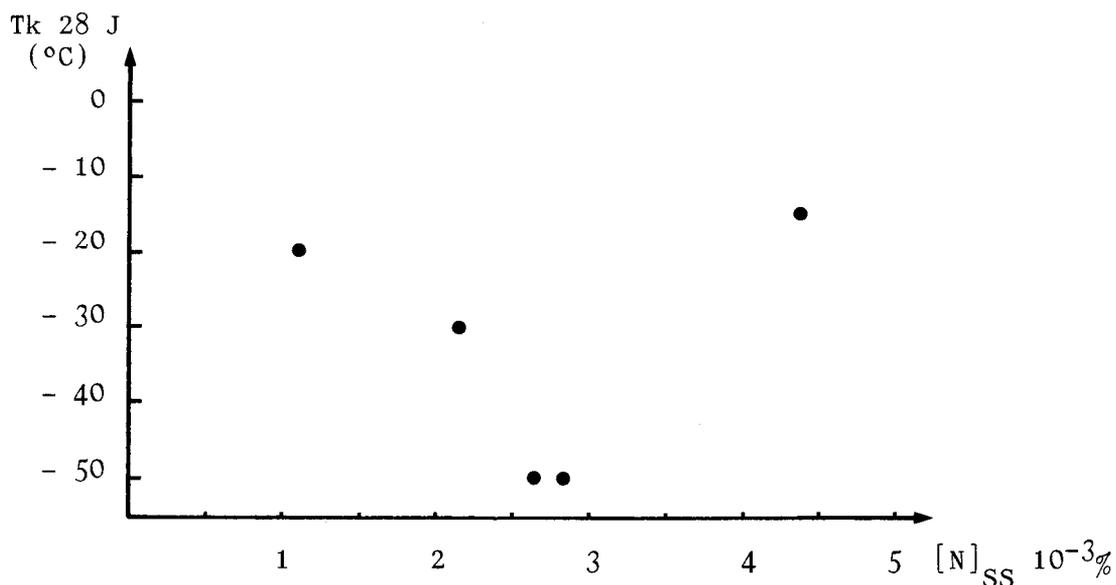


Figure E.8 : Evolution de la résilience de la Z.A.C des 5 nuances étudiées avec la teneur en azote en solution solide.

La comparaison des aciers B et E révèle qu'ils diffèrent uniquement par leur taille de grains austénitiques et leur teneur en azote en solution solide. Compte tenu de l'effet de la taille de grains austénitiques (§ E 2.2.2), l'influence maximale de la teneur en azote en solution solide sur la température de transition Tk 28 J est de $+ 7^{\circ}\text{K}/10^{-3} \%$. Cette estimation est inférieure à celles proposées par KAN T. 1985 et SUZUKI M. 1982.

KAN T. évalue cet effet à $15^{\circ}\text{K}/10^{-3} \%$. Cette valeur est vraisemblablement surestimée puisqu'elle est obtenue à partir des teneurs en azote total.

SUZUKI M. observe un effet de l'azote sur la température de transition proche de $30^{\circ}\text{K}/10^{-3} \%$. Cette valeur est peu crédible. Elle est atteinte en faisant varier la vitesse de refroidissement des aciers et néglige totalement les modifications structurales liées à cette procédure.

E.2.2. Influence de la microstructure

Nous discutons successivement des influences de :

- la précipitation intragranulaire
- la taille de grains austénitiques par comparaison des aciers B et E.
- la présence d'un réseau de ferrite proeutectoïde à l'aplomb des anciens joints de grains austénitiques.
- la ferrite en lattes et de la ferrite aciculaire sur la résilience de la Z.A.C.

E.2.2.1 La précipitation intragranulaire

Compte tenu de la fraction volumique très faible, et de la taille des précipités de nitrure de titane intragranulaires, il est hautement improbable qu'ils induisent un phénomène de fragilisation lié à leur cisaillement ou à leur rupture (HAHN G.T. 1967).

E.2.2.2 La taille de grains austénitiques

Dans les structures équiaxes de type ferritique, la taille de grains est un paramètre qui influe sur la résilience. La relation de Cotrell-Petch relie la température de transition ductile - fragile "Tk" à la taille de grains "D"

$$T_k = A_1 - A_2 \cdot \ln D^{-\frac{1}{2}}$$

où A_1 et A_2 sont des constantes.

Pour les structures bainitiques et martensitiques, de nombreux auteurs ont cherché l'unité structurale qui contrôle cette propriété. Dans un premier temps, Mc FARLAND W.H. (1965) et TURKALO A.M. (1960) ont corrélié la résilience des structures trempées avec la taille des grains austénitiques. Des études plus approfondies ont ensuite relié la résistance à la rupture fragile à la taille de paquet (OHTANI H. 1972, OHMORI Y. 1972). Plus récemment, NAYLOR J.P. (1976) a interprété les variations de résilience en définissant une taille de "grain efficace" " D_e " :

$$D_e = (\varepsilon_I \cdot D_p)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{E.16})$$

D_p et ε_I symbolisent respectivement le diamètre de paquets et l'épaisseur des lattes.

Ces interprétations ne sont pas contradictoires entre elles, puisque la taille de paquets est directement dépendante de la taille de grains austénitiques initiale (ROBERTS M.J. 1970).

En négligeant l'influence de l'azote en solution solide, la comparaison des aciers B et E conduit à une estimation maximale de l'effet de la taille de grains austénitiques qui est de $11^\circ\text{K}/\text{mm}^{-\frac{1}{2}}$.

E.2.2.3 La ferrite proeutectoïde

La présence simultanée de composantes structurales de propriétés mécaniques différentes peut être à l'origine du mauvais comportement d'un acier vis-à-vis de la rupture par choc.

A une échelle macroscopique, la ferrite proeutectoïde, la ferrite aciculaire et la ferrite en lattes possèdent des propriétés mécaniques différentes résultant du mode et des températures de formation de ces composés.

La charge P_e , mesurée par essai CHARPY instrumenté est en relation directe avec la limite d'élasticité dynamique du matériau (§ C.1.2). Elle permet d'apprécier l'influence de la ferrite en lattes sur les propriétés mécaniques en traction de la zone affectée par la chaleur. A -30°C , P_e est égale à 13,1 kN dans l'acier D composé de ferrite aciculaire et de ferrite proeutectoïde, elle croît avec la proportion de ferrite en lattes pour atteindre 14,5 kN dans l'acier C et 15 kN dans l'acier E de structure totalement en lattes. La déformation plastique d'une éprouvette biphasée constituée de noyaux de phase "dure" (ferrite en lattes) délimités par un réseau continu de phase "molle" (ferrite proeutectoïde et/ou ferrite aciculaire) conduit à une concentration de la déformation dans la phase tendre. Ce mécanisme facilite l'amorçage de la rupture et conduit à une dégradation de la résilience.

La hiérarchie des températures de transition des aciers A, C, D et E est conforme à cette remarque.

Les températures de transition T_k 28 J des aciers D et A, constitués de ferrite proeutectoïde et de ferrite aciculaire, sont égales à -50°C . L'acier E, de structure essentiellement en lattes est moins résilient (T_k 28 J = -30°C). L'association de la bainite en lattes avec la ferrite proeutectoïde et la ferrite aciculaire, conduit à un comportement inférieur, comme le montre la température de transition de l'acier D (T_k 28 J = -20°C).

Ces observations sont compatibles avec la présence de carbures et de plages perlitiques à l'interface ferrite proeutectoïde - ferrite en lattes.

E.2.2.4 Ferrite aciculaire - Ferrite en lattes

Deux mécanismes peuvent intervenir pour expliquer les rôles respectifs de la ferrite en lattes et de la ferrite aciculaire sur la résilience de la Z.A.C. :

- un effet relatif à la taille de "grain efficace"
- un effet associé à la morphologie et à la nature du constituant "M.A.C".

Le premier suppose que la rupture fragile est régie par l'amorçage dans une structure homogène. Il est alors possible d'utiliser les travaux de NAYLOR J.P. (1976) qui montrent que la température de transition des aciers en lattes est fonction du diamètre de paquet et de l'épaisseur des lattes (relation E.16). Dans les aciers constitués de ferrite aciculaire, l'unité structurale qui contrôlera la résilience sera la taille de grains ferritiques ($\sim 3 \mu\text{m}$) qui est inférieure à celle du grain efficace D_e ($\sim 7 \mu\text{m}$) des structures en lattes. En supposant la non variation des paramètres A_1 et A_2 avec la structure, il apparaît alors probable que la ferrite aciculaire présente une meilleure résilience que la ferrite en lattes.

Cette interprétation ne fait pas intervenir la contribution des micro-phases "M.A.C", de morphologies différentes dans les deux structures et dont l'importance peut être considérable.

Dans les structures aciculaires, les plages "M.A.C" sont équiaxes et sous formes d'îlots. Dans les structures en lattes, les constituants "M.A.C" sont interlattes et de rapport de forme élevé.

Il est généralement admis que dans les structures contenant des carbures, l'amorçage de la rupture dépend essentiellement de la taille de ces particules (CURRY D.A. 1980). De façon similaire, KASAMATSU Y. (1979) et CHEN J.M. (1984) ont établi que le constituant "M.A.C" est à l'origine de l'amorçage de la rupture dans la zone affectée par la chaleur des aciers à bas carbone. Deux mécanismes sont mis en évidence en fonction de la température (CHEN J.M. 1984).

. A température ambiante, l'aptitude à la déformation plastique de la ferrite est plus importante que celle de l'austénite retenue ou de la martensite, qui contiennent 0,7 % C. L'accommodation des déformations plastiques est à l'origine d'une rupture prématurée du constituant "M.A.C", ou d'une décohésion de cette phase. La rupture par clivage s'amorcera à partir de ces défauts.

. A 77°K, le constituant "M.A.C" joue le rôle de concentrateur de contraintes. Les déformations plastiques et la triaxialité des contraintes concentrées en ces points facilitent l'amorçage de la rupture fragile.

Ces interprétations sont en accord avec l'hypothèse relative à l'influence de la morphologie du constituant "M.A.C" sur la résilience de la zone affectée par la chaleur.

Dans le cas d'une microphase de forme équiaxe, l'accommodation des déformations plastiques sera plus aisée que pour une particule de rapport de forme élevé du fait de l'anisotropie du système. Par ailleurs, les concentrations de contraintes seront moindres au voisinage des îlots "M.A.C" qu'à proximité des microphases "M.A.C" interlattes.

Hormis cet effet de forme, il convient également de considérer les propriétés mécaniques intrinsèques des constituants "M.A.C" qui dépendent de leurs compositions. Dans le cadre de cette étude, les teneurs en carbone des constituants "M.A.C" peuvent contribuer aux écarts de résilience observés dans les aciers C, D et E.

Le constituant "M.A.C" qui contient 0,5 % de carbone dans l'acier D est plus ductile que celui des aciers C et E qui renferme 0,7 % de carbone. L'accommodation des déformations plastiques, au voisinage des microphases, sera plus aisée dans l'acier D, avec la conséquence d'une résilience améliorée.

A la lumière de cette réflexion, les influences des paramètres structuraux sur la résilience de la Z.A.C des aciers sont regroupées dans le tableau E.5.

Tableau E.5 : relation entre la structure et la résilience de la Z.A.C.

N libre ($N < 4 \cdot 10^{-3} \%$) ↗	Effet non prépondérant - semble dégrader $\Delta Tk / \Delta [N]_{SS} < 7^{\circ}k / 10^{-3}\%$
\bar{D}_{γ} ($\bar{D}_{\gamma} < 300 \mu m$) ↗	Effet non prépondérant - semble dégrader $\Delta Tk / \Delta D^{-\frac{1}{2}} < -11^{\circ}k / mm^{-\frac{1}{2}}$
GF (ferrite proeutectoïde)	Dégrade en présence de ferrite en lattes
AF (ferrite aciculaire) / AC (ferrite en lattes)	Améliore la résilience par : - taille de grain efficace - morphologie des "M.A.C" - teneur en carbone des "M.A.C"

Ces résultats permettent une appréciation qualitative de la résilience des nuances après soudage mais n'autorisent aucune quantification du comportement à partir de la structure. Il révèle également la complexité du problème qui, pour être résolu de manière satisfaisante nécessite des études spécifiques non réalisées dans le cadre de cette étude.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES CITEES DANS LE CHAPITRE E

- **ABE T. AARONSON H.I., SHIFLET G.J.**

"Growth kinetics and morphology of grain boundary ferrite allotriomorphs in an Fe-C-V alloy"

Met. Trans A, 16 A, 1985, (521-527)

- **AKBEN M.G., CHANDRA T., PLASSIARD P., JONAS J.J.**

"Dynamic precipitation and solute hardening in a titanium microalloyed steel containing three levels of manganese"

Acta met., 1984, 32, 4, (591-601)

- **ASHBY M.F., EASTERLING K.E.**

"A first report on diagrams for grain growth in welds"

Acta met., 30, 1982, (1969-1978)

- **BISS V., CRYDERMAN R.L.**

"Martensite and Retained Austenite in Hot-Rolled Low Carbon Bainitic Steels"

Met. trans., Vol 2, 8, 71, (2267-2276)

- **BOWEN A.W.**

Met. trans., 1, 1695, 1970, (2767-)

- **BRADLEY J.R., AARONSON H.I.**

"Growth kinetics of grain boundary ferrite allotriomorphs in Fe-C-X alloys"

Met. Trans. A, 12 A, (1729-1741)

- **CHEN J.M., KIKUTA Y., ARAKI T., YONEDA M., MATSUDA Y.**

"Microfracture behaviour induced by "M.A." constituent in simulated welding heat affected zone of H.T. 80 high strength low alloyed steels".

Acta Met., 32, 10, 1984, (1779-1788)

- **CURRY D.A.**

"Cleavage micromechanisms of crack extension in steels"

Met. Science, 1980, (319, 326)

- **DESALOS Y., LAURENT R.**

"Mise en solution du titane dans des aciers au carbone manganèse. Conséquences sur la trempabilité et le durcissement par précipitation"

Rapport IRSID R.I., 662, 1977

- **DESALOS Y. LAURENT R.**

"Microstructures et caractéristiques mécaniques d'aciers bainitiques à basse teneur en carbone"

Mem. Scient. Rev. Met., 1979, (73-107)

- **DE SY A., VIDTS J.**

"Métallurgie structurale"

DUNOD, Paris, 1962

- **EASTERLING K.E.**

"Introduction to the physical metallurgy of welding"

Butterworth Edt, 1983

- **Mc FARLAND W.H.**

Trans. A.I.M.E., 233, 1965, (2028-)

- **HAHN A., ROSENFELD A.R.**

"The influence of a fine dispersion on the cleavage strength of iron"

Trans. Met. Soc. A.I.M.E., 239, 1967, (668-)

"A modified double pile up treatment of the influence of grain size and dispersed particules on brittle fracture"

Acta Met., 14, 1966, (1815-)

- **HONEYCOMBE R.W.K.**

"Steels - Microstructure and properties"

Edt E. Arnold 1981

- HOUGHTON D.C., WEATHERLY G.C., EMBURY J.D.

"Microchemistry of carbonitrides in the H.A.Z. of H.S.L.A. steels"

Proc. Int. Conf. on Adv. of Phys. Metal. and Applic. of Steels,
Liverpool 1981

Met. Soc., 1982, (136-146)

- HVRINAK I.

"Relation et interdépendance entre le développement de la métallurgie et celui de la technique du soudage"

Soudage tech. Connexes, 1978, (290-304)

- JACK D.H.

"The orientation relationships of interstitial phases in iron"

Mat. Sci. Eng., 13, 1974, (19-27)

- JESSER W.A.

"On the theory of loss of coherency by spherical precipitates"

1968, (993-999)

- JONAS J.J., WEISS I.

"Effect of precipitation on recrystallization in microalloyed steels"

Met. Science, 1979, (238-245)

- KAN T., HIROMATSU M., HARUO K.

"Improved in H.A.Z. toughness of low temperature service Al-killed steel for high heat input welding"

Trans. I.S.I.J., 25, 1985, B 357

- KANAZAWA S., NAKASHIMA A., OKAMOTO K., KANAYA K.

"Improvement of weld fusion zone toughness by fine TiN"

Trans. I.S.I.J., 16, 1976, (486-495)

- **KASAMATSU Y., TAKASHIMA S., HOSOYA T.**

"Influence of Martensite - Austenite Constituent on Toughness of H.A.Z. of High Strength Weldable Structural Steels"

J.I.S.I.J., 65, 1979, (92-101)

- **KUNZE J.**

"Solubility product of Titanium Nitride in Iron"

Met. Science, Vol 16, avril 1982, (217-218)

- **KUROKAWA S., RUZZANTE J.E., HEY A.M., DYMENT F.**

"Diffusion of Nb in Fe and Fe alloys"

Met. Science, 17, 1983, (433-438)

- **LESLIE W.C., RICKETT R.L., DOTSON C.L., WALTON C.S.**

"Solution and precipitation of aluminium nitride in relation to the structure of low carbon steels"

Trans. A.S.M., 46, 1954, (1470-1497)

- **LOBERG B., NORDGREN A., STRID J., EASTERLING K.E.**

"The role of alloy composition on the stability of nitrides in Ti-microalloyed steels during weld thermal cycles"

Met. Trans. A, 15, 1984, (33-41)

- **LORIMER G.W.**

"Sequences of intragranular nucleation and precipitation at grain and subgrain boundaries"

Solid - Solid phase transft., 1981, Met. Soc. AIME (613-635)

Edt H.I. AARONSON et al

- **MATSUDA S., KAGEYAMA H.**

"Effect on TiN particles on the proeutectoid ferrite reaction"

Tetsu to Hagané, 10, 1976, (1356-1362)

- **NABARRO F.**

Proc. Phys. Soc., 1940, 52, 90

Proc. Phys. Soc., 1940, 175, 519

- **NAYLOR J.P.**

"Relation entre les propriétés mécaniques et la sous-structure des aciers en lattes, martensitiques et bainitiques"

Thèse de doctorat d'état, I.N.P. Lorraine, 1976

- **NILAN T.G.**

"Austenite decomposition at high pressure"

Symp. "trans. and Harden. in steels"

Climax Molybdenum, 1967

- **OHMORI Y., OHTANI H., KUNIKATE T.**

Trans. I.S.I.J. 12, 1972, (146-)

- **OHTANI H., TERASAKI F., KUNITAKE T.**

Trans. I.S.I.J., 12, 1972, (118-)

- **PIKERING F.B.**

"The structure and properties of bainite in steels"

Symp. "trans. and Harden. in steels"

Climax Molybdenum, 1967

- **ROBERTS M.J.**

Met. Trans. 1, 1970, (3287 -).

- **ROTWELL A.B., Mc GRATH J.T., GLOVER A.G., GRAVILLE B.A., WEATHERLY G.C.**

"Heat - affected - zone toughness of welded joints in microalloy steels"

CANMET REPORT 79-6

- **SARIKAYA M., THOMAS G., STEEDS J.W.**

"Solute element partitioning and austenite stabilization in steels"

Solid - Solid phase Transft., 1981, Met. Soc. A.I.M.E. (1421-1425)
Edt H.I. AARONSON et al

- **SHAMS N.**

"Microstructure of continuous cooled niobium steels"

Journal of Metals, dec. 1985, (21-24)

- **SHARMA R.C., LAKSHMANAN V.K., KIRKALDY J.S.**

"Solubility of Niobium Carbide and Niobium Carbonitride in alloyed austenite and ferrite"

Met. Trans. A, 15, 3, 1984, (545-553)

- **STRID J., EASTERLING K.E.**

"On the chemistry and stability of complex carbides and nitrides in micro alloyed steels"

Acta Met., 33, 11, 1985, (2057-2074)

- **SUZUKI M., TSUKADA K., WATANABE I.**

"Newly developed Arctic grade high al/low N/micro Ti type offshore structural steel",

London 1982, paper 16

- **SUZUKI S., WEATHERLY G.C., HOUGHTON D.C.**

"The response of carbo-nitride particles in H.S.L.A. steels to weld thermal cycles"

Acta Met., 35, 2, 1987, (341-352)

- **TAILLARD R.**

"Etude de la précipitation de la phase intermétallique Ni-Al et du durcissement structural associé dans des alliages inoxydables ferritiques à 19 % de chrome"

Thèse de doctorat d'état, Univ. Paris Sud, 1979

- **THOMAS M.H., MICHAL G.M.**

"The influence of niobium and Nb (C,N) precipitation on the formation of proeutectoid ferrite in low alloy steels"

Solid - Solid phase transft. 1981, Met. Soc. of A.I.M.E. (469-473)
Edt H.I. ARRONSON et al.

TOTH L.E.

"Transition Metal Carbides and Nitrides"

Academic Press, New York and London, 1971

- **TURKALO A.M.**

Trans A.I.M.E., 218, 1960, (24-)

- **VAN DER MERWE J.H.**

"Cristal interfaces"

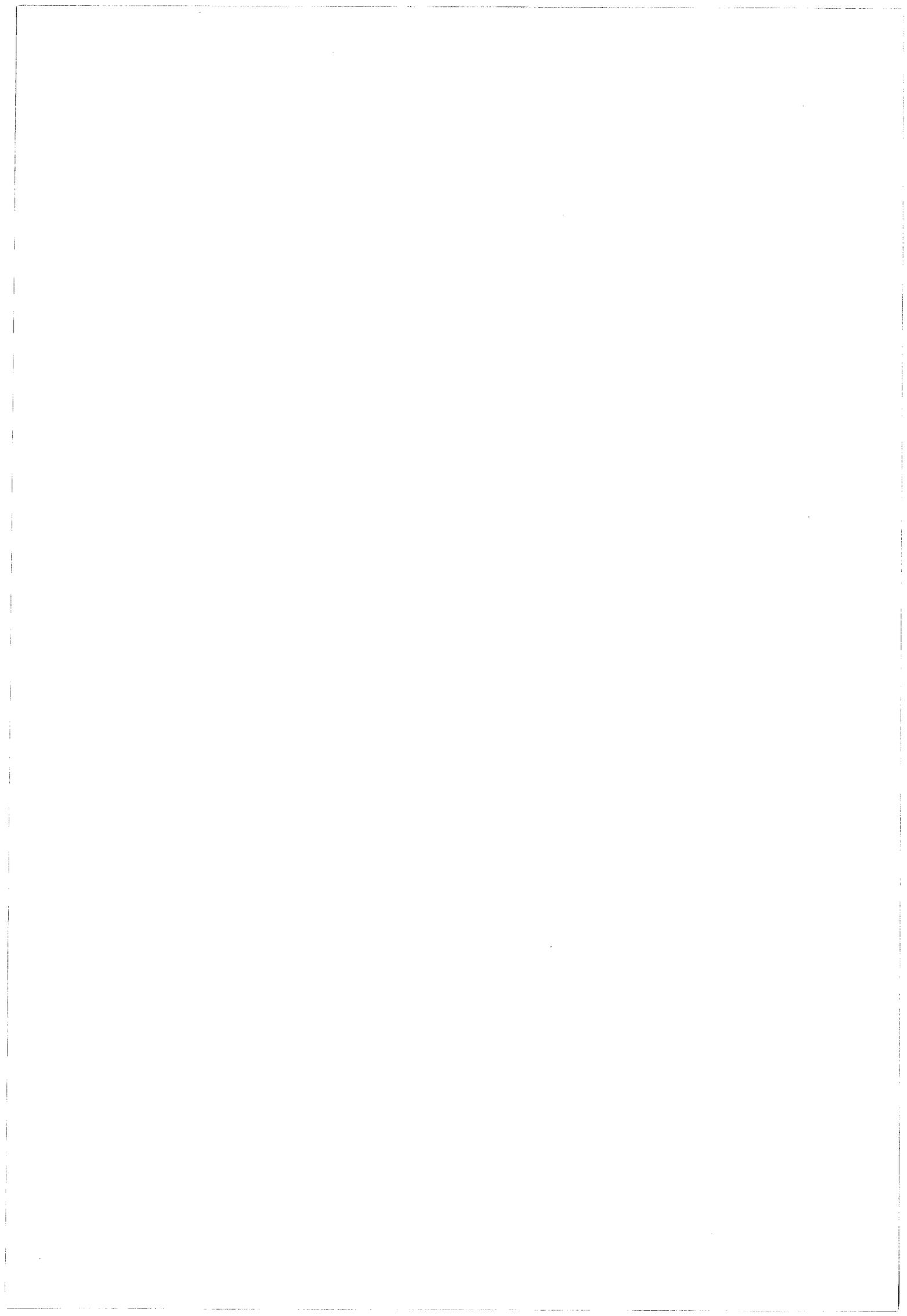
Journal of applied Physics, 34, 1, 1963, (117-127)

- **WOODFIELD A.J., RAISON J.M., LORETTO M.H., SMALLMAN R.E., COCHRANE R.C.**

"Microanalysis in heat treatment of micro alloy steels"

Proc. Conf. Heat Treat., Shangai,

Met. Soc, 1983, (141-152)



CONCLUSION GENERALE

Le développement des procédés de soudage avec fort apport d'énergie est à l'origine de la mise au point de nouvelles nuances d'aciers susceptibles d'être assemblés tout en conservant de bonnes propriétés de résilience dans la zone affectée par la chaleur. Une des voies utilisées est la réalisation d'une précipitation fine et homogène de nitrures de titane dont l'action supposée est de :

- contrôler la taille de grains austénitiques à haute température,
- piéger l'azote libre,
- favoriser la germination intragranulaire de ferrite.

Une addition de niobium, essentielle à l'obtention de bonnes propriétés mécaniques de traction réduit l'efficacité du nitrure de titane sur la résilience de la Z.A.C.

L'étude de cinq nuances d'aciers microalliés au titane et contenant ou non du niobium permet, d'une part, d'évaluer l'influence du niobium sur la résilience de la Z.A.C et d'autre part, de conclure sur les mécanismes métallurgiques à l'origine des effets favorables du titane et néfaste du niobium.

La phase initiale de l'étude a consisté en une évaluation de la résilience de la zone affectée par la chaleur par essais CHARPY V instrumentés. A cette occasion, nous avons développé une méthode originale de dépouillement des fractogrammes. Les aciers uniquement microalliés au titane, dans lesquels le rapport massique Ti/N est égal ou inférieur à 3 présentent la meilleure résilience. L'addition de $30 \cdot 10^{-3}$ % de niobium, ou la surstoechiométrie en titane (Ti/N = 7) entraîne une dégradation qui peut atteindre 40°C au niveau de Tk 28 J. Le dépouillement des fractogrammes CHARPY V révèle, par ailleurs, que la Z.A.C des différents aciers présente un comportement en traction variable, malgré la similitude de leur analyse et du traitement thermique de soudage suivi. Cette différence a pour origine une modification de microstructure comme le montrera l'analyse métallographique.

La deuxième partie de l'étude consiste en une analyse fine de la microstructure des aciers par microscopie optique, microscopie électronique en transmission, spectrométrie Mössbauer et analyse des phases par voie chimique.

La comparaison des états de précipitation à l'état normalisé et après cycle thermique de soudage montre que les précipités de nitrure de titane, ne sont pas entièrement remis en solution au cours du soudage. Ils permettent un contrôle limité de la taille des grains austénitiques. Les précipités de carbonitride de niobium et carbure de titane observés à l'état normalisé sont, par opposition, totalement remis en solution dans la zone affectée par la chaleur. Le développement d'un modèle de remise en solution des précipités, en condition anisotherme, à partir de données bibliographiques, s'accorde avec ces observations. Après soudage, une fraction importante du niobium se trouve en solution solide dans l'austénite.

La microstructure de la zone affectée par la chaleur des cinq nuances révèle de nombreuses différences.

Dans les aciers uniquement microalliés au titane, la structure est composée de ferrite aciculaire et d'un réseau de ferrite proeutectoïde à l'aplomb des anciens joints de grains austénitiques. Nous montrons pour la première fois que la ferrite aciculaire résulte de la germination intragranulaire de ferrite sur les précipités de nitrure de titane. Les précipités satisfont aux relations d'orientation de BAIN avec la ferrite. Un examen approfondi des critères énergétiques relatifs à la germination hétérogène de la ferrite, établit que les précipités de nitrure de titane sont incohérents avec l'austénite et vraisemblablement cohérents avec les germes de ferrite.

Les aciers microalliés au niobium présentent une structure qui se distingue par un taux de ferrite proeutectoïde inférieur et une proportion importante de ferrite en lattes, malgré la présence de nitrure de titane. La non observation de la ferrite aciculaire résulte de l'inhibition de la germination intragranulaire de la ferrite. Deux hypothèses sont envisagées qui considèrent l'influence de la teneur en niobium en solution solide dans l'austénite :

- Un enrichissement local en niobium au voisinage des précipités de nitrure de titane est à l'origine d'un accroissement de la stabilité de l'austénite.

- La précipitation des carbonitrides de niobium sur les nitrures de titane qui servent de germes accroît le paramètre de maille apparent des nitrures. Dans ce cas, les conditions énergétiques de germination hétérogène de ferrite ne sont plus satisfaites.

Quelle que soit la structure, nous avons observé après soudage une teneur non négligeable en austénite résiduelle (typiquement 5 %), partiellement décomposée en martensite et/ou carbures. Dans la ferrite aciculaire, le constituant M.A.C se présente sous forme d'îlots de faible rapport de forme. Il adopte une morphologie interlattes de rapport de forme élevé dans la ferrite en lattes. La spectrométrie Mössbauer a permis d'atteindre la teneur en carbone de l'austénite résiduelle qui est comprise entre 0,5 % et 0,7 % soit sept fois la teneur nominale de l'acier. Les mécanismes de stabilisation de l'austénite résiduelle et d'enrichissement en carbone sont discutés. Ils révèlent que la stabilisation a deux origines : l'enrichissement en carbone, prévisible par une extrapolation de type HULTGREN, et l'abaissement des températures de transformation martensitiques sous l'effet des contraintes générées par la transformation austénite ferrite.

A la lumière de ces résultats, une réflexion qualitative sur l'influence des paramètres structuraux vis-à-vis de la résilience de la zone affectée par la chaleur permet de dégager les points suivants :

- la dégradation maximale attribuable à la teneur en azote en solution solide est de $+ 7^{\circ}\text{K}/10^{-3} \%$ au niveau de Tk 28 J.

- le contrôle de la taille de grains austénitiques se traduit par un abaissement maximal de la température de transition Tk 28 J de $11^{\circ}\text{K}/\text{mm}^{-\frac{1}{2}}$.

- la ferrite proeutectoïde contribue à une dégradation de la résilience quand elle est associée à de la ferrite en lattes.

- le meilleur comportement de la ferrite aciculaire comparativement à celui de la ferrite en lattes résulte d'une taille de "grain efficace" réduite, et de la morphologie équiaxe et de la teneur réduite en carbone du constituant "M.A.C".

Cette étude fournit une réponse aux questions posées à l'origine de l'étude, sur les effets du titane et du niobium, vis-à-vis de la résilience de la Z.A.C, à savoir :

- l'amélioration de la résilience de la Z.A.C, due à la présence de nitrure de titane, résulte essentiellement de la microstructure de la ferrite aciculaire.

- la dégradation associée à la présence de niobium est imputable à l'inhibition de la germination intragranulaire de ferrite sur les nitrures de titane, d'où la présence de ferrite en lattes. L'influence du niobium sur la stabilité des précipités de nitrure de titane et le contrôle de la taille de grains austénitiques est négligeable.

A la lumière de cette étude, se précisent de nombreuses interrogations, dont la réponse permettra une meilleure prévision du comportement de ces nuances.

Nous avons montré que la température de réchauffage avant laminage conditionne le taux de substitution des nitrures de titane par le niobium. Compte tenu du rôle de la structure cristallographique, donc de la composition chimique des précipités de TiN après soudage, il apparaît essentiel d'évaluer l'influence de l'histoire thermique du matériau sur la structure et la composition des précipités, et ainsi, sur la microstructure de la Z.A.C.

Corrélativement, il convient d'identifier le rôle exact du niobium sur la germination intragranulaire de la ferrite aciculaire qui conditionne les propriétés de résilience de la Z.A.C.

L'inhibition de la germination et de la croissance de la ferrite proeutectoïde, que l'on attribue après soudage au niobium, n'est pas expliquée. La compréhension de cet effet est nécessaire pour prévoir et évaluer le comportement en résilience des aciers après soudage.

Les cinq nuances étudiées présentent des compositions en azote proches, qui conduisent à des teneurs en azote en solution solide voisines et très faibles. La connaissance de la contribution sur la résilience de la Z.A.C des très faibles teneurs en azote en solution solide, mérite un examen particulier, dans le but d'une meilleure définition analytique des nuances.

La corrélation entre la structure et la résilience de la Z.A.C nécessite l'identification des composantes structurales et la compréhension des mécanismes à l'origine de l'amorçage de la rupture fragile dans les structures bainitiques. Cette étape est nécessaire, pour l'interprétation de tous les résultats de résilience à partir de l'analyse chimique des aciers. La corrélation entre la structure et la résilience n'est que partiellement résolue dans cette étude.

Ce mémoire révèle, par ailleurs, que la germination intragranulaire de ferrite est compatible avec la présence de vanadium dans l'acier. Quelques auteurs confèrent à ces nuances un bon comportement après soudage. La définition de nuances microalliées au vanadium et au titane constitue peut être une alternative permettant de concilier, résilience de la Z.A.C et propriétés mécaniques en traction du métal de base. Ce résultat n'est que partiellement atteint avec l'addition de niobium.



ANNEXE I**Soudabilité**

La soudabilité traduit l'aptitude au soudage d'un acier, par un procédé donné, tout en conservant à la structure des caractéristiques de tenue en service satisfaisantes. Il est nécessaire, pour évaluer la soudabilité d'étudier de nombreuses propriétés définies par les conditions de service et de mise en oeuvre, dont une liste a été établie par HANNERZ N.E. (1980).

La fissuration à chaud

Elle est rencontrée le plus fréquemment dans le cordon de soudure. Elle intervient pendant la solidification quand des contraintes de retrait s'appliquent sur des zones non encore parfaitement solidifiées. La géométrie du cordon d'une part, et la présence d'éléments qui abaissent la température de solidification (S, P, C) d'autre part, joue un rôle aggravant. Ils proviennent de la dilution du métal de base et du métal d'apport.

La fissuration à froid

La fissuration à froid intervient à basse température (<200°C). Elle résulte de la conjonction de 3 paramètres qui sont : une structure trempée, une teneur en hydrogène non nulle et l'existence de contrainte. L'hydrogène est introduit dans le métal au cours du soudage. La prévention contre la fissuration à froid consiste à adapter la procédure de soudage et la nuance d'acier pour éviter la présence d'une structure trempée, et/ou d'hydrogène et/ou de contrainte.

L'arrachement lamellaire

Quand la sollicitation est perpendiculaire à la direction de laminage, les inclusions jouent le rôle de concentrateur de contrainte. Le soudage en T de deux tôles est susceptible d'occasionner des efforts de retrait selon cette direction. Dans le cas de tôles à haute teneur inclusionnaire, il est possible d'amorcer des fissures selon ce processus qui en se propageant conduisent à l'arrachement lamellaire.

Résistance à la fatigue

La discontinuité formée par les cordons de soudure occasionne des concentrations de contrainte, si aucune précaution n'est prise. Dans le cas de sollicitation cyclique, les pieds de cordons seront le lieu d'amorçage des fissures de fatigue.

Tenacité de la soudure (métal fondu, Z.A.C)

La tenacité est une caractéristique qui revêt une importance prépondérante dans le cas de l'utilisation de la structure soudée dans des conditions sévères. Elle résulte du triplet : matériau d'apport, métal de base et procédure de soudage qui conditionnent la structure donc l'aptitude à la rupture fragile.

L'adoucissement dû au soudage

Les propriétés mécaniques en traction des tôles à haute limite d'élasticité peuvent provenir de traitement thermo-mécanique (cas des aciers trempés-revenus). Parallèlement à la ligne de fusion, le déplacement du solide thermique impose un cycle, dont la température maximale est légèrement supérieure à A_{c3} , similaire à un recuit de normalisation. Dans le cas des aciers précédemment mentionnés, cette zone présente, après refroidissement, des caractéristiques intrinsèques de traction inférieures à celle du métal de base. Elle est dite adoucie. Il est nécessaire de prévoir son comportement dans la conception de la structure.

La fragilisation après revenu de détente

Le revenu de détente ($\sim 600^{\circ}\text{C}$) est souvent imposé pour réduire les contraintes internes après soudage. La fragilisation résulte de la précipitation de carbures, de dispersoïdes, de la transformation de phases métastables ... dans la structure brute de solidification. Ce mécanisme peut induire une fragilisation.

Une fragilisation de type réversible est également susceptible d'intervenir suite à un revenu de détente.

La fissuration au revenu de détente

Les aciers résistant au fluage peuvent se fissurer suite à un revenu de détente après soudage. Les hétérogénéités de ductilité, entre les joints de grains et le noyau des grains, entraînent pendant le détentionnement des concentrations de déformation plastique au niveau des joints de grains et ainsi une fissuration.

La corrosion

...

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES CITEES DANS L'ANNEXE I

- HANNERZ N.E., NORDSTROM C.

"Choix de l'acier approprié et soudabilité"

Matériaux et techniques, avril - mai 1980, (153 - 163)

Références complémentaires

- LIEGEOIS J.

"Considérations pratiques sur le soudage et la soudabilité des aciers microalliés à haute limite d'élasticité"

Soud. et tech. connexes, 9 - 10, 1980

ANNEXE IIMICROSTRUCTURES DE LA ZONE AFFECTEE PAR LA CHALEUR

Cette annexe présente les structures les plus fréquemment rencontrées dans la zone affectée par la chaleur. Cette description a pour but de définir le vocabulaire et les conditions d'apparition des différentes structures.

La base de ce chapitre réside dans les descriptions faites pour le métal fondu par EASTERLING K.E (1983) et par la sous-commission IX.J. de l'I.I.S (1985). L'analogie des structures du métal fondu et de la zone affectée par la chaleur autorise cette association.

Les figures II.1 et II.2 rassemblent les diverses structures, qui par similitude avec les phases mentionnées dans un diagramme T.R.C se répartissent suivant 3 constituants principaux :

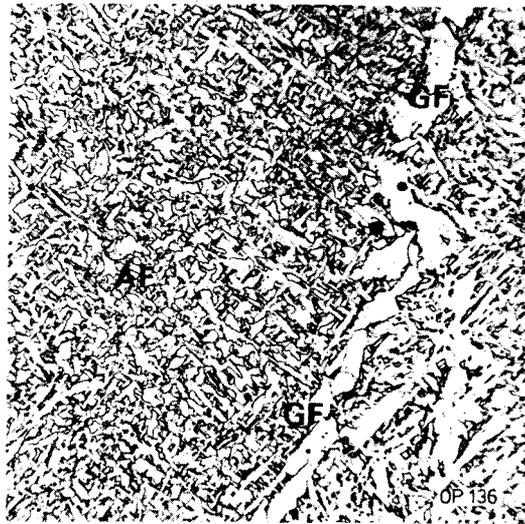
- la ferrite proeutectoïde
- la bainite
- la martensite

La ferrite proeutectoïde (G.F.) est obtenue après refroidissement lent. Elle correspond à des cristaux allotriomorphes* de ferrite formés à haute température (650°C) à l'aplomb des joints de grains austénitiques (DUBE C.A. 1958). Ces cristaux forment un réseau qui dessine la structure primaire. Une seconde forme de ferrite proeutectoïde (P.F.) est observée. Elle correspond aux cristaux idiomorphes* de ferrite ayant germé de manière intragranulaire dans cette gamme de température. Ils présentent une forme équiaxe et leur taille est importante. La microscopie électronique en transmission permet très difficilement de différencier ces deux types de ferrite avec certitude. La ferrite proeutectoïde est généralement accompagnée de plages perlitiques "P" de très petites tailles. Ces zones sont très facilement identifiables par microscopie électronique en transmission.

* Allotriomorphe : qualificatif des cristaux ayant germé de manière semi-cohérente sur les joints de grains austénitiques.

* Idiomorphe : qualificatif des cristaux de ferrite ayant germé de manière intragranulaire à haute température.

EXEMPLES DE CONSTITUANTS MICROGRAPHIQUES



20µm

LEGENDE

F - Ferrite primaire	{ GF - Ferrite intergranulaire PF - Ferrite intragranulaire polygonale
AF - Ferrite aciculaire	
AC - Ferrite avec alignements de MAC	
FC - Agrégat ferrite-carbure (y compris la perlite)	
M - Martensite	

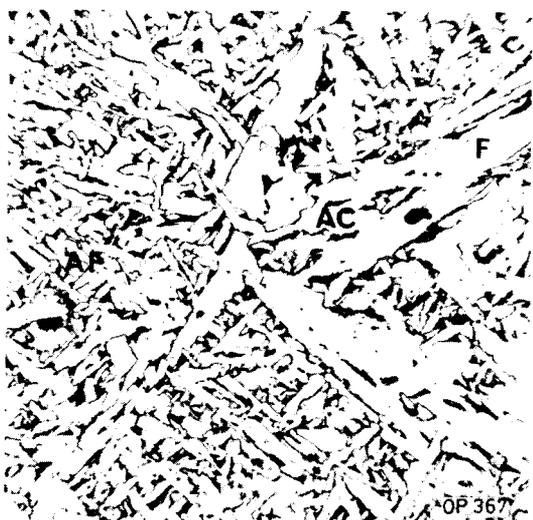
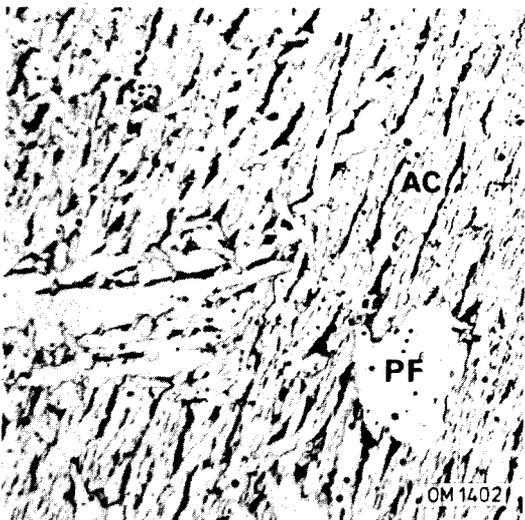
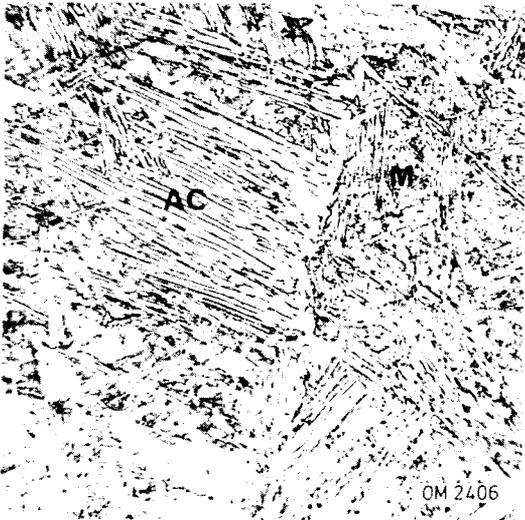
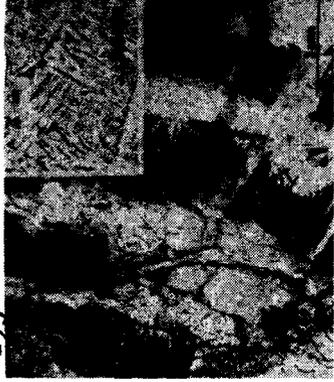


Figure II-1 : exemple de constituants micrographiques (I.I.S 1985) rencontrés dans le métal fondu



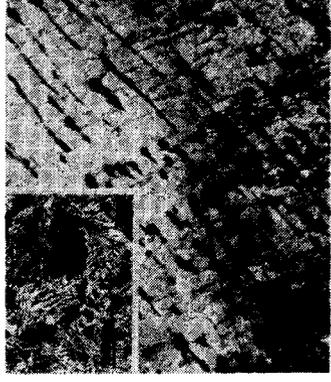
(a) ferrite and pearlite



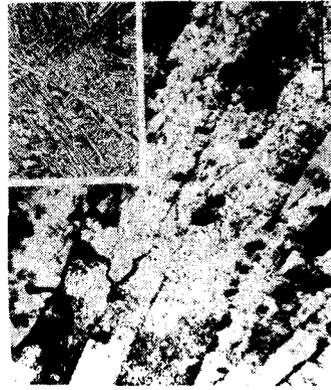
(b) Widmanstätten side plates and pearlite



(c) acicular ferrite (AF)



(d) periodic pearlite



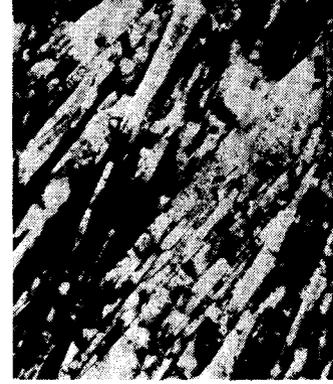
(e) upper bainite plus cementite



(f) upper bainite and retained austenite. (AC)



(g) lower bainite



(h) lath martensite (M)

Figure II-2 : exemple de microstructures observées dans le métal fondu après refroidissement (K. EASTERLING - 1983)

La transformation de l'austénite à plus basse température, typiquement inférieure à 600°C, conduit à des structures dites de trempes intermédiaires.

Dans la gamme de températures où la diffusion du carbone est possible, on observe deux types de structure communément confondus sous le nom de bainite supérieure :

- une structure en lattes résultant de la croissance, suivant le mécanisme de WIDMANSTATTEN, de cristaux de ferrite à partir des cristaux de ferrite proeutectoïde, ou des joints de grains austénitiques. La largeur des lattes atteint 1 μm (figures II.1, II.2 b) e) et f)). Ce mécanisme s'accompagne d'une diffusion du carbone de l'interface α/γ vers l'austénite, ce qui conduit à la formation de zones interlattes riches en carbone qui subsistent à basse température sous forme d'une microphase appelée "M.A.C" constituée d'austénite résiduelle, de martensite ou de carbures. Suivant les auteurs, la morphologie de bainite obtenue est appelée "ferrite en lattes avec alignement de M.A.C" (A.C) ou bainite supérieure en lattes. Le rapport de forme (longueur/largeur) des lattes de ferrite est supérieur à 4.

- une structure présentant un aspect plus équiaxe, où les cristaux de ferrite sont susceptibles de germer de manière intragranulaire sur des inclusions ou des précipités. Le mécanisme conduit à une structure à grains fins de tailles voisines de 1 μm présentant un rapport de forme peu élevé inférieur à 4. Dans cette structure, les zones riches en carbone de type "M.A.C" sont présentes sous formes d'îlots. Cette morphologie est appelée "ferrite aciculaire" (A.F) malgré le faible rapport de forme (figures II.1, II.2 c)).

Aux températures inférieures, la diffusion du carbone est limitée, les structures obtenues sont constituées de ferrite en lattes, dont la largeur est inférieure à 1 μm . Le carbone est en sursaturation dans la ferrite et l'on note très faiblement la présence de "M.A.C". Cette phase est appelée bainite inférieure.

Aux vitesses de refroidissement élevées, la transformation de l'austénite conduit à une structure de type martensitique (M) représentée (figure II.2.h)).

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES CITEES DANS L'ANNEXE II

- DUBE C.A., AARONSON H.I., MEHL R.F.

"La formation de la ferrite proeutectoïde dans les aciers au carbone"

Revue de Metallurgie, LV, n° 3, 1959, (201,210)

- EASTERLING K.E.

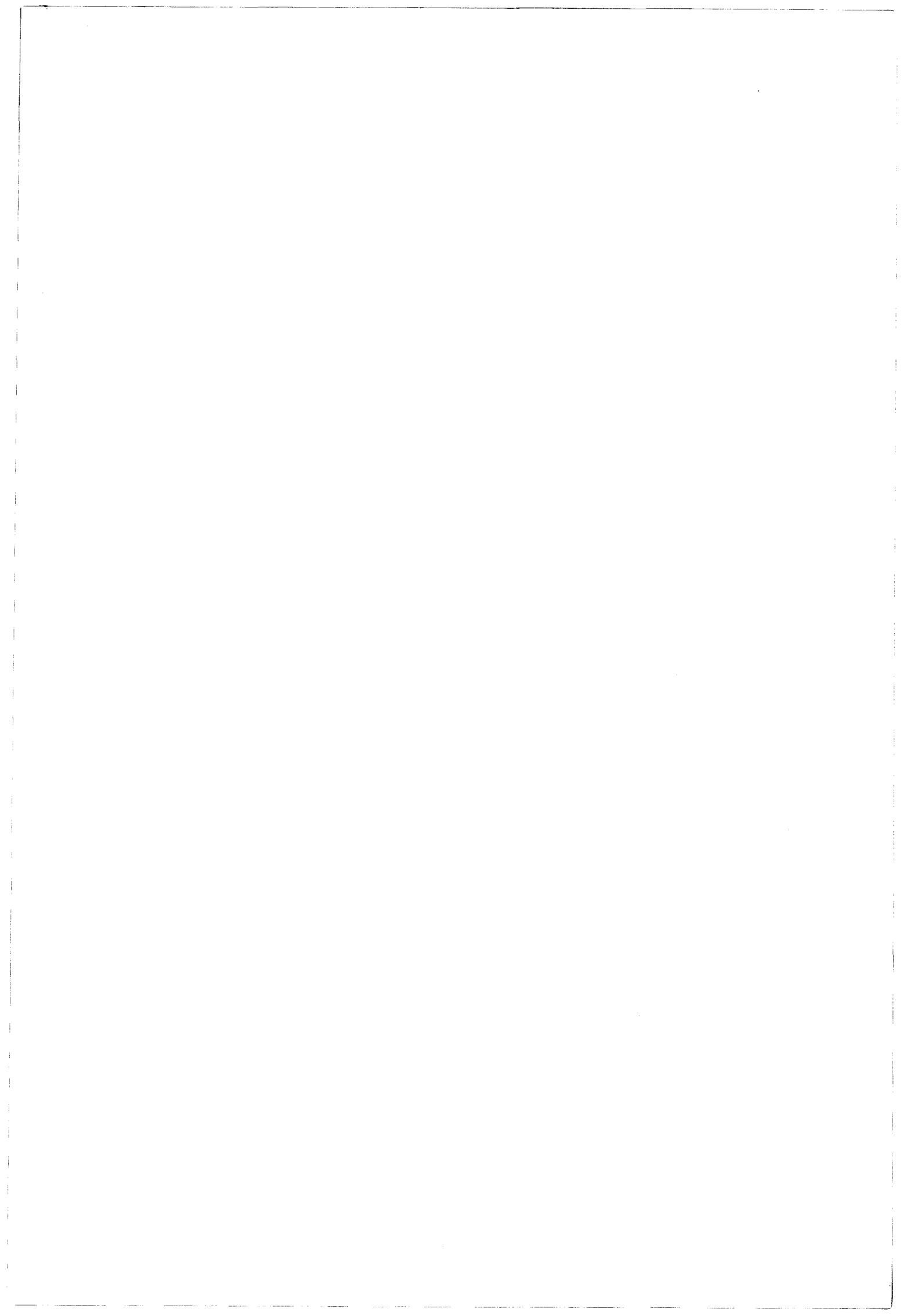
Introduction to the Physical Metallurgy of Welding

Butterworths Edt, 1983

- I.I.S

"Collection de microstructures du métal fondu et propriétés mécaniques correspondantes"

The Welding Institute Abington Hall, 1985



ANNEXE IIIELEMENTS DE SPECTROMETRIE MOSSBAUER

La spectrométrie Mössbauer est basée sur l'absorption résonnante sans recul des photons γ par le noyau atomique. A l'état d'équilibre, le noyau atomique se trouve sur un niveau d'énergie E_i . A l'état excité, l'énergie est E_e . Le retour à l'état d'équilibre s'accompagne de l'émission d'un photon γ d'énergie E_o tel que :

$$E_o = E_e - E_i - E_r = h \frac{c}{\lambda} \quad (\text{III.1})$$

où h est la constante de Planck, c la célérité de la lumière et λ la longueur d'onde du photon γ . E_r représente l'énergie du recul du noyau due à l'émission du photon. Elle satisfait à la conservation de la quantité de mouvement du système. Dans le cas où les noyaux sont liés à un réseau cristallin, E_r est égale à zéro pour une fraction f d'entre deux. f représente le facteur de Lamb-Mössbauer. Il peut alors y avoir absorption résonnante.

Les interactions hyperfines

Plusieurs types d'interactions sont possibles. Des interactions d'origine électrique et des interactions d'origine magnétique. Les premières reposent sur un effet de taille du noyau et conduisent au déplacement isomérique ou à un effet associé à la répartition non sphérique des charges électriques liées au noyau, c'est l'effet quadrupolaire. Les secondes sont associées à l'interaction d'un champ magnétique H sur le moment magnétique du noyau. La dégénérescence des niveaux d'énergie est ainsi levée. C'est l'effet ZEEMAN nucléaire

Le déplacement isomérique

Le déplacement isomérique δ est lié à la taille du noyau. Il se traduit par un déplacement des niveaux d'énergie E_i et E_e schématisé sur la figure III.1.

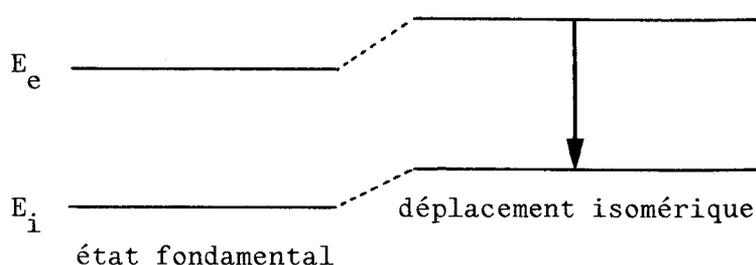


Figure III.1 : Modification des niveaux d'énergie par le déplacement isomérique

L'énergie d'absorption résonnante des photons γ est alors modifiée de δ . δ est une grandeur mesurée en se référant à un matériau connu, dans le cas d'alliage ferreux, le fer α .

L'effet quadrupolaire

Le moment électrique quadrupolaire lié à la non sphéricité du noyau et du nuage électronique se traduit par un éclatement des niveaux d'énergie. Pour le fer, le niveau fondamental reste dégénéré, tandis que le niveau excité est éclaté en 2 sous-niveaux.

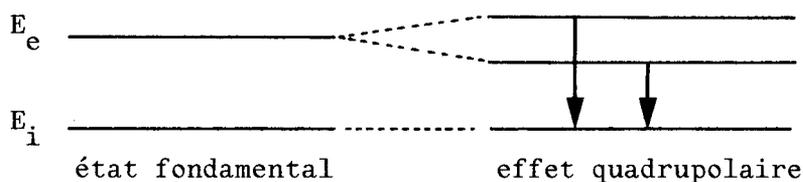


Figure III.2 : Levée partielle de dégénérescence par l'effet quadrupolaire.

La levée partielle de dégénérescence conduit à deux pics d'absorption dont l'écartement énergétique est directement relié au moment électrique quadrupolaire " E_q ".

L'effet ZEEMAN nucléaire

L'effet d'un champ magnétique H , sur le moment magnétique du noyau lève la dégénérescence des niveaux d'énergie. La figure III.3 reproduit ce mécanisme dans le fer α .

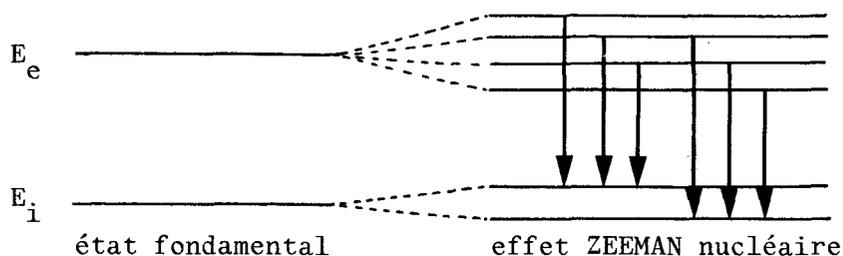


Figure III.3 : Levée totale de dégénérescence par le champ magnétique pour le cas du ^{57}Fe .

Le respect des règles de transition autorisent 6 énergies de résonance possibles. Un site magnétique donne ainsi naissance à six pics dont les positions déterminées par ajustement numérique conduisent à la connaissance de H.

Méthode expérimentale

La source est constituée de ^{57}Co qui est le parent radioactif du ^{57}Fe . L'obtention des spectres est réalisée par modulation, par effet Doppler, de l'énergie des photons γ dans la gamme d'énergie autorisée par l'absorption résonnante.

Les trois types d'interactions hyperfines peuvent agir simultanément. La connaissance de la position des pics d'absorption repérée par la vitesse de la source (figure III.4), autorise le calcul du déplacement isomérique δ , de l'effet quadrupolaire E_q et du champ H. Ces grandeurs sont définies par les équations

$$\delta = \frac{V_1 + V_2 + V_5 + V_6}{4} \quad \text{mm.s}^{-1}$$

$$E_q = \frac{(V_6 - V_5) - (V_2 - V_1)}{4} \quad \text{mm.s}^{-1}$$

$$H = 31,13 (V_6 - V_1) \quad \text{kOe}$$

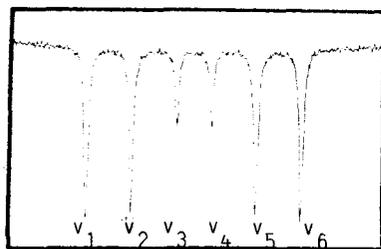


Figure III.4 Spectre Mössbauer du ^{57}Fe à température ambiante

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES UTILISEES DANS L'ANNEXE III

- FOCT J., LE CAER G.

"Applications de la spectrométrie Mössbauer à la métallurgie"

Bulletin C.E.M., Vol XIII, 1977, (381-429).

- JANOT C.

"L'effet Mössbauer et ses applications"

Masson Edt 1972.

<u>INTRODUCTION</u>	1
<u>Chapitre A. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE</u>	7
<u>A.1 LE CYCLE DE SOUDAGE</u>	7
A.1.1 L'apport d'énergie	7
A.1.2 Le transport de chaleur	8
A.1.3 Conséquences métallurgiques	12
<u>A.2 LE CYCLE THERMIQUE ET METALLURGIQUE SUIVI LE LONG DE LA LIGNE DE FUSION</u>	13
A.2.1 La transformation ferrite → austénite au chauffage	14
A.2.2 La stabilité des précipités	14
A.2.2.1 La mise en solution des précipités	21
A.2.2.2 Le grossissement des précipités	23
A.2.3 La croissance des grains austénitiques	24
A.2.4 La transformation de l'austénite au refroidissement propriétés mécaniques associées	27
<u>A.3 IMPORTANCE DE LA PRESENCE DE PRECIPITES STABLES A HAUTE TEMPERATURE</u>	29
A.3.1 Optimisation des teneurs en titane et en azote	29
A.3.2 Caractérisation de la microstructure des aciers	32
A.3.2.1 Contrôle de la taille de grains austénitiques	32
A.3.2.2 Influence du nitrure de titane sur la trempabilité	34
A.3.3 Etat de précipitation du nitrure de titane	35
A.3.4 Influence des éléments dispersoïdes autres que le titane sur l'état de précipitation. Conséquences sur le comportement de la Z.A.C.	36
A.3.4.1 Conséquences sur les propriétés mécaniques de la Z.A.C.	41
<u>A.4 CONCLUSION</u>	42
<u>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES CITEES DANS LE CHAPITRE A</u>	44

<u>Chapitre B. MATERIAUX ET PROCEDURES EXPERIMENTALES</u>	51
<u>B.1 MATERIAUX ETUDIES</u>	51
<u>B.2 PRELEVEMENTS</u>	52
<u>B.3 METHODES EXPERIMENTALES</u>	53
B.3.1 Préparation des éprouvettes simulées thermiquement	53
B.3.2 Conditions expérimentales	55
. Essais de résilience Charpy V	
. Microscopie électronique en transmission	
. Microscopie électronique à balayage	
. Spectrométrie Mössbauer	
. Diffraction des rayons X	
. Dilatométrie	
B.3.3 Techniques opératoires	56
. Microscopie optique	
. Microscopie électronique en transmission	
<u>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES CITEES DANS LE CHAPITRE B</u>	57
<u>Chapitre C. ESSAIS DE RESILIENCE ET RESULTATS</u>	59
<u>INTRODUCTION</u>	59
<u>C.1 L'ESSAI CHARPY</u>	59
C.1.1 L'essai Charpy classique	59
C.1.2 L'essai Charpy instrumenté	62
C.1.3 Relation fondamentale	66
<u>C.2 METHODES EXPERIMENTALES</u>	68
C.2.1 Montage	68
C.2.2 Organigramme de dépouillement des fractogrammes	69
<u>C.3 RESULTATS</u>	72
C.3.1 Essais de résilience Charpy V à l'état normalisé	72

C.3.1.1	Températures de transition	72
C.3.1.2	Résultats propres à l'instrumentation	74
C.3.2	Essais de résilience Charpy V après simulation de soudage	78
C.3.2.1	Températures de transition	78
C.3.2.2	Résultats propres à l'instrumentation	81
C.3.3	Faciès de rupture	85
C.3.4	Essais complémentaires	89
C.3.4.1	Essais de résilience Charpy V sur éprouvettes simulées avec $\Delta t'_{\frac{700}{300}} = 50$ s	89
C.3.4.2	Essais C.O.D sur joints réels	89
	<u>C.4 CONCLUSION</u>	92
	<u>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES CITEES DANS LE CHAPITRE C</u>	93
	<u>Chapitre D. ANALYSE STRUCTURALE</u>	95
	<u>D.1 ETUDE DES ACIERS A L'ETAT NORMALISE</u>	95
D.1.1	Analyse des structures	95
D.1.1.1	Microscopie optique	95
D.1.1.2	Microscopie électronique en transmission	95
D.1.2	Etat de précipitation	96
D.1.2.1	Extraction électrolytique	96
.	Diagramme de diffraction des rayons X sur résidus	
D.1.2.2	Etat de précipitation intergranulaire	101
D.1.2.3	Etat de précipitation intragranulaire	101
	<u>D.2 ETUDE DE LA ZONE AFFECTEE PAR LA CHALEUR</u>	109
D.2.1	Analyse des structures	109
D.2.1.1	Microscopie optique	109
D.2.1.2	Microscopie électronique en transmission	116

D.2.2 Etat de précipitation	116
D.2.2.1 Etat de précipitation intergranulaire	116
D.2.2.2 Etat de précipitation intragranulaire	117
D.2.2.3 Dosage des phases de l'azote	127
D.2.3 Cinétique de transformation en condition de soudage	130
D.2.4 Etude de l'austénite retenue	132
D.2.4.1 Microscopie électronique en transmission	132
D.2.4.2 Spectrométrie Mössbauer	134

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES CITEES DANS LE CHAPITRE D 140

Chapitre E. DISCUSSION DES RESULTATS 143

E.1 RELATION ENTRE LES TENEURS EN ELEMENTS DE MICROALLIAGE ET LA STRUCTURE DE LA ZONE AFFECTEE PAR LA CHALEUR 143

E.1.1 Considérations sur l'état de précipitation intragranulaire à l'état normalisé	143
E.1.2 Influence du cycle thermique de soudage sur l'état de précipitation	146
E.1.3 La croissance des grains austénitiques	151
E.1.4 La transformation de l'austénite au refroidissement	152
E.1.4.1 Rappel théorique sur la germination	153
E.1.4.2 Germination et croissance de la ferrite proeutectoïde	154
E.1.4.3 La ferrite aciculaire	155
. considérations générales sur la germination de la ferrite	
. sites de la germination de la ferrite aciculaire	
. énergie de surface précipité matrice	
. interface entre le nitrure de titane et la matrice austénitique	
. Interface entre le nitrure de titane et la ferrite aciculaire	
. conclusion sur le mécanisme de germination de la ferrite aciculaire	
E.1.4.4 Influence des éléments dispersoïdes en solution solide sur la germination de la ferrite aciculaire	161

E.1.5 Mécanismes de formation et de stabilisation de l'austénite retenue	165
<u>E.2 RELATION QUALITATIVE ENTRE LA STRUCTURE ET LA RESILIENCE DE LA ZONE AFFECTEE PAR LA CHALEUR</u>	168
E.2.1 Influence des éléments interstitiels	168
E.2.2. Influence de la microstructure	171
E.2.2.1 La précipitation intragranulaire	171
E.2.2.2 La taille de grains austénitiques	171
E.2.2.3 La ferrite proeutectoïde	172
E.2.2.4 Ferrite aciculaire - Ferrite en lattes	173
<u>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES CITEES DANS LE CHAPITRE E</u>	176
<u>CONCLUSION GENERALE</u>	183
Annexe I Soudabilité	189
Annexe II Microstructures de la zone affectée par la chaleur	193
Annexe III Eléments de spectrométrie Mössbauer	199

