

50376
1990
283

50376
1990
283
n° d'ordre : 580

THESE
présentée à
L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE FLANDRES-ARTOIS
pour l'obtention d'un
DOCTORAT
par
Pascal VERRIER

**INFLUENCE DE L'ANALYSE CHIMIQUE SUR LA
MICROSTRUCTURE ET LE COMPORTEMENT
MECANIQUE DE LA ZONE AFFECTEE PAR
LA CHALEUR D'ACIERS MICROALLIES
A 0,1 % DE CARBONE.**



Soutenue le 19 OCTOBRE 1990 devant la commission d'examen

Président	M. P. LACOMBE	U.T. ORSAY
Directeur de thèse	M. J. FOCT	USTLFA
Rapporteurs	M. G. BERANGER M. R. TAILLARD	U.T. COMPIEGNE USTLFA
Examineurs	M. G. SANZ M. F. SAUVAGE M. T. MAURICKX M. L. DEVILLERS	SOLLAC SOLLAC SOLLAC IRSID



Je prie Monsieur le Professeur **P. LACOMBE**, Membre de l'Académie des Sciences, 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 **SOLLAC** a initié et soutenu cette étude, j'exprime ma plus profonde gratitude à Monsieur **G. SANZ**, Directeur de la Recherche Développement Métallurgie Branche Produits Plats.

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 Monsieur 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 le Professeur **G. BERANGER**, dont la compétence en métallurgie est reconnue, trouve ici l'expression de ma sincère reconnaissance pour avoir accepté de participer à ce jury.

Le travail présenté ici doit beaucoup à Monsieur **J. LIEGEOIS**, et à Monsieur **F. SAUVAGE** responsable du Centre de Recherche Développement Métallurgie. Ils ont témoigné du plus vif intérêt pour cette recherche. Je leur adresse mes remerciements ainsi qu'à Monsieur **T. MAURICKX** et Monsieur **E. BOLLINGER** qui a su animer cette étude à un niveau industriel.

Monsieur **L. DEVILLERS** de l'**IRSID** spécialiste de la métallurgie me fait l'honneur d'examiner ce travail. Je le prie d'accepter l'assurance de ma reconnaissance.

Je remercie tous les ingénieurs et techniciens du **CRDM** de leurs contributions au bon déroulement de cette étude.

Que soient remerciés également :

Monsieur J. SABOT et Monsieur H. HOCQUAUX du Centre de Recherche d'UNIREC, des analyses 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 P. ROCHEGUDE et Madame R. CORDIER qui ont su me faire partager leur expérience en spectrométrie Mössbauer.

Mademoiselle I. LEUREUX qui a exécuté la frappe de cette thèse.

CHAPITRE 1 : INTRODUCTION

Depuis plusieurs années, la recherche et l'exploitation de gisements pétroliers se font dans des conditions de plus en plus sévères (mer du Nord, océan Arctique). Pour pouvoir répondre à la rigueur de ces conditions, les départements spécialisés des grands groupes sidérurgiques cherchent à mettre au point des nuances très spécifiques de type E355 pour applications "offshore" ou navales. Les nuances actuellement fabriquées ne satisfaisant que très difficilement les cahiers des charges des constructeurs.

L'imposition la plus restrictive du cahier des charges est d'assurer, après soudage forte énergie, un très bon niveau de résilience à basse température ($\leq -40^{\circ}\text{C}$) en tout point de l'assemblage.

Dans ces structures soudées, la zone affectée par la chaleur (Z.A.C.) est le domaine qui présente généralement les plus faibles caractéristiques de résistance à la rupture fragile (TOYODA M. (1988)). Le problème de ténacité en Z.A.C. peut se schématiser par le synoptique ci-après :

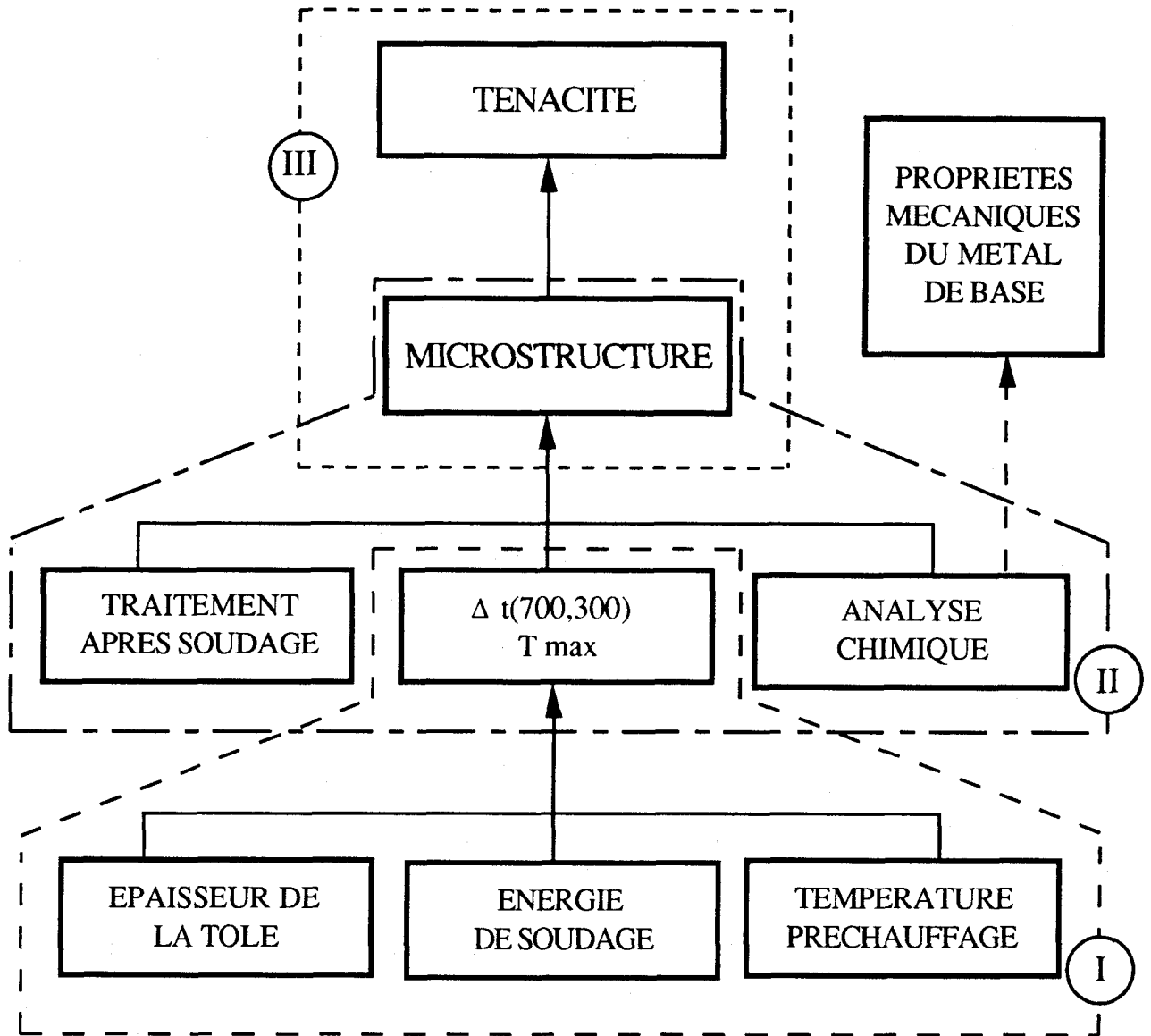


Figure 1.1 : relation entre les paramètres susceptibles d'influer sur la ténacité de la Z.A.C.

Cette figure présente l'ensemble des paramètres susceptibles d'influer sur la ténacité de la Z.A.C. et les relations entre ces paramètres.

A la base de ce synoptique, les conditions de soudage (épaisseur de tôle, énergie de soudage, température de préchauffage) déterminent le cycle thermique suivi par la Z.A.C.. En accord avec les modèles de ROSENTHAL, cette corrélation est parfaitement déterminée (cf chapitre 2.1.2.).

Par opposition les relations entre d'une part la microstructure, la nature du cycle thermique, l'analyse chimique et le traitement post-soudage (II) et d'autre part la microstructure et la ténacité de la Z.A.C. (III) sont mal connues.

Le présent travail se propose d'explorer ces relations dans le cas du soudage monopasse à haute énergie des tôles de forte épaisseur en acier E 355. Les résultats de cette étude doivent permettre à terme de répondre au problème sidérurgique ; à savoir définir l'analyse chimique d'un acier afin de répondre au cahier des charges du constructeur compte tenu des procédés de soudage disponibles. Il est toutefois important de noter que l'optimisation de l'analyse chimique de l'acier en vue d'une amélioration de la résilience de la Z.A.C. ne pourra pas se faire au détriment des propriétés mécaniques du métal de base.

De nombreux auteurs (OHTANI H. (1972), DESALOS Y. (1979), KASAMATSU Y. (1979), CHEN J.H. (1980), MAURICKX T. (1987), TOYODA M. (1988)) établissent la hiérarchie suivante dans le comportement mécanique des microstructures :

Les structures mixtes composées de martensite et de bainite inférieure sont les plus résilientes par la suite viennent dans l'ordre décroissant de résistance à la rupture fragile les structures martensitique, bainitique inférieure, ferritique aciculaire, ferritoperlitique et enfin bainitique supérieure en lattes. Les interprétations de ce classement sont très différentes suivant les auteurs et font intervenir nombre de paramètres microstructuraux (% "MA" (martensite-austénite), la taille de grains austénitique, la taille de paquets de lattes, la taille de lattes, la teneur en azote libre...). De plus, l'effet de certains éléments d'addition sur la microstructure reste mal défini.

Il apparaît donc essentiel de déterminer l'influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques, ainsi que l'effet des éléments d'addition sur la microstructure de la Z.A.C.. Cette démarche doit permettre d'optimiser l'analyse chimique de l'acier en fonction d'un compromis entre les propriétés mécaniques du métal de base et la résilience de la Z.A.C..

La chronologie de ces travaux est la suivante :

une étude bibliographique relative à l'influence de la microstructure sur la résilience et à l'effet de l'analyse chimique sur la résistance à la rupture fragile.

- . une première partie visant à orienter le sujet, considère trois nuances industrielles. La caractérisation mécanique et microstructurale sur Z.A.C. simulées est suivies par une discussion de l'évolution des propriétés mécaniques en relation avec la microstructure et l'analyse chimique.
- . l'étude des mécanismes de fragilisation induit par la microstructure (austénite retenue, taille de lattes).

CHAPITRE 2 : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

La "soudabilité" des aciers est le terme sous lequel on regroupe l'ensemble des propriétés nécessaires à la réalisation d'assemblages présentant des caractéristiques suffisantes d'intégrité et de sécurité (annexe 1).

La soudabilité est difficile à apprécier en tant que propriété intrinsèque. Elle n'est définie que dans le cas d'un procédé de soudage donné, par le coût des dispositions à respecter au moment de l'assemblage pour obtenir une qualité de joint imposée.

Toutefois, les caractéristiques des aciers, en particulier leur structure et leur composition chimique, régissent l'aptitude au soudage. Elles conditionnent donc ce qu'il est convenu d'appeler "la soudabilité métallurgique" des aciers. Cette propriété dépend par ailleurs de l'énergie du procédé de soudage. Dans le cadre de cette étude nous nous limitons au cas du soudage à l'arc.

2.1 Le cycle de soudage

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 majeure dans le but d'évaluer le cycle thermique suivi par chaque point du métal de base à seule fin d'interpréter l'évolution structurale et donc le comportement mécanique de la Z.A.C..

2.1.1 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 du joint au matériau est exprimée par la relation 2.1 :

$$H = \frac{V \cdot I \cdot \eta}{V_a} \quad (2.1)$$

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 son rendement énergétique. Le tableau 2.1 regroupe les rendements de plusieurs techniques de soudage.

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

Tableau 2.1 : Rendements énergétiques des procédés de soudage à l'arc (EASTERLING K.E. (1983))

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.

2.1.2 Le transport de chaleur

L'équation fondamentale exprimant la vitesse de refroidissement par conduction thermique est due à ROSENTHAL (1935). Elle s'écrit :

$$\frac{\delta T}{\delta t} = k \left\{ \frac{\delta^2 T}{\delta x^2} + \frac{\delta^2 T}{\delta y^2} + \frac{\delta^2 T}{\delta z^2} \right\} \quad 2.2$$

$$\text{avec } k = \frac{\Gamma}{\rho \cdot c}$$

Dans cette relation, (x, y, z) représentent les coordonnées d'un point relatif au repère lié à la tôle. T, k, Γ , ρ et c sont respectivement la température absolue (K), la diffusivité thermique, la conductivité thermique, la masse volumique du métal et la chaleur spécifique du métal.

L'équation 2.2 se résout (EASTERLING (1983)) dans le cas d'une dissipation bidimensionnelle ou tridimensionnelle de la chaleur dans la tôle à partir des deux approximations suivantes :

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

En reliant le repère au déplacement de la source chaude par le changement de variables.

$$\varepsilon = x - Va t \quad \text{et} \quad r_a^2 = \varepsilon^2 + y^2 + z^2$$

La répartition des températures dans le mode de dissipation tridimensionnelle et bidimensionnel de la chaleur est alors décrite respectivement par les équations 2.3 et 2.4 :

$$T - T_0 = \frac{HVa}{2 \cdot \Pi \cdot \Gamma \cdot r_a} \cdot \exp\left(-Va \frac{\varepsilon}{2k}\right) \cdot \exp\left(-Va \frac{r_a}{2k}\right) \quad 2.3$$

$$T - T_0 = \frac{HVa}{2 \cdot \Pi \cdot \Gamma \cdot d} \cdot \exp\left(-Va \frac{\varepsilon}{2k}\right) \cdot K_0\left(-Va \frac{r_a}{2k}\right) \quad 2.4$$

avec T_0 , température initiale de la tôle, d , l'épaisseur de la tôle et $K_0(x)$, la fonction de Bessel au 1^{er} ordre.

Le cycle thermique suivi par un point proche de la ligne de fusion est défini par la température maximale atteinte, T_p le temps de maintien Δt (T_1, T_2) qui correspond au temps de refroidissement entre les températures T_1 et T_2 (conventionnellement 800°C et 500°C ou alors 700°C et 300°C). Ces deux caractéristiques sont décrites par les relations suivantes :

- dissipation tridimensionnelle :

$$T_p = T_0 + \left(\frac{2}{\Pi e}\right) \left(\frac{H}{\rho \cdot c \cdot r_a^2}\right) \quad \text{où } e = \text{Ln } 10 \quad 2.5$$

$$\Delta t (T_1, T_2) = \frac{H}{2 \Pi \Gamma \theta_1} \quad 2.6$$

$$\text{avec} \quad \frac{1}{\theta_1} = \frac{1}{T_2 - T_0} - \frac{1}{T_1 - T_0}$$

- dissipation bidimensionnelle

$$T_p = T_0 + \left(\frac{2}{\pi e}\right)^{1/2} \frac{H}{2 d \rho \cdot c \cdot r_a} \quad 2.7$$

$$\Delta t (T_1, T_2) = \frac{H^2}{4\pi \Gamma \rho c \theta_2^2 d^2} \quad 2.8$$

$$\text{avec } \frac{1}{\theta_2^2} = \frac{1}{(T_2 - T_0)^2} - \frac{1}{(T_1 - T_0)^2}$$

Les conditions pratiques de soudage d'une tôle étant fixées (V, I, Va...), le cycle thermique suivi par chaque point de la tôle est parfaitement défini. Ainsi toute chose égale par ailleurs, il existe une correspondance directe entre le critère de refroidissement $\Delta t (t_1, t_2)$ et l'énergie de soudage (H).

Dans le repère (E, y, z), il est possible de définir un ensemble d'isothermes constituant un volume thermique représenté par la figure 2.1.

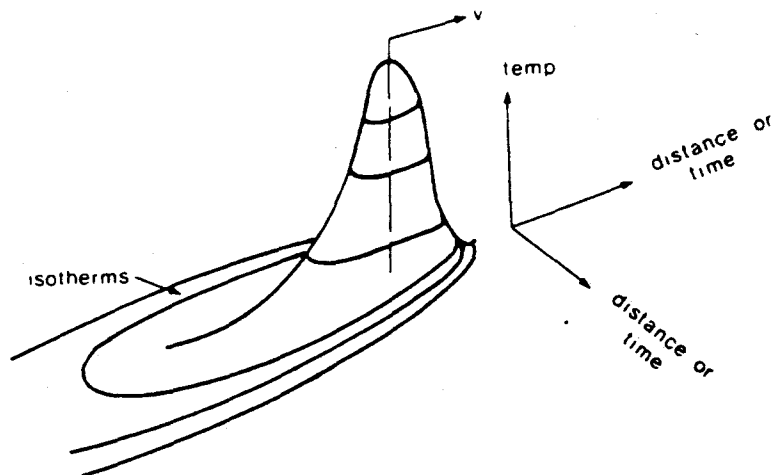


Figure 2.1 : représentation des isothermes autour de l'arc de soudage.

2.1.3 Modifications structurales

Le déplacement du volumique thermique (figure 2.1) provoque, perpendiculairement à la ligne de fusion, des changements structuraux dans l'acier de base. La figure 2.2 relie ces modifications de structure à la température maximale atteinte dans le cas d'un acier bas carbone. Elle montre qu'un joint soudé se compose de plusieurs domaines microstructuraux.

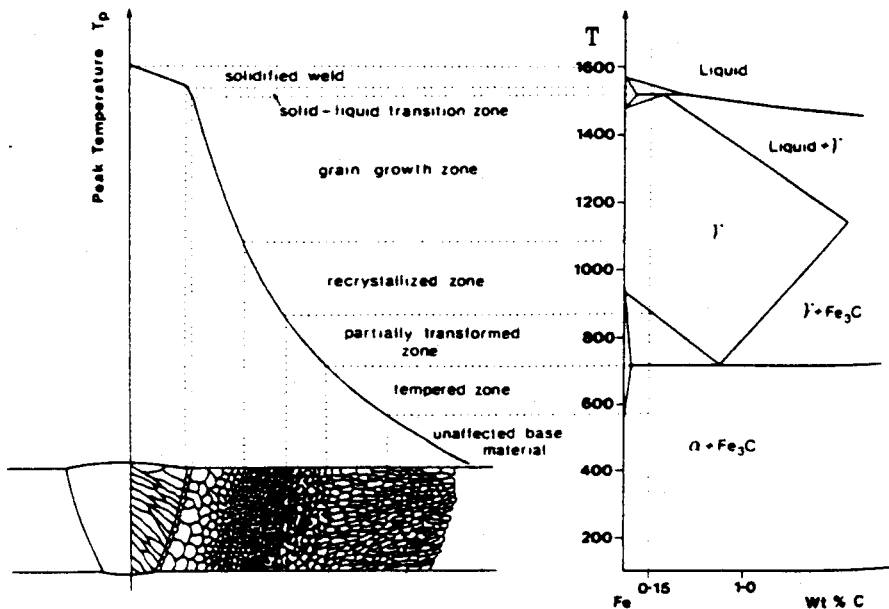


Figure 2.2 : représentation schématique d'un joint soudé perpendiculairement à la ligne de fusion (EASTERLING (1983)).

A partir de l'axe du cordon de soudure, on différencie successivement :

1) La zone fondue à structure basaltique :

Zone où, durant l'exécution de la soudure, l'acier passe par à l'état liquide puis se solidifie sous un gradient thermique élevé.

2) La zone de transition liquide/solide (ou ligne de fusion) :

Zone de liaison entre le métal solide et le cordon.

3) La zone affectée par la chaleur :

Cette zone désignée en anglais par l'expression "heat-affected zone" (H.A.Z.) est le siège des modifications de structure ou de constitution qui se produisent à l'état solide (grossissement du grain, précipitation, transformation allotropique, etc...). La nature de ces modifications étant fonction de la température maximale atteinte, l'étendue de la zone thermiquement affectée est en relation directe avec la répartition thermique. C'est-à-dire avec la courbe $T_p = f(x)$ (cf figure 2.2) qui précise la répartition des températures maximales. Cette zone affectée par la chaleur peut se subdiviser en 4 zones, à partir de la ligne de fusion :

a) la zone à gros grains :

Elle subit un chauffage très rapide jusqu'à une température permettant la croissance des grains austénitiques ($T_p > 1100^\circ\text{C}$).

b) la zone à grains fins :

Cette zone se caractérise par un passage très bref dans le domaine austénitique ($Ac_3 < T_p < 1100$).

c) la zone à austénisation partielle :

Cette portion appelée zone intercritique résulte d'un chauffage entre Ac_1 et Ac_3 .

d) la zone revenue :

Dans cette partie de la soudure, caractérisée par une température de pic inférieure à Ac_1 , le métal n'a subi qu'un revenu (restauration, précipitation,...)

Le présent travail est consacré à l'étude de la zone à gros grains austénitiques qui généralement présente la ténacité la plus faible dans les soudures des aciers microalliés à 0,1 %C (THAULOW C. (1985)). Dans la suite du texte, l'abréviation Z.A.C. se rapportera à cette composante.

2.2 Cycle thermique et métallurgique suivi le long de la ligne de fusion

La figure 2.3 schématise le cycle thermique suivi par le métal de base proche de la ligne de fusion. Ce cycle se singularise par un chauffage rapide jusqu'à une température proche de 1350°C et par une cinétique de refroidissement caractérisée par le critère de refroidissement $\Delta t (700/300)$ qui dépend des paramètres opératoires (cf paragraphe 2.1.2).

Du point de vue métallurgique et dans le cas des aciers bas carbone, le cycle se traduit chronologiquement par :

- la transformation : ferrite + perlite \rightarrow austénite.

Cette transformation débute à une température supérieure à A_{c1} . Du fait de la montée rapide en température ($\approx 400^\circ\text{C/s}$), la transformation débute avec un retard important. Les travaux de ROBERTS G.A. (1943) et SPEICH G.R. (1981) sur la vitesse de transformation austénitique montrent que, malgré ces conditions, la structure est totalement austénitique après un temps de maintien très court dans le domaine austénitique.

- la remise en solution des précipités de type dispersoïde suivi de leur possible précipitation au cours du refroidissement.
- la transformation de l'austénite au refroidissement.

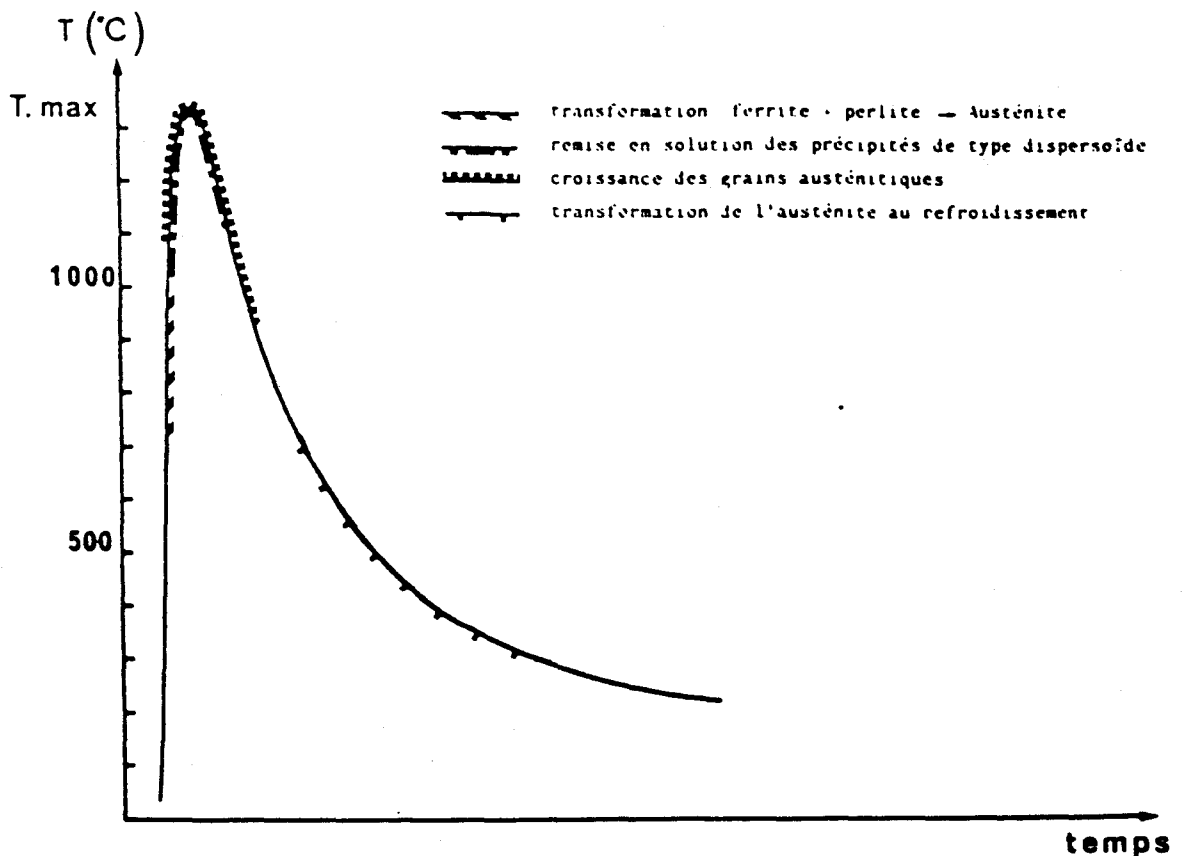


Figure 2.3 : cycle soudothermique et transformation métallurgiques de la zone à gros grains au cours du soudage

2.2.1 Cas du soudage multipasses

Dans le cas du soudage multipasses, la zone affectée par la chaleur est constituée d'une succession de microzones qui ont subi un ou plusieurs cycles thermiques du fait des passes successives. Le phénomène est illustré par la figure 2.4 qui relie l'histoire thermique des microzones à leur localisation dans le joint soudé.

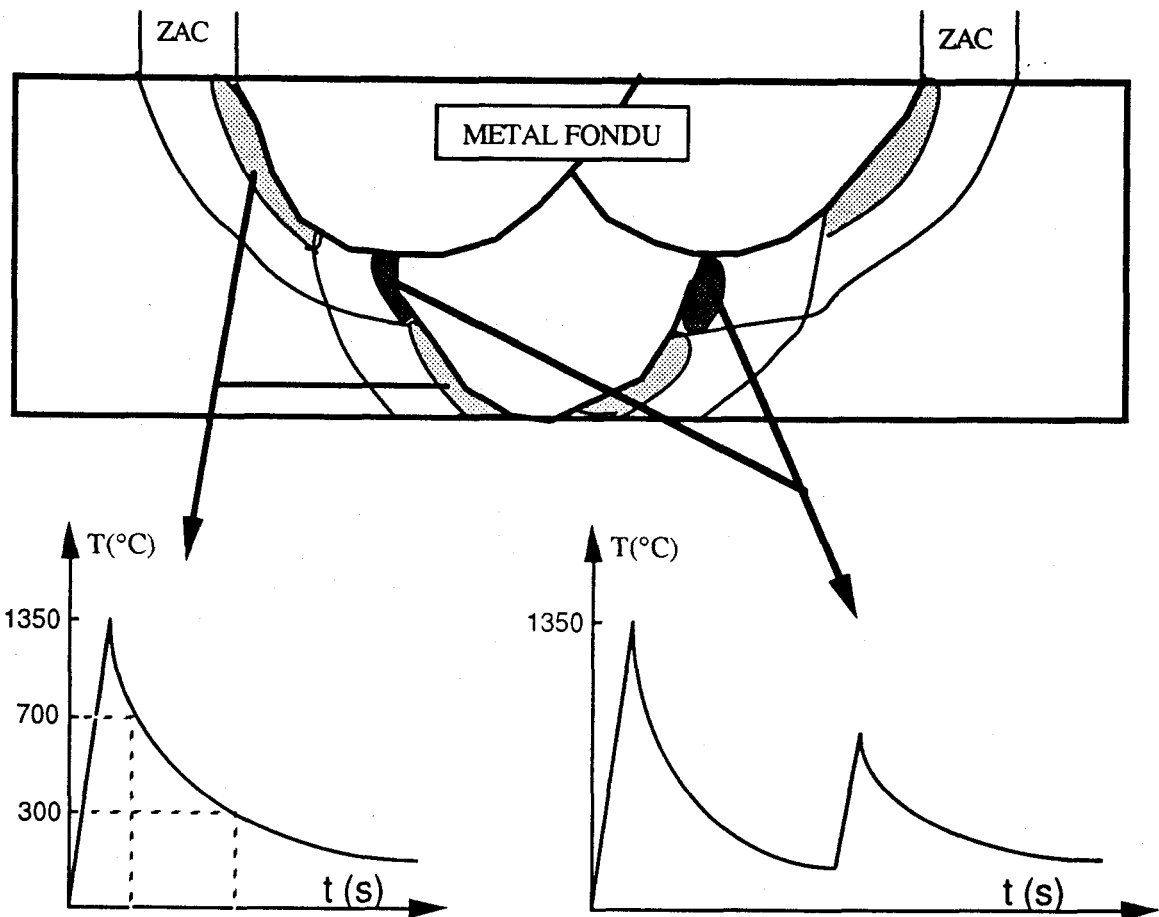
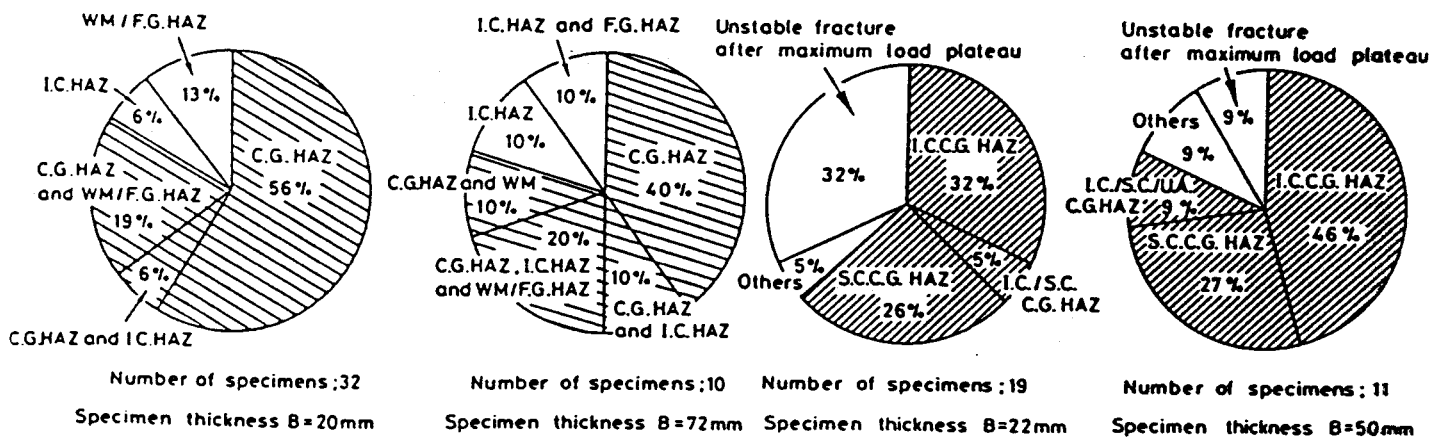


Figure 2.4 : Définition des cycles thermiques en soudage multipasses

De nombreux auteurs, dont DEVILLERS L. et KAPLAN D. (1988) ont montré que la résistance à la rupture fragile de la Z.A.C. d'un assemblage soudé en multipasses peut se symboliser par une chaîne dont le maillon le plus faible conditionnerait le comportement mécanique de l'ensemble. Ainsi, la ténacité de la zone à gros grains austénitiques limite souvent le comportement mécanique des assemblages soudés (HAZE T. (1988), TOYODA M. (1988)). La figure 2.5 extraite des résultats de TOYODA M. (1988) obtenus sur des aciers de compositions voisines à celles de notre étude (cf chapitre 3), met par exemple en évidence l'amorçage préférentiel de la rupture fragile dans la zone à gros grains austénitique au cours d'essais C.T.O.D. sur joint soudé en K.

Ces résultats bibliographiques montrent l'intérêt de notre étude de la zone à gros grains austénitiques pour assurer l'intégrité des assemblages soudés en multipasses.



FGHAZ : zone à grains fins

WM : métal fondu

CGHAZ : zone à gros grains austénitiques

ICHAZ : zone intercritique

ICCGHAZ : double pics → CGHAZ + ICHAZ

Figure 2.5 : localisation des sites d'amorçage de la rupture fragile au cours des essais C.T.O.D. d'un joint soudé multipasses (TOYODA (1988)).

2.2.2 Transformation de l'austénite au refroidissement

Dans le cas du soudage des aciers bas carbone, la transformation de l'austénite au refroidissement doit être appréciée à partir d'un diagramme TRC établi en condition de soudage. La figure 2.6 présente l'aspect général d'un tel diagramme.

Trois types de transformations sont possibles :

- Aux vitesses de refroidissement élevées, la transformation est de type martensitique.
- Aux des vitesses de refroidissement intermédiaire, les structures sont de type bainitique. On distingue généralement trois types de bainite (cf annexe III) :

- . la bainite inférieure constituée de lattes de ferrite et de carbures intralattes,
 - . la bainite supérieure constituée de lattes de ferrite et de "MAC" interlattes,
 - . la ferrite aciculaire qui est un type de bainite supérieure caractérisé par des lattes de ferrite de rapport de forme inférieur à 4 et par une germination intragranulaire sur précipités de nitrure de titane (MAURICKX T. (1987))
- Enfin, aux vitesses de refroidissement faibles, la structure est de type ferrito-perlitique.

Les figures 2.7 et 2.8 sont des exemples, tirés des résultats de AKSELSEN O. M. (1984) et de TOYODA M. (1988), relatif à l'évolution structurale de la zone à gros grains austénitique en fonction du cycle thermique de soudage (Δt (800/500)) pour des aciers de compositions voisines de celles de notre étude. Il est à noter que les structures des ZAC sont le plus souvent non homogènes et constituées de plusieurs phases dont la fraction volumique évolue avec l'énergie de soudage et l'analyse chimique des aciers. Ainsi avec l'augmentation de l'énergie de soudage les structures évoluent conformément au tableau 2.2.

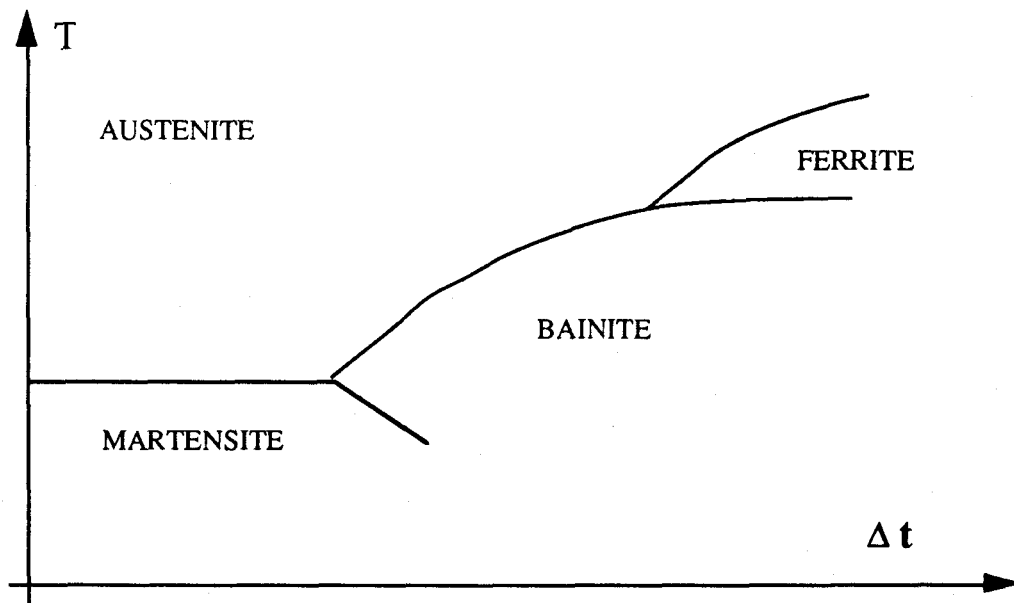
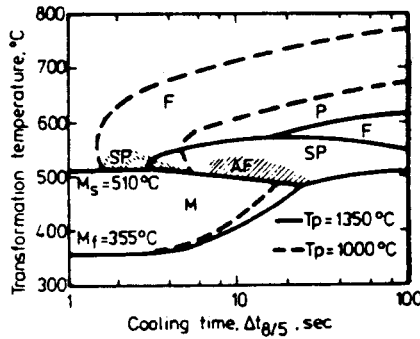


Figure 2.6 : Aspect du diagramme T.R.C. de soudage des aciers bas carbone

$\Delta t \uparrow$ 	Martensite
	Martensite + bainite inférieure
	Martensite + bainite inférieure + bainite supérieure
	Bainite supérieure + ferrite aciculaire + ferrite proeutectoïde
	Ferrite aciculaire + ferrite proeutectoïde

Tableau 2.2 : Evolution de la microstructure de la Z.A.C. avec l'augmentation de l'énergie de soudage



- M : martensite
- Sp : Bainite supérieure en lattes avec alignements
- MAC
- AF : ferrite aciculaire
- F : ferrite proeutectoïde
- P : perlite

Figure 2.7 : évolution de la microstructure de la Z.A.C. avec le critère de refroidissement Δt (800/500) (AKSELSEN O. M.(1984)).

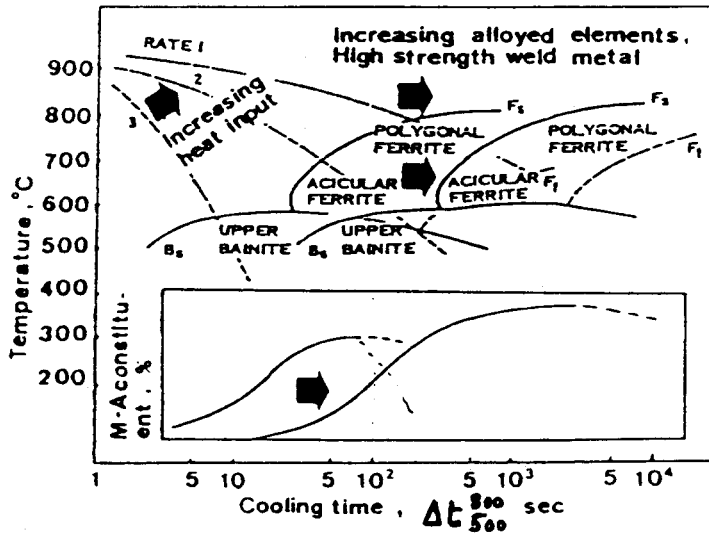


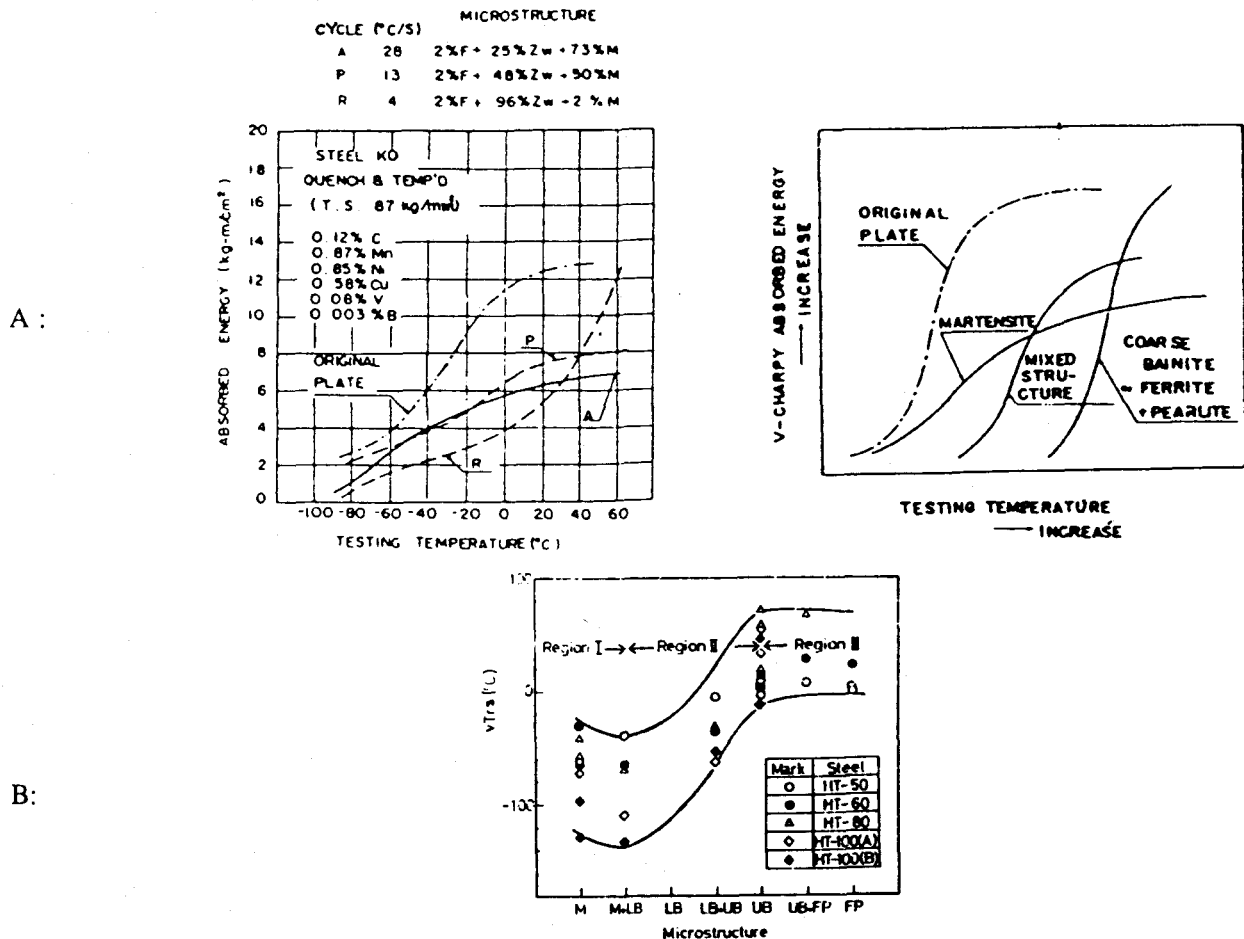
Figure 2.8 : évolution de la microstructure de la Z.A.C. avec le critère de refroidissement Δt (800/500) (TOYODA M. (1988))

La diversité des microstructures de la Z.A.C. implique la variété de ces propriétés mécaniques.

2.3 Influence de la microstructure sur la résistance à la rupture fragile de la Z.A.C.

La résistance à la rupture fragile de la zone à gros grains austénitiques diminue généralement avec l'augmentation de l'énergie de soudage. Cette tendance est conditionnée par le changement structural induit par le cycle thermique. De nombreux auteurs établissent la hiérarchie suivante dans le comportement mécanique des structures :

Les microstructures mixtes composées de martensite et de bainite inférieure sont les plus résilientes (OHTANI H. (1972), DESALOS Y. (1979)). Par la suite viennent dans l'ordre décroissant de résistance à la rupture fragile, les structures martensitique, bainitique inférieure, ferritique aciculaire, ferritoperlitique et enfin bainitique supérieure en lattes (KASAMATSU Y. (1979), CHEN J.H. (1980), GRONG D. (1986), MAURICKX T. (1987), TOYODA Y. (1988)). A titre d'illustration, la figure 2.9 corrèle les propriétés de résilience à la microstructure de la Z.A.C. proposé par TOYODA M. (1988) et KASAMATSU Y. (1979).



UB = Zw = Bainite supérieure LB : Bainite inférieure M = martensite FP : Ferrite proeutectoïde

Figure 2.9 : relation entre le comportement en résilience et la microstructure de la Z.A.C. d'acier bas carbone.

A) TOYODA M. (1968) B) KASAMATSU Y. (1979)

De plus, dans les structures bainitiques supérieures, plusieurs auteurs (MAURICKX T. (1987), KATAKAMI M. (1988), BOWKER J. T. (1989)) ont remarqué l'effet bénéfique de la présence de ferrite aciculaire sur la ténacité.

Par contre, très peu de chercheurs ont envisagé l'influence de la ferrite proeutectoïde allotriomorphe sur la résilience de la Z.A.C.. Cette structure semblerait toutefois avoir un effet négatif du à sa faible résistance au clivage, surtout dans le cas où elle forme un réseau continu. Dans le cas du soudage, MAURICKX T. (1987) dégage l'effet néfaste de la ferrite proeutectoïde associée à une structure bainitique en lattes. Cette influence s'expliquerait mécaniquement par la présence simultanée d'une phase "molle" (ferrite proeutectoïde) et d'une phase "dure" (bainite en lattes) qui conduit à une concentration de la déformation dans la phase de plus faible résistance mécanique en l' occurrence la ferrite proeutectoïde.

L'évolution de la résistance à la rupture fragile avec la microstructure et l'effet bénéfique de la ferrite aciculaire par rapport à la bainite supérieure en lattes semble devoir s'interpréter à partir de deux paramètres : la taille de "grain efficace" (cf chapitre 2.3.1), l'effet du constituant "MAC" (cf chapitre 2.3.2). Le premier paramètre peut expliquer la diminution de la résistance à la rupture fragile due à la transition martensite/bainite supérieure (cf figure 2.9). La seconde variable explique la diminution des propriétés mécaniques par l'augmentation de la fraction volumique de "MAC" qui a un effet néfaste sur la ténacité. L'accroissement de la teneur en "MAC" coïncide avec le passage d'une structure martensitique à une structure bainitique supérieure en lattes.

2.3.1 Effet de la taille de grains efficace

La taille de grains régit la résilience des matériaux de structure monophasé de structure ferritique ou austénitique. De nombreux résultats relient la température de transition "Tk" à la taille de grains "D" par la formule de Cottrell-Petch :

$$T_k = A - B \ln D^{-1/2}$$

où A et B sont des constantes pour un acier donné.

Par contre, pour les structures en lattes (martensite et/ou bainite), l'effet de la taille de grains est beaucoup plus difficile à apprécier. Nombre d'auteurs ont cherché à identifier l'unité cristallographique contrôlant la résistance à la rupture fragile de ce type de microstructures.

Ces microstructures se subdivisent par ordre de dimension décroissante en grains austénitiques, paquets de lattes, paquets covariants et lattes de ferrite. Les paquets de lattes sont constitués par la juxtaposition de lattes de ferrite parallèles ou faiblement désorientés entre elles. Ils sont associés à un plan d'accolement [111] de l'austénite mère et présentent six orientations de lattes de types Kurjumor-Sachs possibles. Le paquet de lattes se subdivise encore en sous paquets appelés "paquets covariants" constitués de quelques lattes ayant pratiquement la même orientation (KALWA G. (1972)).

La taille des anciens grains austénitiques a primitivement été évoquée par M. FARLAND W.H. (1965) et TURKALO A.M. (1960) afin d'expliquer les variations de résilience des structures en lattes. Cette interprétation a depuis été remise en cause par plusieurs chercheurs. DESALOS Y. (1979) et KOO J.Y. (1987), dans le cas de structure mixte martensitique/bainite attribuent à la taille de grains austénitiques un effet minime sur la résilience et dans certains cas, ils obtiennent d'excellentes températures de transition pour des grains austénitiques grossiers.

Au contraire, les résultats de OHTANI H. (1972) et OHMORI Y. (1972) établissent une dépendance du type Cottrell-Petch entre la température de transition (T_k) et la taille de paquets de lattes (D_p), qu'ils identifient à la taille des facettes de quasi-clivage (cf figures 2.10 et 2.11). De son côté, TOMITA Y. (1986) relie la température de transition à l'inverse de la racine carrée de la taille de paquets ($D_p^{-1/2}$) dans les structures martensitiques et bainitiques inférieures (cf figures 2.12).

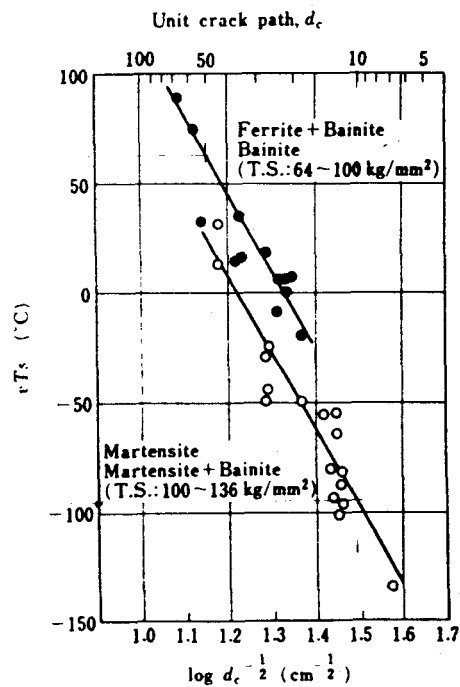


Figure 2.10 : Corrélation entre la température de transition et la taille des facettes de quasi-clivage (OHTANI H. (1972))

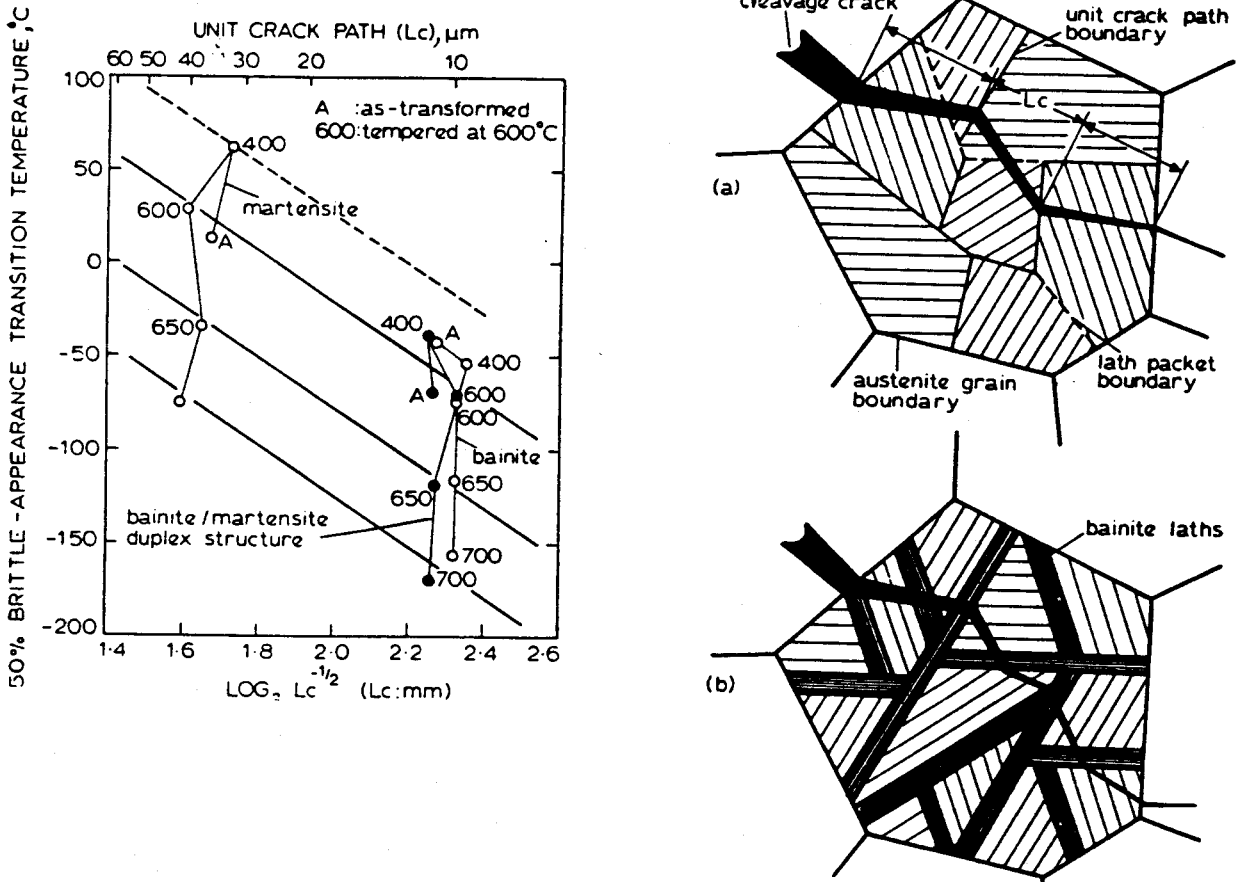


Figure 2.11 : relation entre la température de transition Charpy V et la taille de paquets (OHMORI (1974))

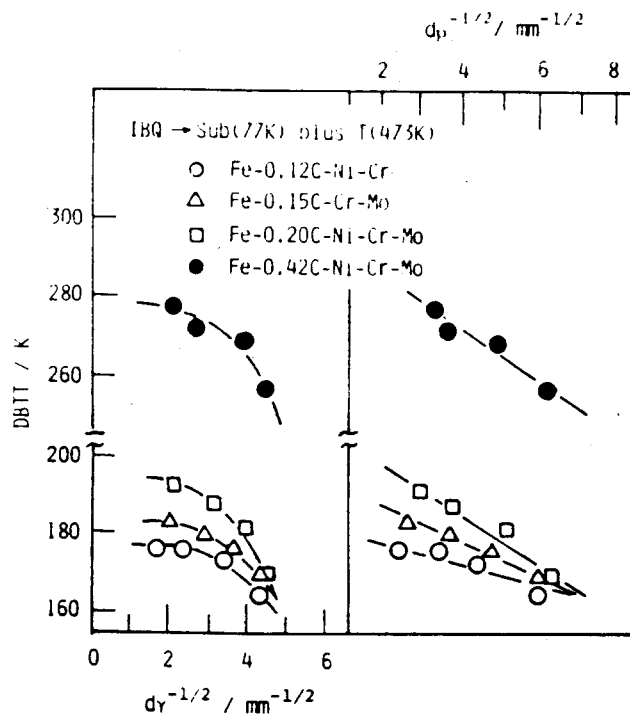


Figure 2.12 : Effet de la taille de grains austénitiques et de la taille du paquet de lattes sur la température de transition Charpy V d'acier martensitique (TOMITA Y. (1988))

D'autres auteurs comme BROZZO P. (1977) et KALWA G. (1986) montrent que la résistance à la rupture fragile des structures bainitiques est plutôt fonction de la taille du paquet covariant. BROZZO estime cet effet à $+ 14^{\circ}\text{C mm}^{1/2}$ (cf figure 2.13).

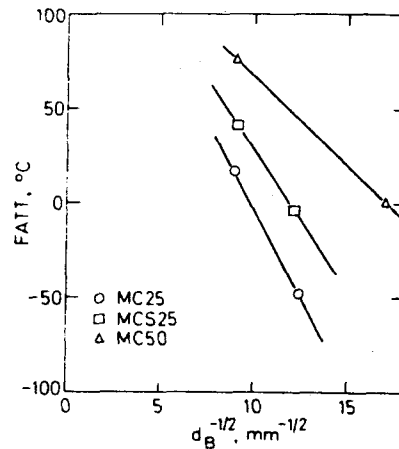


Figure 2.13 : relation entre la température de transition Charpy et la taille du paquet covariant bainitique (BROZZO P. (1977))

Par ailleurs NAYLOR J.P. (1976), dans le cas des structures bainitiques inférieures et martensitiques, a établi que la taille de lattes avait aussi un effet sur la résilience au même titre que la taille de paquets et a défini une taille de grains efficace "De" telle que :

$$De = (\epsilon I D_p)^{1/2}$$

où D_p et ϵI symbolisent respectivement le diamètre de paquets et la taille de lattes.

En conclusion, le nombre des relations rendant compte de la résistance à la rupture fragile des structures en lattes des aciers bas carbone s'explique par la multiplicité des paramètres microstructuraux difficiles à préciser de manière quantitative et par la diversité des structures rencontrées. L'ensemble des travaux effectué dans ce domaine n'ont pas conduit jusqu'ici à des conclusions unanimes. Il faut noter que ces interprétations ne sont pas contradictoires entre elles, puisque la taille de paquets covariants et la taille de paquets sont directement dépendantes de la taille de grains auténitiques initiale (ROBERT M.J. (1970), KALWA (1986) et MAURICKX T. (1987)).

Toutefois, il est important de noter que les travaux précédents ne prennent pas en compte l'effet des carbures intergranulaires ou des "MAC" (cf chapitre 2.3.3). Or, ces constituants peuvent avoir un effet prépondérant sur la ténacité (CURRY D.A. (1980),

KASAMATSU Y. (1979), CURRY D.A. (1980), KOO J.Y. (1987), ARIMOCHI K. (1988), HAZE T. (1988) et KOMIZO (1989) ont montré que la résistance à la rupture fragile des structures bainitiques n'est pas régie par un seul paramètre comme la taille de paquets ou la taille de grains mais par plusieurs (pourcentage "MAC", carbure intergranulaire, taille de grain, taille de paquets, ...) le "MA" conservant une influence prépondérante (cf chapitre 2.3.3). On peut citer en exemple les corrélations de ARIMOCHI (cf figure 2.14) ou de KOMIZO Y. (1989) (relation 2.9) entre la fraction volumique de "MA", la taille des facettes de clivage et les résultats CTOD.

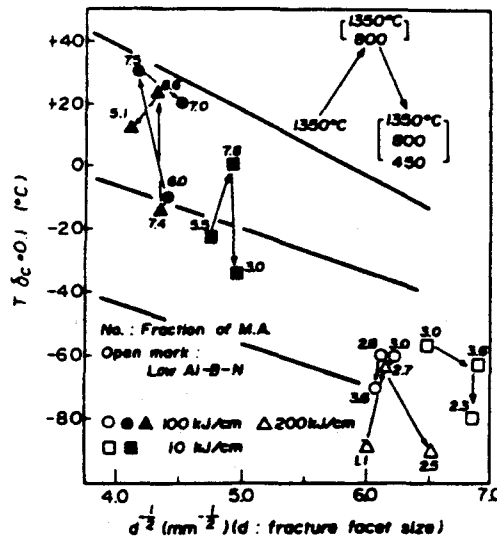


Figure 2.14 : corrélation entre la taille des facettes de clivage, la fraction volumique de "MA" et la température de transition à $\delta_c = 0,1$ mm (ARIMOCHI K. (1989))

$$T(\delta_c = 0,25) \text{ (K)} = - 10 d^{-1/2} + 10,3 (\% \text{ MA}) + 296,4 \quad (2.9)$$

(KOMIZO Y. (1989))

où

- T ($\delta_c = 0,25$) est la température de transition pour $\delta_c = 0,25$ mm
- d est la taille de facette de clivage
- % MA est la fraction volumique de "MA" estimée en pourcentage.
(martensite - austénite)

2.3.2 Effet du "MAC"

2.3.2.1 Origine du "MAC"

Le "MAC" est une austénite instable qui se présente sous les trois formes martensite, austénite et carbure.

Cette microphase a été primitivement rapportée par HABRAKEN J.L. (1967) dans des aciers fortement alliés puis pas BISS V. (1971) et KASAMATSU (1979) pour des aciers moins chargés (0,09 à 0,14 %C). Plus récemment CHEN J.H. (1984), ENDO S. (1987) et HAZE T. (1988) concluent sur son effet prédominant et néfaste de ce constituant sur la ténacité de la ZAC dans les aciers microalliés (cf chapitre 2.3.2.2).

BISS V. (1971), IKAWA H (1980), SARIKAYA (1981) et KOMIZO Y. (1989) montrent que la présence d'austénite retenue dans la Z.A.C. résulte d'un enrichissement en carbone de l'austénite, au cours de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$, qui la stabilise. Les figures 2.15 et 2.16 tirées respectivement des résultats de BISS V. (1971) et KOMIZO Y. (1989) présentent des profils apparent ou théorique de la teneur en carbone dans l'austénite retenue. Il est à noter que l'austénite peut contenir jusqu'à 1,2% de carbone et qu'il existe vraisemblablement un gradient de concentration en carbone dans l'austénite qui est fonction de la vitesse de refroidissement.

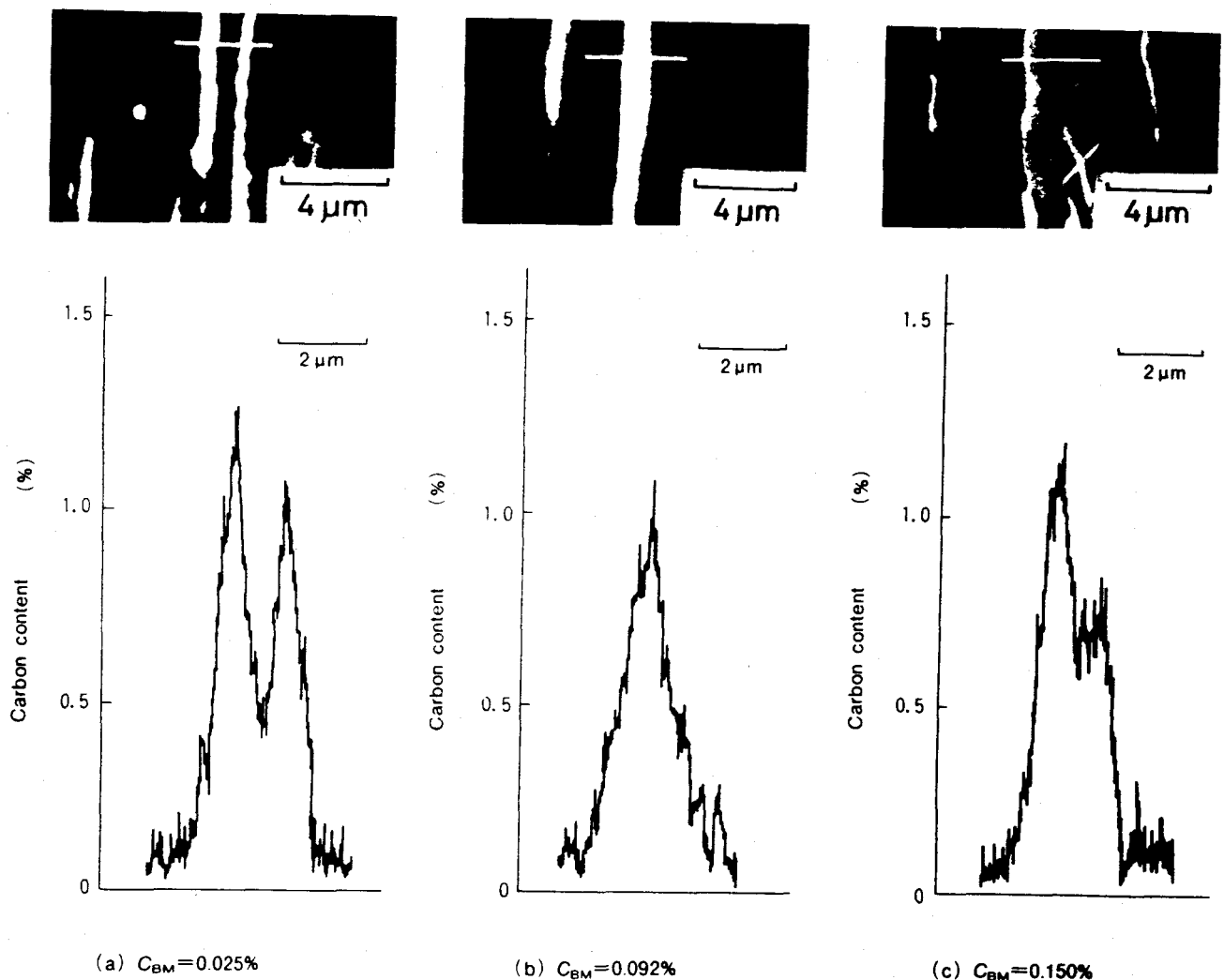


Figure 2.15 : estimation à la microsonde des profils de concentration en carbone à travers des particules de "MA" (KOMIZO Y. (1982))

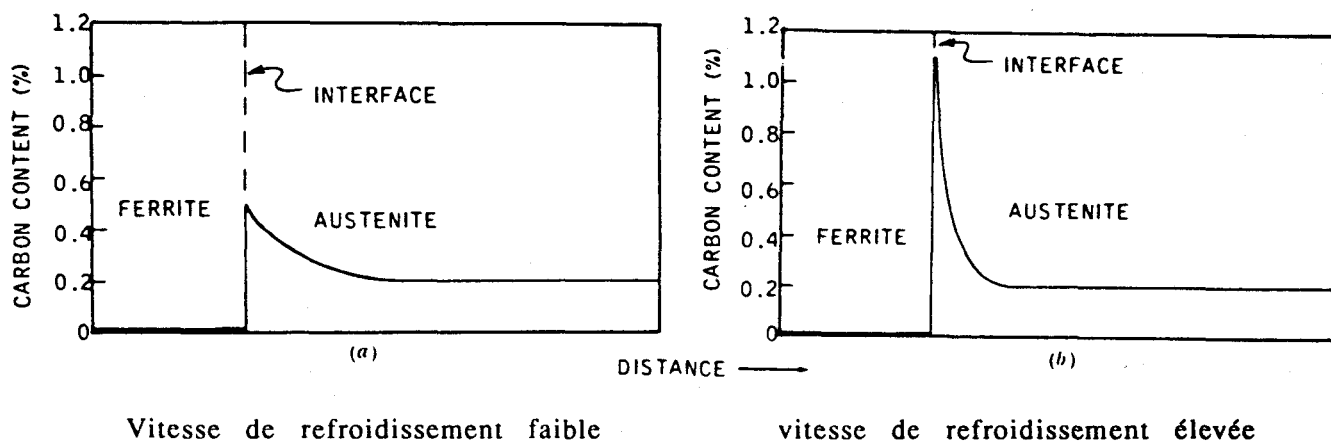


Figure 2.16 : gradient théorique de teneur en carbone dans l'austénite (BISS V. (1971))

Par ailleurs, BISS V. (1971), TENUTA AZEVEDO A.L. (1978), SARIKAYA (1981) et ROMIG A.D. (1987) montrent qu'il n'y a pas de partition des autres éléments d'addition (Mn, Si, Cr, Mo) (cf figure 2.17 et 2.18) entre l'austénite retenue et la matrice ferritique. La stabilisation de l'austénite est contrôlée uniquement par la diffusion du carbone. Toutefois, les éléments d'additions ont une influence importante sur la trempabilité de l'acier donc sur la teneur en "MAC" de la ZAC (HAZE T. (1986)).

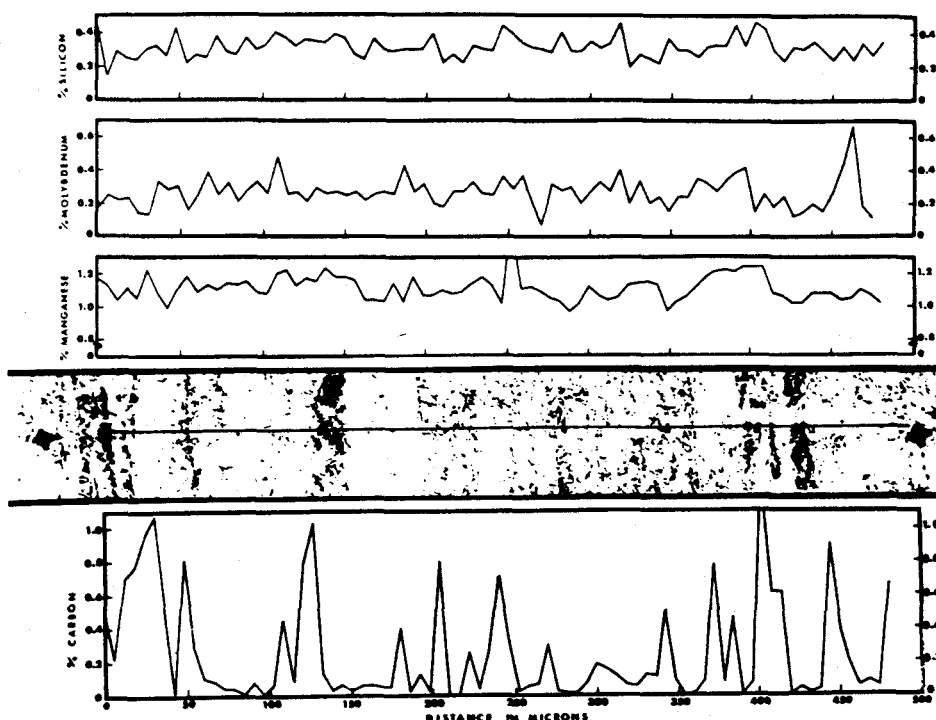


Figure 2.17 : partition des éléments Si, Mo, Mn et C entre l'austénite et la ferrite (BISS V. (1971)) (résultats de microsonde électronique)

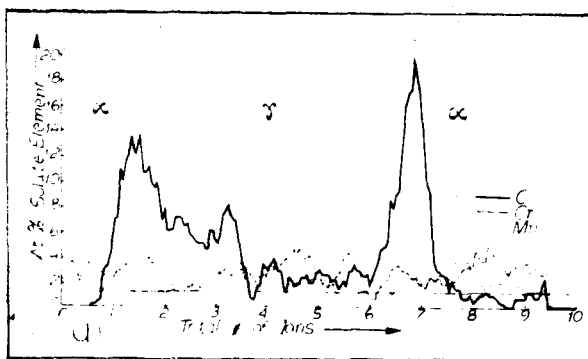


Figure 2.18 : partition des éléments Cr, Mn, C entre l'austénite et la ferrite (SARIKAYA M. (1981) (résultats de microsonde ionique).

Cette austénite retenue en ZAC se transforme généralement en martensite maclée aux plus faibles critères de refroidissement. Le maclage résulte des teneurs en carbone élevée de l'austénite (qui peuvent dépasser 1,2 % d'après KOMIZO Y. (1989)) et des contraintes thermiques importantes pour ces vitesses de refroidissement (SARIKAYA M. (1981) et TOYODA M. (1988)). Aux critères de refroidissement intermédiaires, l'austénite retenue est très stable et reste sous sa forme austénitique (LE HOUILLER R. (1971)). Par contre, elle se décompose en perlite aux critères de refroidissement plus élevés (IKAWA H. (1980), HAZE T. (1988)). La figure 2.19 présente l'évolution de la fraction volumique de MA (Martensite - Austénite) constituant avec le critère de refroidissement Δt (800/500) supérieure à 100 s la diminution de la teneur en MA s'explique par sa décomposition en perlite.

On retrouve ci-dessus les trois formes du "MAC" qui sont martensite, austénite et carbure. Cette particularité conduit à une terminologie très variée pour définir ce constituant. Suivant les auteurs, l'analyse chimique de l'acier, l'énergie de soudage et la finesse de la technique d'investigation employée, il sera appelé martensite, austénite retenue ou MA constituant. TOYODA M. (1988) récapitule les différents termes employés dans la littérature pour caractériser le "MA" (cf tableau 2.3).

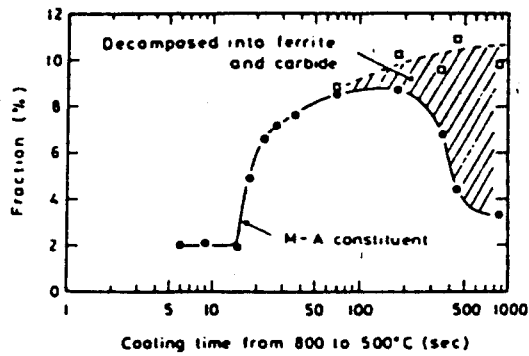


Figure 2.19 : évolution de la fraction volumique de "MA" constituant en fonction du Δt (800/500) (IKAWA H. (1980) dans un acier à 0,11 % C ; 1% Ni ; 0,79 % Mn ; 0,42 % Cr et 0,39 % Mo)

Aux critères de refroidissement faibles correspondant aux structures martensitique et/ou bainitique en lattes, le "MAC" interlatte adopte une morphologie allongée de rapport de forme élevé. Avec l'augmentation de l'énergie de soudage, cette forme allongée du "MAC" évolue vers une morphologie massive qui se rencontre tout particulièrement pour la structure ferritique aciculaire (IKAWA H. (1980), TANAKA J. (1988) et MATSUDA F. (1990)).

2.3.2.2 Influence sur la résistance à la rupture fragile

De nombreux auteurs mettent en évidence l'effet prépondérant et néfaste du "MAC" sous sa forme Martensite et/ou austénite ("MA") sur la résistance à la rupture fragile de la Z.A.C. des aciers bas carbone.

Ainsi, KASAMATSU Y. (1978), IKAWA H. (1980) et plus récemment ENDO S. (1987), TANAKA J. (1988) chiffrent l'effet du "MA" sur la résilience à environ + 8°C par pourcentage de "MA" en température de transition (cf figure 2.20).

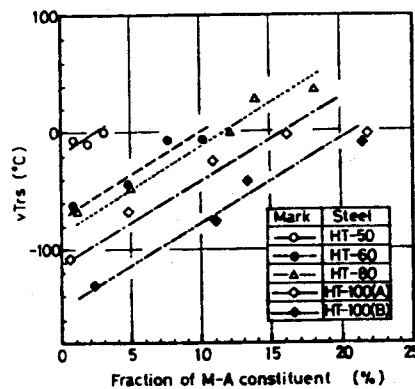


Figure 2.20 : évolution de la température de transition Charpy V avec la fraction volumique de "MA" pour différents grades d'aciers (KASAMATSU Y. (1978))

Dudé, C. A. Aaronson, H. I. Cochrane, R. C.*	Widgery, D. J.	Abson, D. J.	Others	Japanese Researchers
Alloctriomorphic (Polygonal) Ferrite*	Proeutectoid Ferrite	Grain Boundary Ferrite	Proeutectoid Ferrite Grain Boundary Ferrite Polygonal Ferrite Blocky Ferrite	Proeutectoid Ferrite Grain Boundary Ferrite Blocky Ferrite
		Polygonal Ferrite	Ferrite Islands	Polygonal Ferrite
Primary and Secondary Ferrite Side Plates*	Lamellar Component (Product)	Ferrite With Aligned M-A-C	Ferrite Side Plate Lath Ferrite Upper Bainite	Ferrite Side Plate Lath Like Structure of Acicular
Intragranular Ferrite Plates*	Acicular Ferrite	Acicular Ferrite	Acicular Ferrite Fine Bainitic Ferrite	Acicular Ferrite Fine Grain Ferrite
Massive Ferrite				
Microphases*	Pearlite	Ferrite-Carbide Aggre- gate M-A Constituent	Martensite M-A Constituent Lath Ferrite	Pearlite Martensite M-A Constituent High C Martensite Upper Bainite
	Lath Martensite Twinned Martensite Retained Austenite Upper (occasionally Lower) Bainite			

Tableau 2.3 : détermination des microstructures et microphases de la zone à gros grains austénitiques (TOYODA M. (1988)).

De même, KOMIZO Y. (1989) et ARIMOCHI K. (1989) estiment l'influence du "MA" sur la ténacité à environ + 10°C par pourcent de "MA" pour la température correspondante respectivement à une ouverture critique des lèvres de la fissure (δ_c) de 0,25 mm (cf relation 2.9, KOMIZO Y. (1989)) et à un δ_c de 0,1 mm.

Différents mécanismes sont proposés par HE X.J. (1984), STEENBRUNNER (1988), HAZE T. (1988), TOYODA M. (1989) pour interpréter l'influence du "MA" sur la résistance à la rupture fragile des aciers. Ces mécanismes peuvent se résumer en deux modèles proposés par CHEN J.H. (1984) en fonction de la température :

- . à la température ambiante, l'aptitude à la déformation plastique de la ferrite est plus importante que celle du "MA" qui a une teneur élevée en carbone. L'accommodation des déformations est à l'origine de la rupture prématuré du "MA" ou d'une décohésion de ce constituant avec la matrice ferritique. Par la suite, la rupture par clivage s'amorce à partir de ses microfissures.
- . à la température de l'azote liquide, le constituant "MA" joue le rôle d'un concentrateur de contrainte. Les déformations plastiques et la triaxialité des contraintes concentrées en ce point facilitent ainsi l'amorçage de la rupture fragile de la ferrite.

Ces interprétations des mécanismes de fragilisation induit par le "MA" sont en accord avec l'hypothèse relative à l'influence de la morphologie et de la dureté de ce constituant sur la résilience de la zone affectée par la chaleur.

Ainsi CHEN J.H. (1984) met en évidence un effet de la taille du "MA" sur son "efficacité", la contrainte critique de fissuration diminuant avec la taille du "MA". D'autre part, HIRAI Y. (1981) montre que le "MA" de morphologie allongée est plus critique pour la résistance à la rupture fragile que sous la forme massive. Ce résultat est à relier à l'accommodation plastique et aux concentrations de contraintes au contact des particules de "MA" qui sont respectivement plus aisées et moins intenses dans une structure ferritique aciculaire que dans une bainite supérieure en lattes.

Hormis cet effet de forme, HAZE T. (1988) et MATSUDA F. (1990) associent une augmentation de la dureté du "MA" à une baisse de la résilience de la zone à gros grains.

Il est à noter à ce titre que les mesures de dureté du "MA" réalisées par KOMIZO Y. (1979) et MATSUDA F. (1990) conduisent respectivement à des valeurs 650 à 700 HV et à des valeurs de 400 à 1 200 HV alors que la matrice ferritique présente une dureté de 200 à 220 HV. Ces valeurs élevées de dureté du "MA" résultent vraisemblablement de sa teneur élevée en carbone (cf figure 2.21).

Dans la zone intercritique, AKSELSEN O.M. (1987), HAZE (1988), DEVILLERS (1990) montrent par ailleurs la présence de constituant "MA" qui semble avoir la même influence prépondérante et néfaste sur la résilience de cette zone.

Par contre, l'amélioration de la ténacité de la zone à gros grains aux fortes énergies de soudage résultent de la décomposition en perlite du "MA". Il est généralement admis par les différents auteurs que les carbures issues de la décomposition du "MA" ont un effet moins néfaste que le "MA" constituant sur la résistance à la rupture fragile (IKAWA H. (1980), HAZE T. (1988), TOYODA M. (1988), TANAKA J. (1988)).

La microstructure et donc le comportement mécanique de la Z.A.C. sont étroitement liés à l'énergie de soudage et à l'analyse chimique du métal de base. Le procédé de soudage étant fixe, une optimisation de l'analyse chimique est nécessaire afin d'obtenir les meilleurs résultats de résilience possibles en Z.A.C. en conservant pour le métal de base un comportement mécanique satisfaisant.

2.4 Influence de l'analyse chimique sur la microstructure et la résistance à la rupture fragile de la ZAC

Dans l'optique de l'élaboration d'un acier bas carbone (0,1 %C) à soudabilité amélioré par optimisation de l'analyse chimique, il est important de connaître l'influence des éléments d'addition sur la résistance à la rupture fragile de la zone affectée par la chaleur. Toutefois, les propriétés mécaniques du métal de base dépendent aussi de l'analyse chimique de l'acier. Ainsi l'amélioration des propriétés mécaniques de la Z.A.C. ne pourra se faire qu'au détriment de celles du métal de base.

Les estimations des influences des éléments d'addition sur la ténacité de la Z.A.C. et les propriétés mécaniques du métal de base proposées par YURIOKA N. (1984) et TOMITA T. (1986) sont reprises dans la figure 2.22.

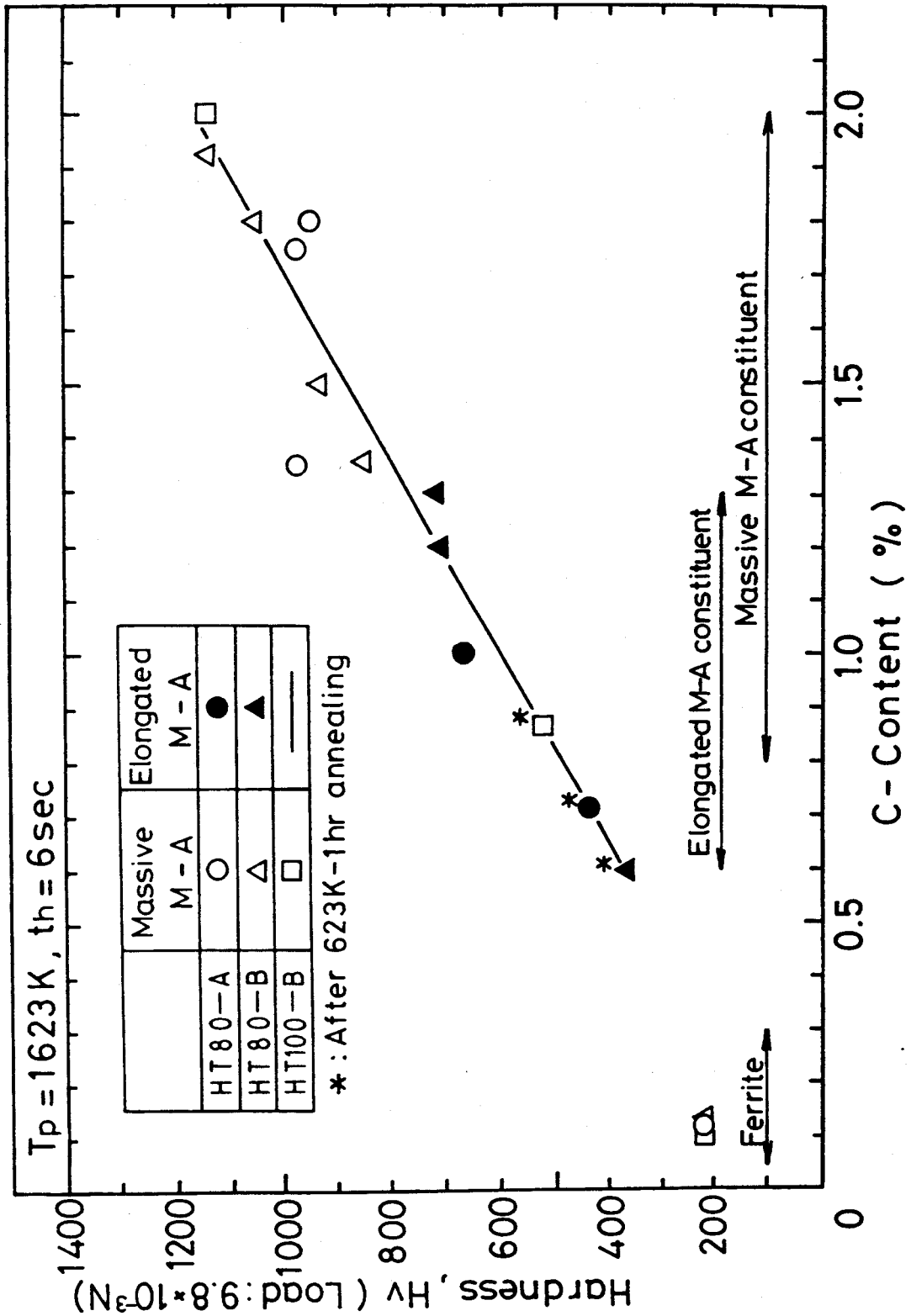
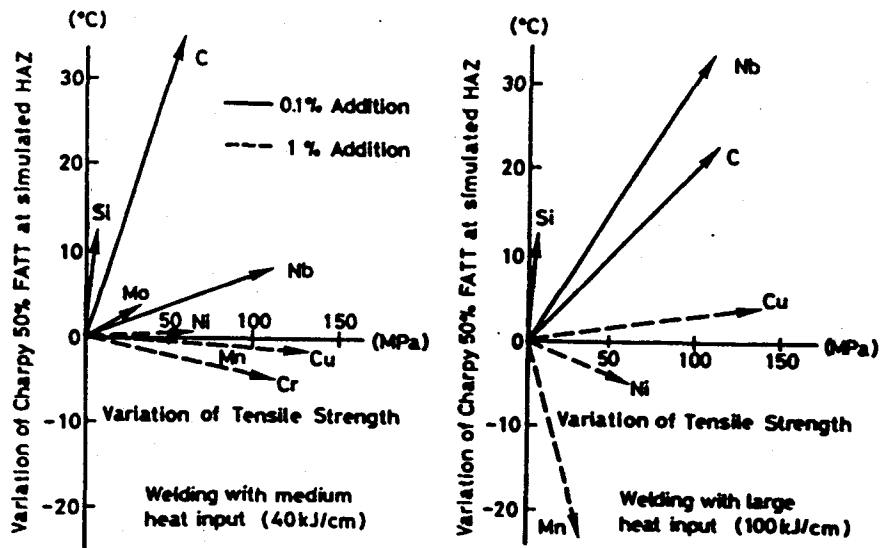


Figure 2.21 : évolution de la dureté du "MA" en fonction de sa teneur en carbone (MATSUDA F. (1990))

Performance		Chemical composition of steel																			
		C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	Nb	V	Al	Ti	B	O	N	REM	Ca	Sr	Sb
Steel	Strength ↑	○	⊕	○			○	○	○	○	○				free B	○					
	Toughness ↑	⊕		⊕			⊕	⊕					AlN	TiN		⊕	●				
HAZ	Hardness ↓	●	⊕	●	⊕		⊕	⊕	●	●	⊕	⊕			free B	oxide	⊕				
	Cold cracking ↓	●		●	⊕	⊕	⊕		●	⊕	⊕	⊕			free B	oxide					
	Lamellar tearing ↓				⊕	●							Al ₂ O ₃			●		○	○		
	Reheat cracking ↓	⊕		⊕					●	●	⊕	●									
	Charpy ↑	⊕		⊕			⊕	⊕		⊕	⊕		AlN	TiN	BN	oxide	●		oxide		
	COD ↓	⊕		⊕	⊕		⊕	⊕			⊕		AlN	TiN	BN	oxide	●		oxide		
	SSCC ↓	●	⊕	●	⊕		⊕	⊕	●	●	⊕	⊕			free B						
	Temper embrittle. ↓		⊕	⊕	●															●	●
	Creep embrittle. ↓						●														●
Irradiat. embrittle. ↓				●		●															
Weld metal	Hot cracking ↓	⊕			●	●		⊕													
	Porosity ↓															●	⊕				
	Toughness ↑										⊕						●				
Arc stability ↑																		●	⊕		

○ very beneficial, ⊕ beneficial, ⊖ detrimental, ● very detrimental

A



B

Figure 2.22 : influence de l'analyse chimique sur la résistance à la rupture fragile de la Z.A.C. et les caractéristiques mécaniques du métal de base

A) selon YURIOKA N. (1984)

B) selon TOMITA T. (1986)

La figure 2.23, obtenue à partir d'essais sur éprouvettes simulées en soudage multipasses, représente l'influence apparente et respective des éléments d'addition sur la ténacité de la zone affectée par la chaleur.

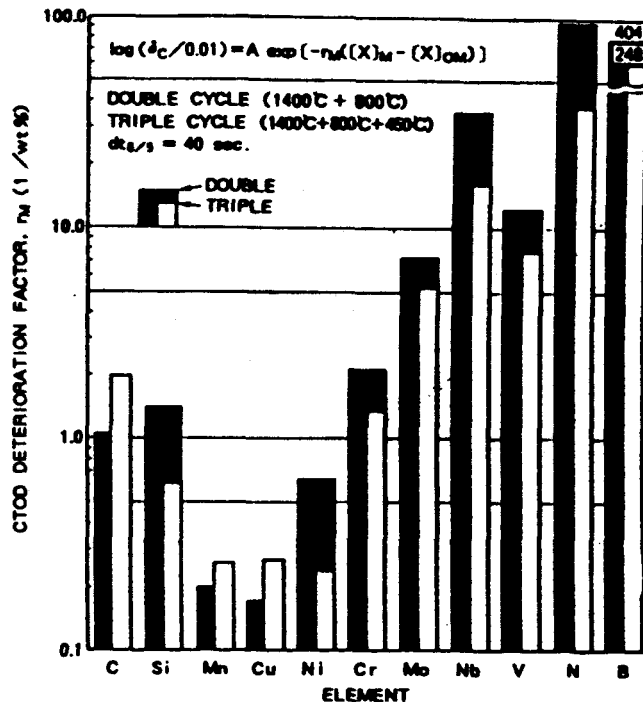


Figure 2.23 : influence des éléments d'addition sur la ténacité de la Z.A.C. (essais sur éprouvettes simulées 2 et 3 pics) (HAZE T. (1988))

Dans le cadre de l'étude, nous ne considérons que l'influence des éléments azote, titane et niobium qui, au vu de l'ensemble des résultats présentés, comptent parmi les éléments qui ont une influence prépondérante sur la résistance à la rupture fragile de la Z.A.C..

2.4.1 Influence de l'azote

Deux types de compositions d'aciers doivent être distingués afin d'appréhender l'effet de l'azote sur la résistance à la rupture fragile de la Z.A.C. :

Dans le cas des nuances sans titane pour lesquelles tous les auteurs s'accordent pour attribuer un effet néfaste à l'azote en solution solide (HAZE T. (1986), SAWHILL J.M. (1976), KAN T. (1985), SUZUKI M. (1982), SUGA M. (1984), TOYODA M. (1988)). Cette influence résulte de la localisation interstitielle de l'azote dans le réseau ferritique.

Cette position engendre des distorsions importantes du réseau cristallin, ce qui augmente la dureté mais diminue la ténacité de la Z.A.C. (BONNET C. 1986).

SUZUKI M. (1982) estime l'influence de l'azote en solution solide sur la température de transition Charpy V (T_k) à $+ 30^\circ\text{C}/10^{-3}\%$ N (cf figure 2.24). Cette valeur est peu crédible car elle est obtenue en faisant varier les vitesses de refroidissement ($10 \text{ s} < \Delta t$ ($800/500$) $< 300 \text{ s}$) et néglige totalement les modifications structurales induites par cette procédure (cf chapitre 2.3).

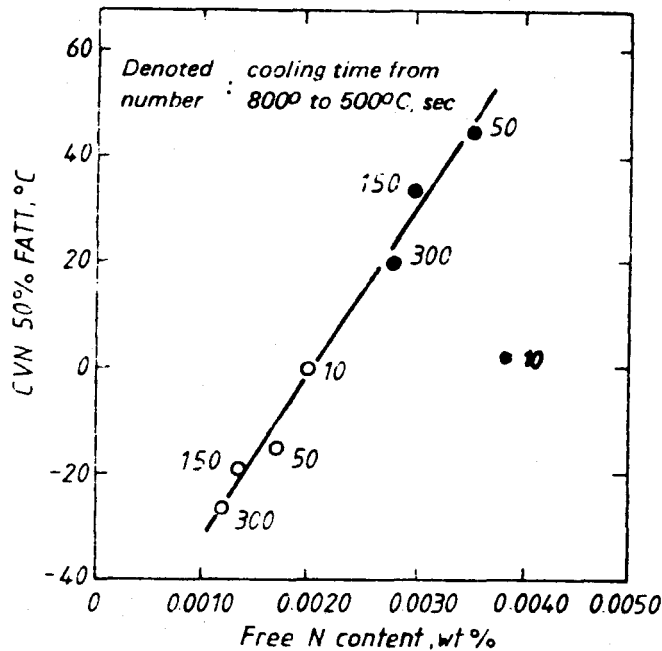


Figure 2.24 : effet de l'azote en solution solide sur la température de transition de la Z.A.C. (SUZUKI M. (1982))

De son côté, KAN T. (1985) évalue l'effet de l'azote sur la température de transition Charpy V à $+ 15^\circ\text{C}/10^{-3}\%$ N. Cette valeur est vraisemblablement sous estimée puisque les corrélations sont obtenues à partir des teneurs en azote total de l'acier (cf figure 2.25).

Des aciers microalliés au titane dans lesquels l'azote précipite, au moins en partie, sous forme de nitrures de titane stables à haute température qui ont un effet favorable sur la ténacité de la Z.A.C. (EASTERLING K.E. (1983), MAURICKX T. (1987)). Du fait de cette précipitation, les teneurs en azote libre de la Z.A.C. sont faibles. De nombreux auteurs établissent l'existence de teneurs optimales en titane et en azote pour assurer une précipitation fine et homogène de nitrure de titane (TiN) en phase solide et pour éviter la présence d'azote en solution solide (cf chapitre 2.4.2). Par ailleurs, MAURICKX T. (1987) montre que l'influence maximale de la teneur en azote en solution solide sur la température de transition T_k 28 J est de $+ 7^\circ\text{C}/10^{-3}\%$ N et que cet effet n'est pas

prépondérant par rapport à l'influence du "MAC" sur la résilience de la Z.A.C. (cf tableau 2.3).

N libre ($N < 4 \cdot 10^{-3}\%$) ↑	Effet non prépondérant - semble dégrader $\Delta T_k / \Delta [N_s]_s < 7^\circ\text{k}/10^{-3}\%$
D_γ ($D_\gamma < 300 \mu\text{m}$) ↑	Effet non prépondérant - semble dégrader $\Delta T_k / \Delta D^{-1/2} < -11^\circ\text{k}/\text{mm}^{-1/2}$
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."

Tableau 2.3 : influence de l'azote en solution solide sur la température de transition T_{k28J} (MAURICKX T. (1987))

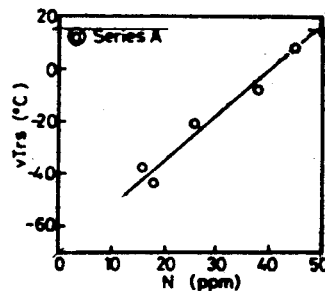


Figure 2.25 : corrélation entre la teneur en azote total de l'acier et la température de transition (T_k) de la Z.A.C. (KAN T. (1985) ($\Delta t (800/500) = 180 \text{ s}$))

2.4.2 Influence du titane

Toutes les recherches menées sur les aciers à soudabilité améliorée concluent à l'effet bénéfique de l'addition de titane sur la ténacité de la Z.A.C.. La présence de titane et d'azote conduit à une précipitation de nitrures de titane (TiN) stables à haute température qui ont pour actions :

- la diminution des teneurs en azote libre de la Z.A.C. (DESHIMARU S. (1987), TANAKA J. (1988), NAKANO Y. (1987), MAURICKX T. (1987))
- le contrôle de la taille des grains austénitiques à haute température (KAWAZAWA S. (1976), CHEN Z. (1987), MAURICKX T. (1985), SAWHILL J.M. (1976)). A titre d'exemple, KANAZAWA S. (1976) a comparé les effets de plusieurs types de précipités. La figure 2.26 tirée de ses résultats, révèle que les aciers microalliés en titane présentent les tailles de grains austénitiques les plus faibles et les plus stables.

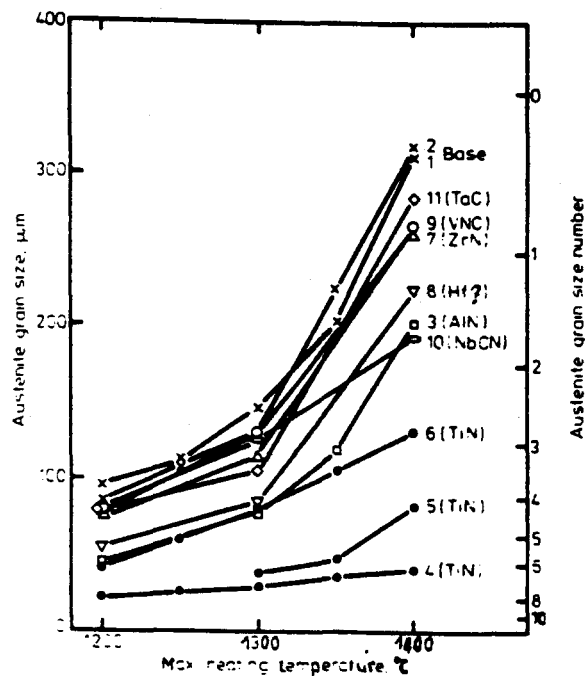
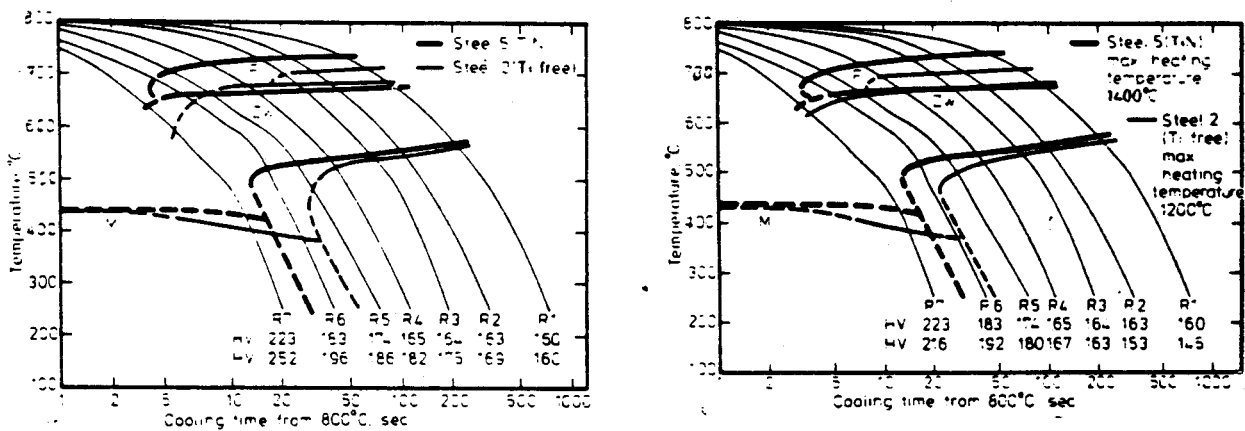


Figure 2.26 : évolution de la taille des grains austénitiques avec la température de pic et la nature des précipités (KANAZAWA S. (1976))

- la germination intragranulaire de la ferrite aciculaire. KANAZAWA S. (1976) montre qu'un acier microallié au titane présente une trempabilité inférieure à celle d'un acier qui en est dépourvu (cf figure 2.27). 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 (cf figure 2.27 b). Cette observation semble indiquer que l'action du nitrure de titane sur la trempabilité de la zone affectée par la chaleur ne résulte pas uniquement de la diminution de la taille de grains austénitiques. Ainsi, KANAZAWA, après une étude microstructurale approfondie, tend à interpréter cette constatation par la germination intragranulaire de la ferrite. En accord avec cette hypothèse, MAURICKX T. (1987) démontre la germination intragranulaire de la ferrite sur les précipités de nitrure de titane. Ces précipités satisfont aux relations d'orientation cristallographique de BAIN avec la ferrite. Ils sont incohérents avec l'austénite et vraisemblablement cohérents avec les germes de ferrite.



a) taille de grains austénitiques différents

b) taille de grains austénitiques identiques

Figure 2.27: diagramme T.R.C. établi en condition de soudage pour deux aciers microalliés ou non au titane (KANAZAWA S. (1976))

Ces trois actions conduisent à une amélioration de la résistance à la rupture fragile de la Z.A.C.. De nombreux auteurs ont tenté d'évaluer les teneurs optimales en titane et en azote pour obtenir les meilleurs propriétés de résilience dans la zone affectée par la chaleur.

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 2.28 montrent que l'énergie de résilience à 0°C "E_{0°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.

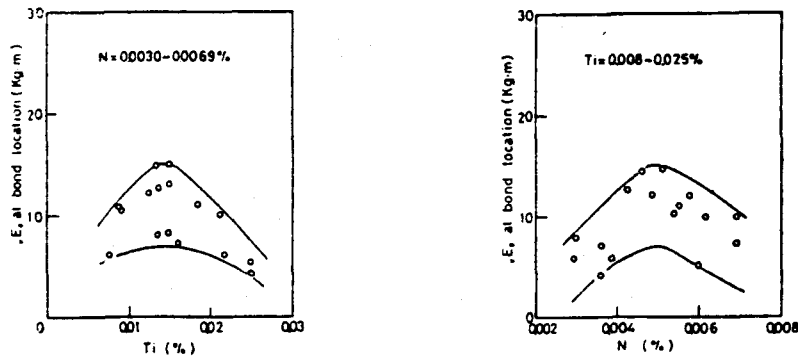


Figure 2.28 : effet des teneurs en titane et en azote sur la valeur de " $E_{0.2}$ " après soudage monopasse S.A.W. (TOMITA M. (1980))

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 2.29 illustrent cette corrélation.

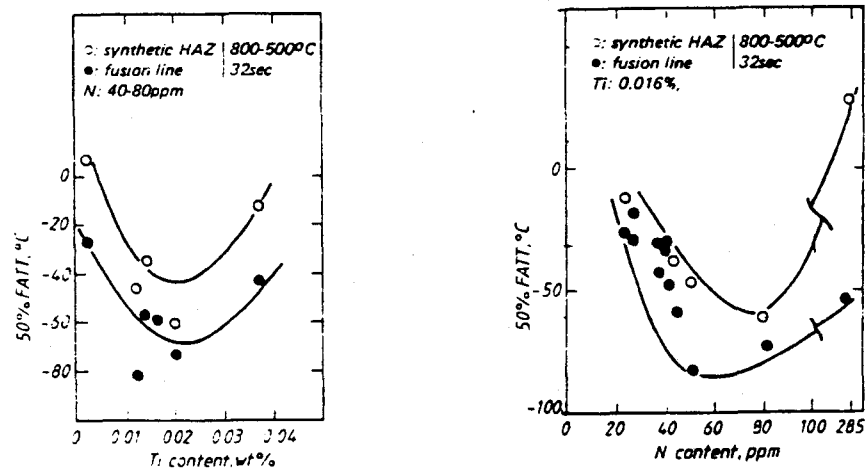


Figure 2.29 : influence des teneurs en titane et en azote sur la température de transition T_k 50 % (BESSYO K (1982))

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 2.30 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 %.

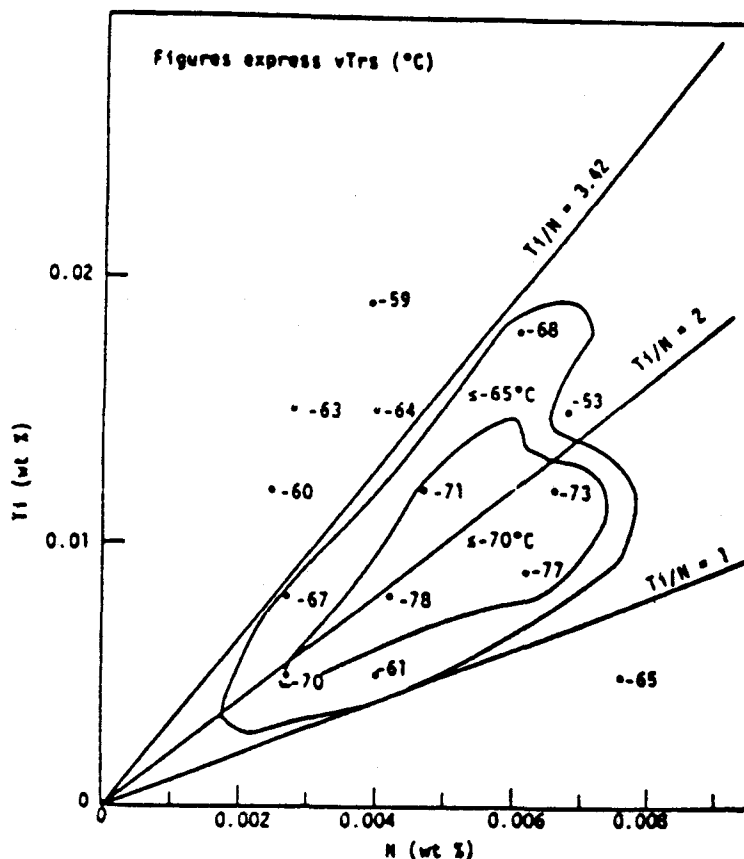


Figure 2.30 : effet du titane et de l'azote sur la résilience en ligne de fusion $H = 4 - 6 \text{ kJ mm}^{-1}$ (NAKANISHI M. (1983))

Les observations précédentes conduisent à une valeur optimale du produit de solubilité $[Ti][N]$ proche de 60×10^{-6} caractérisée par une légère surstoéchiométrie en titane ($[Ti]/[N] \approx 2,5$). Ces valeurs correspondent à une précipitation fine et homogène de nitrure de titane en phase solide et évitent la présence d'azote en solution solide après soudage (MAURICKX T. (1987)).

Des études récentes (KATAKAMI M. (1988), OHKITA S. (1988) TANAKA J. (1988) et NISHIOKA K. (1988)) attribuent à la précipitation d'oxydes de titane, un effet semblable à celui des nitrures de titane sur la germination de la ferrite aciculaire et donc sur la résilience de la zone affectée par la chaleur (cf chapitre 2.3). Les précipités de type (TiO, Ti_2O_3) présentent l'intérêt supplémentaire d'être plus stables thermiquement que les nitrures, ainsi pour des températures de pic supérieures à $1\ 350^\circ\text{C}$, ils restent efficace pour prévenir la croissance du grain austénitique et autorisent la germination intragranulaire de la ferrite. En accord avec cette double influence, les aciers avec

oxydes de titane présente un meilleur comportement en résilience des joints soudés (cf figure 2.31). Il est à noter que la présence dans la Z.A.C de ces précipités d'oxyde de titane est conditionnée par la teneur en aluminium de l'acier qui doit être très faible (≤ 10 ppm) pour éviter la précipitation d'oxydes d'aluminium (Al_2O_3) (cf figure 2.32) (KATAKAMI M. (1988)).

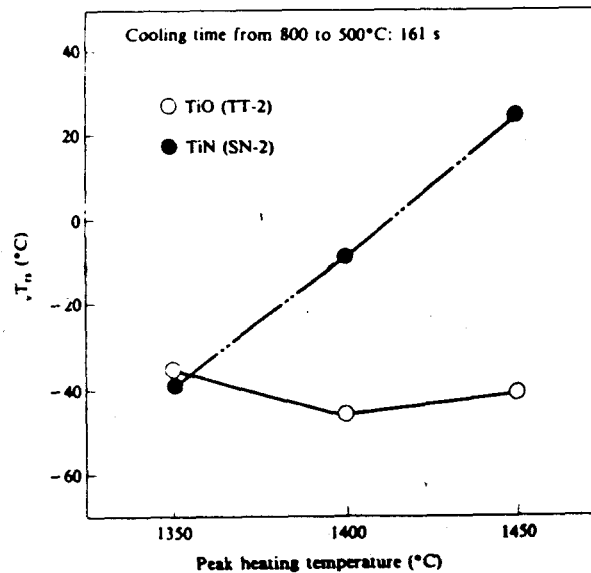


Figure 2.31: évolution de la température de transition de la Z.A.C. simulée avec la température de pic pour un acier avec oxyde de titane et l'autre avec nitrure de titane (OHKITA S. (1988))

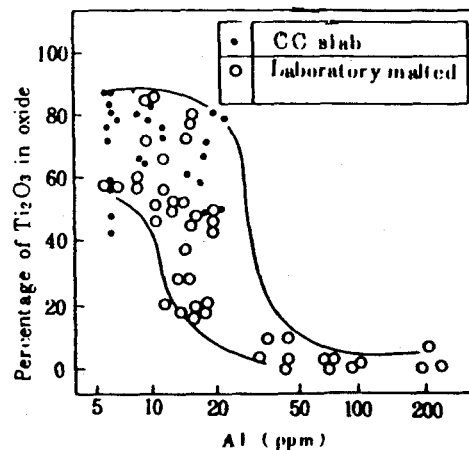


Figure 2.32: influence de la teneur en aluminium de l'acier sur la précipitation de l'oxyde de titane (Ti_2O_3) (KATAKAMI M. (1988))

2.4.3 Influence du niobium

Tous les auteurs s'accordent pour attribuer un effet néfaste à l'addition de niobium ($> 0,01\%$) sur la résistance à la rupture fragile de la Z.A.C.. On peut citer en exemple les corrélations établies par TSUKAMOTO H. (1988) et SHAMS N. (1980) entre la température de transition Charpy V et la teneur en niobium des aciers (cf figures 2. 33 et 2.34).

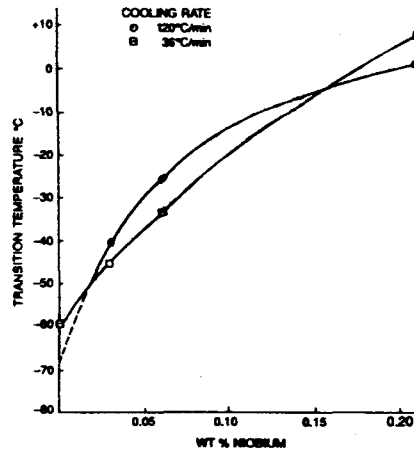


Figure 2.33 : augmentation de la température de transition Charpy V avec la teneur en Nb de l'acier pour deux vitesses de refroidissement (SHAMS N. (1988)) (0,07 % C ; 1,5 % Mn ; 0,25 Si)

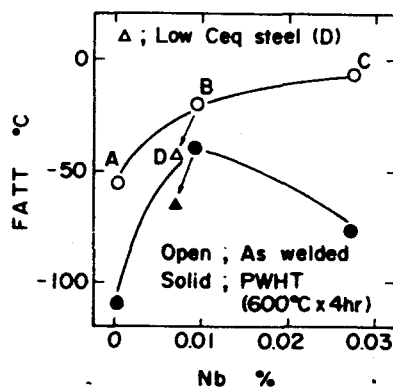


Figure 2.34: évolution de la température de transition Charpy V de la Z.A.C. en fonction de la teneur en niobium de l'acier (énergie de soudage 10 kJ/cm, PWHT : traitement post-soudage) (0,08 % C ; 0,3 % Si ; 0,4 % Ni ; 0,009 Ti)

La figure 2.35 tirée des résultats de Mc GRATH J.T. (1983) illustre la dégradation de la ténacité de la Z.A.C. avec l'augmentation des teneurs en niobium des aciers.

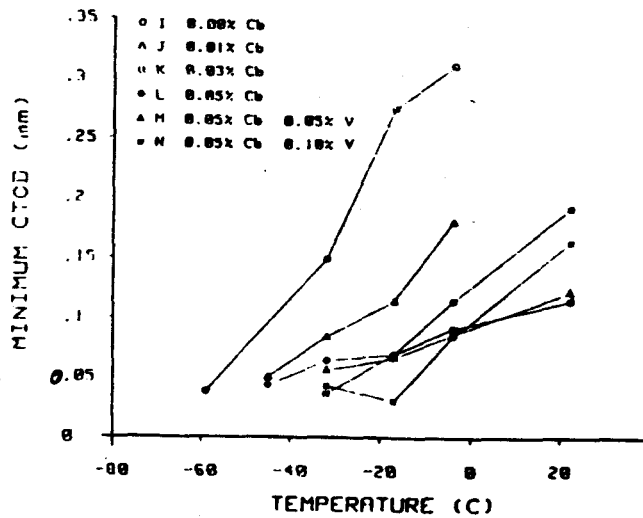


Figure 2.35: effet du niobium (Cb) sur les résultats d'essais C.O.D. d'aciers microalliés au titane après simulation de soudage (Mc GRATH J.T. (1983)) (0,06 % C ; 1,9 % Mn ; 0,005 % Ti)

Dans le cas du soudage multipasses, HAZE T. (1986) montre que l'augmentation de la teneur en niobium de l'acier a encore une influence négative sur la ténacité de la Z.A.C. (cf figure 2.36).

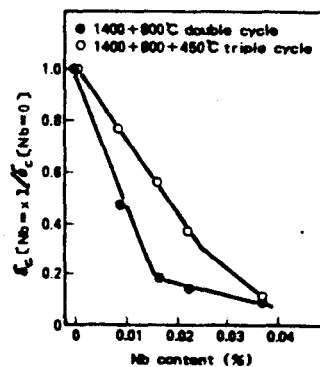


Figure 2.36: influence du niobium sur la ténacité des Z.A.C. simulées 2 et 3 pics (HAZE T. (1986)) (0,1 % C ; 1,5 % Mn ; 0,25 % Si)

WANG G.R. (1990), DOLBY K.E. (1988) et SHAMS N. (1988) expliquent la diminution des propriétés de la résilience de la Z.A.C. avec l'addition de niobium par l'augmentation de la trempabilité de l'acier (cf figure 2.37). L'apport de niobium en Z.A.C. augmente la

fraction volumique de bainite supérieure en lattes qui présente la plus mauvaise ténacité (cf chapitre 2.3).

De façon semblable, HAZE T. (1986) et TSUKAMOTO H. (1988) montrent que l'addition de niobium entraîne une augmentation de la teneur en "MA" constituant de la Z.A.C. (cf figure 2.38) qui explique la dégradation de la résilience (cf chapitre 2.3.2). TSUKAMOTO H. relie l'augmentation de la fraction volumique de "MA" constituant à la diminution des températures de transformation austénitique qui contribuent à stabiliser l'austénite (cf figure 2.39).

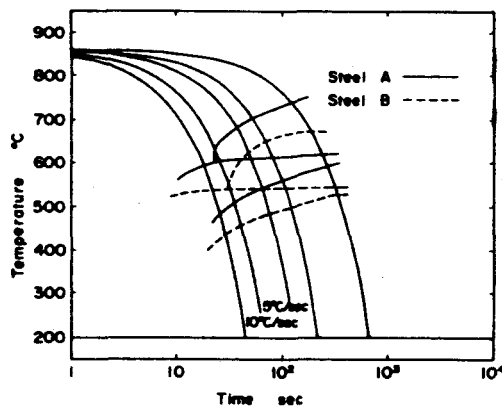


Figure 2.37: diagramme TRC en soudage d'aciers à 0,01 % Nb (B) et à 0 % Nb (A) (analyse chimique de base : 0,07 % C ; 1,5 % MN ; 0,30 Si ; 0,4 % Ni)

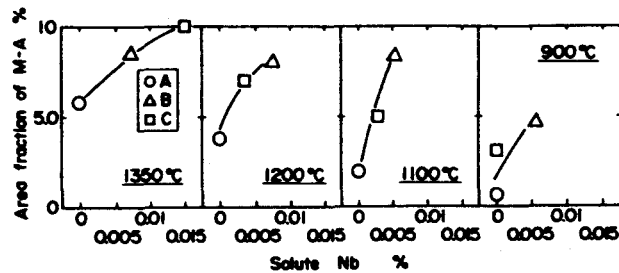


Figure 2.38: augmentation de la fraction volumique de "MA" avec la teneur en Nb en solution solide de la Z.A.C. (TSUKAMOTO H. (1988))

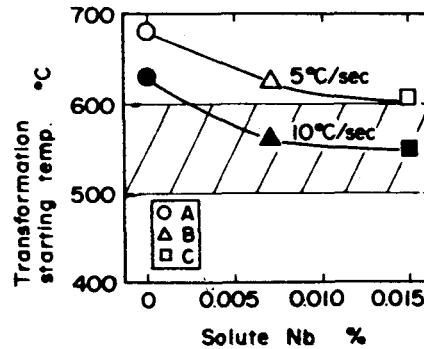


Figure 2.39: diminution de la température de transformation austénitique avec l'augmentation de la teneur en Nb des aciers (0,07 % C ; 1,5 % Mn ; 0,3 % Si ; 0,4 % Ni) (TSUKAMOTO H. (1988))

Dans le cas des aciers microalliés au titane, l'addition de niobium empêche la germination de la ferrite aciculaire sur les précipités de nitrure de titane (WANG G.R. (1990)). Ceci conduit à une dégradation des propriétés de résilience de la Z.A.C. puisque la ferrite exerce un effet bénéfique sur la ténacité de la zone affectée par la chaleur (cf chapitre 2.3).

Plusieurs hypothèses sont avancées pour expliquer l'influence du niobium sur la germination de la ferrite : elles considèrent que les précipités de nitrure de titane stables à haute température agissent comme germes pour la précipitation des carbonitrides de niobium et carbure de titane (LOBERG B. (1984), HOUGHTON D.C. (1982)). Cette réalisation entraîne un accroissement local des teneurs en titane et niobium au voisinage des précipités. Deux conséquences sont envisageables :

- . le niobium et le titane excédentaire, 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 μ m). 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 ($a_{TiN} =$

0,4241 nm). La figure 2.40 représente l'influence du paramètre de maille apparent "a" de $Ti_x Nb_{1-x}$ ($C_y N_{1-y}$) sur le paramètre d'écart à la cohérence " δ " et sur le rayon critique de perte de cohérence de la ferrite (MAURICKX T. (1987)).

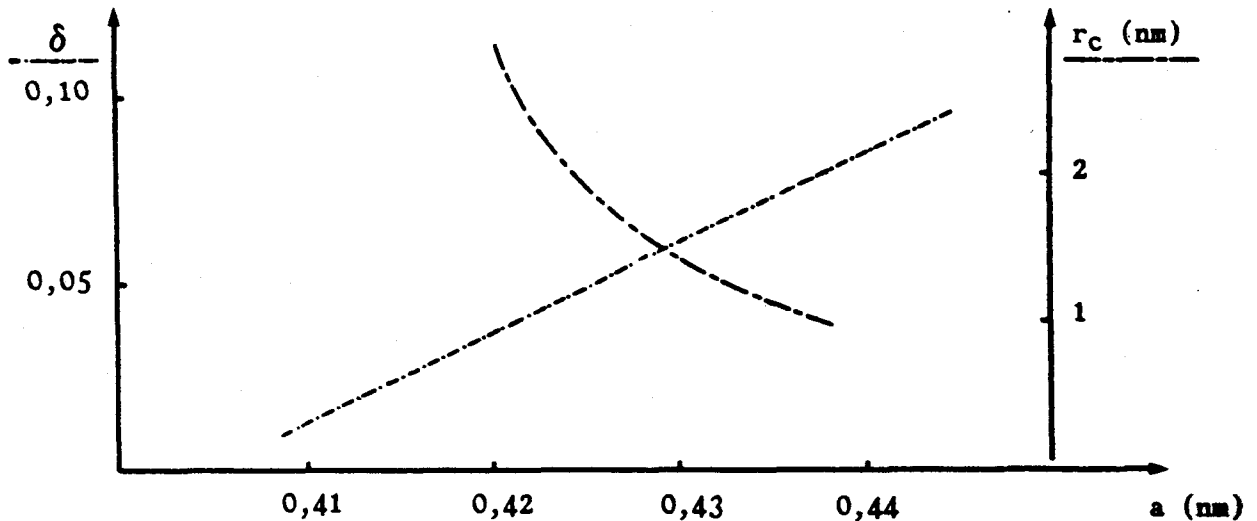


Figure 2.40: évolution de δ et r_c avec le paramètre de maille "apparent" des nitrures de titane (MAURICKX T. (1987))

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 (MAURICKX T. (1987)).

Primitivement, l'addition de niobium dans ce type d'aciers bas carbone provient de la nécessité d'utiliser cet élément pour obtenir des propriétés mécaniques satisfaisantes au niveau du métal de base. Une des voies proposée par différents auteurs pour s'affranchir de l'addition de niobium, est l'utilisation de nouveaux procédés d'élaboration des plaques qui est le "refroidissement accéléré doux" (R.A.D.). Ce traitement thermomécanique permet alors d'augmenter les caractéristiques mécaniques du métal de base sans addition d'élément a priori susceptible de nuire à la ténacité de la Z.A.C.. Toutefois, ce procédé n'est envisageable que pour des tôles d'épaisseur inférieures à 60 mm. Dans le cas contraire, il serait impossible d'assurer des caractéristiques mécaniques uniformes dans l'épaisseur des tôles. De plus, l'utilisation du traitement RAD pour l'élaboration de la tôle interdit tout détentionnement ultérieur de la soudure ce qui peut causer problème. Pour ces différents cas (tôles épaisses, traitement post-soudage), l'addition de niobium reste nécessaire. Il faut donc reconsidérer l'analyse du métal de base et l'influence du niobium sur la résistance à la

rupture fragile de la Z.A.C.. En particulier l'addition d'oxyde de titane pourrait peut être présenter un avantage puisque le niobium semble avoir un effet moins néfaste dans ce type d'acier (KATAKAMI M. (1988), NISHIOKA N. (1988)). Toutefois, la réalisation de cette nuance reste un défi technologique car il faut d'une part assurer une précipitation fine et homogène d'oxydes de titane et d'autre part assurer une teneur en aluminium très faible (cf chapitre 2.4.2).

2.5 Conclusion

La résistance à la rupture fragile de la zone à gros grains austénitiques des aciers à 0,1 % est conditionnée par la microstructure induite par le cycle thermique de soudage. La littérature établit la hiérarchie suivante dans le comportement mécanique des structures :

Les microstructures mixtes composées de martensite et de bainite inférieure sont les plus résilientes. Par la suite viennent dans l'ordre décroissant de résistance à la rupture fragile aciculaire, ferrito-perlitique et enfin bainitique supérieure en lattes.

Cette évolution de la ténacité de la Z.A.C. avec la microstructure semble devoir s'interpréter à partir de deux paramètres qui sont la fraction volumique de "MAC" et la "taille de grain "efficace". Toutefois, si l'influence endommageante du constituant "MA" semble reconnue, aucune conclusion unanime n'est retenue pour définir le paramètre cristallographique contrôlant la résistance à la rupture fragile de la Z.A.C.. De même, l'influence de la morphologie du constituant "MA" et de sa teneur en carbone qui conditionne des propriétés mécaniques intrinsèques, ne sont que très rarement considérées. De plus la nature martensitique ou austénitique du constituant "MA" ainsi que la stabilité thermomécanique de l'austénite sont souvent indéterminées.

Dans cette étude bibliographique les effets de l'azote en solution solide, du titane, du niobium et du silicium, sur la microstructure et la résistance à la rupture fragile de la Z.A.C. sont successivement considérés. Les auteurs concluent à l'effet néfaste de l'azote libre et du niobium par la résilience de la Z.A.C.. L'addition de niobium conduit à des structures trempantes de type bainitique supérieure en lattes qui présentent la plus mauvaises ténacité. Dans les aciers microalliés au titane, le niobium gêne la germination cohérente de la ferrite sur les précipités de nitrure de titane. Par ailleurs l'action espérée des nitrures de titane pour l'amélioration de la soudabilité est le contrôle de la taille des grains austénitiques à haute température et le piégeage de l'azote libre.

Références bibliographiques citées dans le chapitre 2
--

- **AKSELSEN O.M., GRONG O., SOLBERG J.K.**
 "Structure-property relationships in intercritical heat affected zone of low-carbon microalloyed steels"
 Mat. Sciences and Technology, n°8, 1987, pages 649 - 655

- **ARIMOCCHI K., SOMEYA R., BESSYO K.**
 "Approach to local brittle zone free steel plate for offshore structures "
 1989

- **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, Londres, 1982, papier n°11

- **BISS V., CRYDERMAN R.L.**
 "Martensite and retained austenite in hot-rolled low carbon bainitic steels"
 Met. trans., vol 2, 1971, pages 2267 - 2276

- **BOWKER J.T., MC GRATH J.T., GIANETTO J.A., LETTS M. W.**
 "Evaluation of the microstructure/toughness relation ship of simulated regions in HSLA Steel"
 Metals technology laboratories, Ottawa, Doc IX 1569-89 1989, pages 1 à 19

- **BROZZO P., BUZZICHELLI G., MASCANZONI A., MIRABILE M.**
 "Microstructure and cleavage resistance of low-carbon bainitic steels"
 Met Science, n°4, 1977, pages 123 - 129

- **CHEN J.H., KIKATA Y., ARAKI T., YONEDA M., MATSUDA Y.**
 "Micro-fracture behaviour incuded by "MA" constituent in simulated welding heat affected zone of H.T. 80 high strength low alloyed steels"
 Acta. Met., n°10, 1984, pages 1779 - 1788

- **CHEN Z., LORETTO M.H., COCHRAME R.C.**

"Nature of large precipitates in titanium-containing HSLA steels"
Mat. science and technology, 1987, pages 836 - 844

- **CURRY D.A.**

"Cleavage micromechanisms of crack extension en steels"
Met. Science, août septembre 1980, pages 319 - 326

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

"Microstructures et caractéristiques mécaniques d'aciers bainitiques à basse teneur en carbone"
Revue de métallurgie, février 1979, pages 73 - 107

- **DESHIMARU S., HIRAI I., AMANO K., UEDA S., UEMARA T., TSUBOTA K.**

"Production of heavy-gauge steel plates suitable for high-heat input welding in the arctic region"
Kawasaki steel technical report, n°17, 1987, pages 34 - 40

- **DEVILLERS L., KAPLAN D.**

"Le rôle des zones fragiles locales vis-à-vis de la ténacité à l'amorçage de joints soudés en acier C-Mn"
Rapport interne IRSID, n° RE 88 318, 1988

- **DEVILLERS L., KAPLAN D., JANSEN J.P.**

"Aspect métallurgiques et mécaniques de la ténacité des zones affectés par la chaleur"
Revue de métallurgie C.I.T., mars 1988

- **DEVILLERS L., KAPLAN D., MAAS E.**

"Influence of local brittle zones on plate toughness. Application to welded structures"
Proceedings de la 7th conférence OMAE, Houston, 1988

- **DOLBY R.E.**

"The effet of niobium on the HAZ toughness of high heat input welds in C-Mn steels"
Proceedings du congrès "Welding of HSLA (microalloyed) structural steels"
Rome, 1976, pages 212 - 234

- **EASTERLING K.E.**

"Introduction to the physical metallurgy of welding"
Butterworth Edt, 1983

- **ENDO S., TSUKAMOTO M., SUGH M., MATSUMOTO K., ISHIKAWA H.**
"Effect of microstructure on HAZ toughness of steel for offshore structures"
Transaction ISIJ, Vol. 27, 1987

- **GRONG O., AKSELSEN O.M.**
"HAZ toughness of microalloyed steels for offshore"
Metal construction, septembre 1986, pages 557 - 562

- **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, pages 69 - 86

- **HAZE T., AIHARA S.**
"Influence of toughness and size of L.B.Z. on HAZ toughness of HSLA steels"
Proceeding de la 7th conference OMAE, Houston, 1988, pages 515 - 525

- **HAZE T., AIHARA S.**
"Influence of chemical compositions on COD value of the most embrittled zone of a welding joint"
Trans I.S.I.J., vol. 26, 1986, page 345

- **HE X.J., TERAQ N., BERGHEZAN A.**
"Influence of martensite morphologie and its dispersion on mechanical properties and fracture mecanismes of Fe - Mn - C dual phase steels"
Met. Science, Vol. 18, 1984, pages 367 - 373

- **HIRAI Y.**
"Effect of martensite-austenite constituent on toughness of high strength steel weldments"
Journal of Japan welding society, n°37, 1981, pages

- **HOUGHTON D.C., WEATHERLY G.C., EMBURY J.D.**
"Microchemistry of carbonitrides in the H.A.Z. of HSLA steels"
Proceeding du congrès, Adv. of Phys. Metal and Applic. of steels, Liverpool 1981,
Met. Soc., 1982, pages 136 - 146

- **IKAWA H., OSHIGE H.**

"Effect of martensite-austenite constituent on H.A.Z. toughness of high strength steel"

Transaction of the Japan welding society, n°11, 1980 pages 3 - 12

- **KALWA G., SCHNABEL E., SCHWAAB P.**

"Grain structure of bainitic and martensitic steels"

Mat. Techno., n°5, 1986, pages 207 - 215

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

"Improvement of weld fusion zone toughness by fine TiN"

Trans. I.S.I.J., n° 16, 1976, pages 486 - 495

- **KAN T., HIROMATSU M. , KAJI H.**

"Improvement in HAZ toughness of low temperature service air-killed steel for high heat input welding"

Trans. ISIJ, n°25, 1985, page 157

- **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, pages 92 - 101

- **KATAKAMI M., MORI N., HAZE T., ITO K.**

"Development in microalloying and processing of HSLA steels for offshore structures"

Proceeding du congrès WMC "Microalloyed HSLA steels", Chicago, 1988, pages 143 - 161

- **KOMIZO Y., FUKADA Y.**

"CTOD properties and MA constituent in the HAZ of C-Mn microalloyed steel"

Sumitomo Search, n°40, novembre 1989, pages 31 - 40

- **KOO J. Y., OZEKIN A.**

"Local brittle zone microstructure and toughness in structural steel weldments"

Proceeding du congrès "Welding metallurgy of structural steels", 1987, pages 119 - 135

- **LE HOUILLER R., BEGIN G., DUBE A.**

"A study of peculiarities of austenite during the formation of bainite"

Met. Trans., Vol. 2, 1971, pages 2645 - 2653

- **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, n°15, 1984, pages 33 - 41

- **MATSUDA F., LI Z., BERNASOUSKI P., ISHIHARA K., OKADA H.**

"An investigation on the behaviour of M.A. constituent in simulated HAZ of HSLA steels"

Osaka university report, doc. IX-B-1591, 1990

- **MATSUDA S., HAGEYAMA H.**

"Effect on TiN particules on the proeutectoid ferrite reaction"

Tetsu to Hagané, n°10, 1976, pages 1356 - 1362

- **MAURICKX T.**

"Effets des éléments dispersoïdes (Ti, Nb) sur la microstructure de la zone affectée par la chaleur d'aciers microalliés et conséquences sur la résilience"

Thèse soutenue à Lille le 23 juin 1987

- **MAURICKX T., TAILLARD R.**

"Caractérisation structurale et microstructurale de deux aciers de construction "soudables" avec un fort apport d'énergie"

Rapport interne CRDM, Février 1985

- **Mc FARLAND W. H.**

Trans. AIME, 233, 1965

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

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

I.I.W. Doc IX, pages 1281 - 1283

- **NAKANO Y., AMANO K., SANNOMIYA Y., KOBAYASHI E., OGAWA T., YAJIMA H.**
"Properties of 390 and 415 MPa yield strength steel plates with good toughness in large heat input welded joints"
Kawasaki steel technical report, n°17, 1987, pages 41 - 47

- **NAYLOR J.P.**
"Relation entre les propriétés mécaniques et la sous-structure des aciers en lattes, martensitiques et bainitiques"
Thèse de doctorat d'état, INP Lorraine, 1976

- **NISHIOKA K., TAMEHIRO H.**
"High-strength titanium - oxyde bearing line pipe steel for low-temperature service"
proceeding du congrès WMC, "Microalloyed HSLA steels", Chicago, 1988, pages 597 - 605

- **OHKITA S., HOMMA H., MATSUDA S., WAKABAYASHI M., YAMAMOTO K.**
"Improvement of HAZ toughness of HSLA steel by finely dispersed titanium oxyde"
Nippon steel technical report, n°37, avril 1988, pages 10 -16

- **OHMORI Y., OHTANI H., KUNITAKE T.**
"The mechanical properties of low-carbon low-alloy bainitic steels"
Trans. ISIJ, vol. 12, 1972, pages 147 - 154

- **OHTANI H., TERASAKI F., KUNITAKE T.**
"The microstructure and toughness of high tensile strength steels"
Trans. ISIJ, vol. 12, 1972, pages 118 - 127

- **PETCH N.J.**
"The influence of grain boundary carbide and grain size on the cleavage strength and impact transition temperature of steel"
Acta. Met., n°7, 1986, pages 1387 - 1393

- **ROBERTS G.A., MEHL R.F.**
Trans. A.I.M.E, 154, 318, 1943

- **ROBERT M.J.**
"Unstable flow in martensite and ferrite"
Met. Trans., n°1, 1970, pages 3203 - 3213

- **ROMIG A.D., SALZBRENNER R.**
"The kinetics of the ferrite/austenite phase transformation in Fe-Si-V-C alloys : a quantitative analysis of éléments partitioning"
Solid-Solid phase transformation, 1981, pages 849 - 853

- **SARIKAYA M., THOMAS G., STEEDS J.W.**
"Solute element partitioning and austenite stabilization in steels"
Solid-Solid phase transformation, 1981, pages 1421 - 1425

- **SAWHILL J.M., BOUSSEL P., MORROW J.W.**
"Heat-affected-zone toughness of high-heat-input HSLA welds"
Congrès ASM/AIM Soudabilité des aciers microalliés, Rome, nov. 1976

- **SHAMS N.**
"Fracture toughness in niobium treated steels"
Journal of metals, mars 1988, pages 14 - 17

- **SPEICH G.R., DEMAREST V.A., MILLER R.L.**
"Formation of austenite during intercritical annealing of dual phase steels"
Met Trans., vol. 12 A, 1981, pages 1419 - 1428

- **STEINBRUNNER D.L., MATLOCK D.K., KRAUSS G.**
"Void formation during tensile testing of dual phase steels"
Met. trans., vol. 19 A, 1988, pages 579 - 589

- **SUGA M., TAKAHASHI K., SAKUI S., YAMADA M., WATANABE I.**
"Extra low nitrogen high strength steel for high heat input welding"
Trans ISIJ, vol 24, 1984, page 60

- **SUZUKI M., WEATHERLY G.C., HOUGHTON D.C.**
"The response of carbo-nitride particles in HSLA steels to weld thermal cycles"
Acta. Met., 35, 2, 1987, pages 341 - 352

- **TENUTA AZEVEDO A.L., GALVAO DA SILVA E.**
"Mössbauer study of retained austenite in low C low alloy steel"
Scripta Met., vol 12, 1978, pages 113 - 117

- **THAULOW C., PAAUW A.J., GUNLEIKSRUD A., NAESS O.J.**
"Heat affected zone toughness of a low carbon microalloyed steel"
Met. Const., 1985, n° 17, pages 94 -99

- **TOMITA M., TAKASHIMA S., HOSAYA T. KASAMATSU Y.**
"Development of steel plate 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

- **TOMITA Y., OKABAYASHI O.**
"Effect of microstructure a stength and toughness of heat-treated low alloy structural steels"
Met. Trans., vol. 17 A, juillet 1986, pages 1203 - 1209

- **TOMITA T., TAKASHIMA S., HOSOYA T., KASAMATSU T.**
"Development of steel plates for high heat input welding by optimizing small amount of titanium and nitrogen contents"
Seminaire sur l'utilisation de l'acier dans la construction navale. Katowice (Pologne)
15 - 19 sept. 1980

- **TOYODA M.**
"Fracture toughness evaluation of steel welds" Part I et II
Osaka university report, 1988

- **TSUKAMOTO H., ENDO S., SUGA M., MATSUMOTO K.**
"Effect of niobium on the formation of M.A constituent and HAZ toughness of steel for offshore structures"
Proceedings du congrès WMC, "Microalloyed HSLA steels", Chicago, 1988, pages 497 - 506

- **TURKALO A.M.**
Trans: AIME, 218, 1960

- **YURIOKA N.**
"Impact of welding research on steel composition development"
Mat. and Design, vol VI, n°4, 1984

CHAPITRE 3 : MATERIAUX ET PROCEDURES EXPERIMENTALES

3.1 Métaux de base

3.1.1 Analyse chimique et élaboration

la première partie, visant à orienter le sujet, considère trois nuances industrielles référencées A, B et C dans le tableau 3.1. Ces aciers ont été choisis pour leur différence de comportement mécanique après soudage (cf chap. 4).

Le tableau 3.1 précise l'analyse chimique des aciers étudiés.

	C	Ni	Mn	Si	Al	Nb	Ti	N	P	S	V	B	élaboration
A	105	423	1446	505	55	28	15	4	6	2,4	32	3 ppm	I + N
B	111	418	1526	452	24	34	<3	4,2	13	3	<3	3 ppm	I + N
C	90	401	1532	273	57	<3	8	3,3	2,5	1,3	<3	1 ppm	I + RAD
D	75	469	1577	50	33	<3	13	1,5	2	0,6	<3	<1 ppm	S + RAD
E	86	477	1598	244	24	<3	11	2,1	3	0,8	<3	<1 ppm	S + RAD

S : Coulée synthétique - I : Industrielle - N : Normalisée - R.A.D. : Refroidissement accéléré doux

Tableau 3.1 : Analyse chimique pondérale des aciers étudiés (10^{-3} %)

Les aciers A et B sont de fabrication SOLLAC. Ils se caractérisent chimiquement par l'addition de Nb, V et Ti pour la nuance A et par la seule addition de Nb en absence de Ti et V pour l'acier B qui présente aussi les plus fortes teneurs en P et en S. La filière de fabrication se compose d'une élaboration dans un convertisseur à oxygène, suivie d'une solidification en coulée continue. Les tôles issues de ces coulées sont obtenues par laminage contrôlé des brames dans une cage quarto. La température de réchauffage des brames est de 1 240°C. Par la suite, les tôles subissent un recuit de normalisation qui est intégré au cycle de fabrication. Le traitement consiste en un chauffage lent dans un four "va et vient" à la vitesse de 7,5°C/minute jusqu'à la température de 910°C suivi d'un

maintien de 30 minutes et d'un refroidissement à l'air libre. Les tôles A et B sont respectivement de 80 mm et 75 mm d'épaisseur.

L'alliage C est de fabrication japonaise. Par comparaison avec les deux premières nuances, il se singularise par des teneurs en P et S faibles et par l'absence des éléments dispersoïdes Nb et V. Les faibles teneurs en P et S laissent penser que la fonte a subi un prétraitement de déphosphoration et de désulfuration. La tôle de 60 mm d'épaisseur résulte d'un traitement R.A.D. (Refroidissement rapide après laminage).

Les alliages D et E, considérés dans la seconde partie de l'étude, sont issus de coulées synthétiques d'environ 15 kg. Ils se définissent par de faibles teneurs en P et S, par l'absence des éléments dispersoïdes Nb et V et par l'addition de $12 \times 10^{-3} \%$ de Ti. Les largets obtenus, de 12 mm d'épaisseur, résultent d'un laminage contrôlé, caractérisé par une homogénéisation de deux heures à 1050°C et par une température de fin de laminage comprise entre 795°C et 815°C (température prise à mi-épaisseur de rive). Le laminage est suivi d'un traitement R.A.D. à savoir d'un refroidissement de 3°C/s jusqu'à 550°C et d'un refroidissement plus lent ($0,25^{\circ}\text{C/s}$) jusqu'à 300°C .

3.1.2 Caractéristiques mécaniques

Toutes les éprouvettes, considérées dans la thèse, sont prélevées dans l'état brut de laminage. Dans le but de s'affranchir des influences dues à la ségrégation majeure, les prélèvements sont effectués en peau de tôles. Les éprouvettes sont usinées dans le sens travers long de laminage.

Les propriétés de traction des métaux de base sont déterminées à partir d'éprouvettes proportionnelles de 5 mm de diamètre et sont conformes à la norme NFA 03-151.

Les propriétés mécaniques sont reportées dans le tableau 3.2.

	Rp (MPa)	Rm (MPa)	A %	Kv (J) - 80°C	e (mm)
A	341	476	31	150	80
B	373	511	35	185	75
C	376	510	27,5	170	60
D	405	497	36	345	12
E	415	516	34	335	12

Tableau 3.2 : Caractéristiques mécaniques du métal de base

R_p représente la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2 % d'allongement, R_m la charge de rupture, A % l'allongement à la rupture, K_v l'énergie de résilience et "e" l'épaisseur de la tôle considérée.

Les matériaux satisfont, voire dépassent, les exigences en traction de ce type d'acier de grade E 355 pour constructions "offshore".

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

3.1.3 Etude microstructurale des coulées industrielles

Microscopie optique

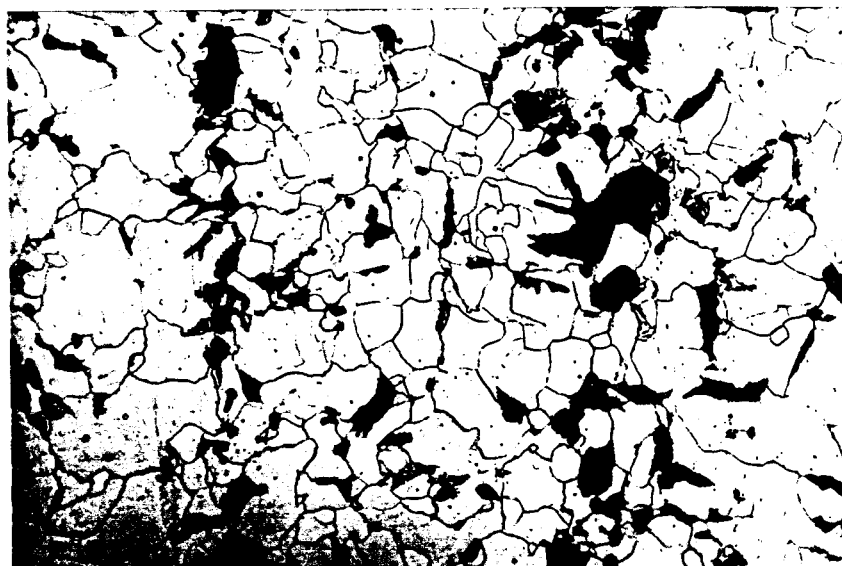
Après traitement thermique de normalisation, les aciers A et B présentent une structure semblable en peau des tôles. Ils sont constitués de grains de ferrite équiaxes et de plages de perlite dont la répartition en bandes parallèles à la direction de laminage est plus ou moins marquée suivant les zones. La figure 3.1 illustre la structure des aciers A et B à l'état normalisé. Les tailles de grains ferritiques sont hétérogènes. La taille moyenne est voisine de 10 µm pour les deux aciers.

Après traitement R.A.D., l'acier C présente une structure de type ferrito bainitique voisine. Ces structures résultent d'un refroidissement rapide après laminage et sont constituées de grains de ferrite équiaxes et de bainite supérieure (cf figure 3.2). On n'observe plus la structure en bande perlitique. La taille de grains ferritiques est plus faible que dans les nuances A et B et proche de 8 µm.

Microscopie électronique en transmission

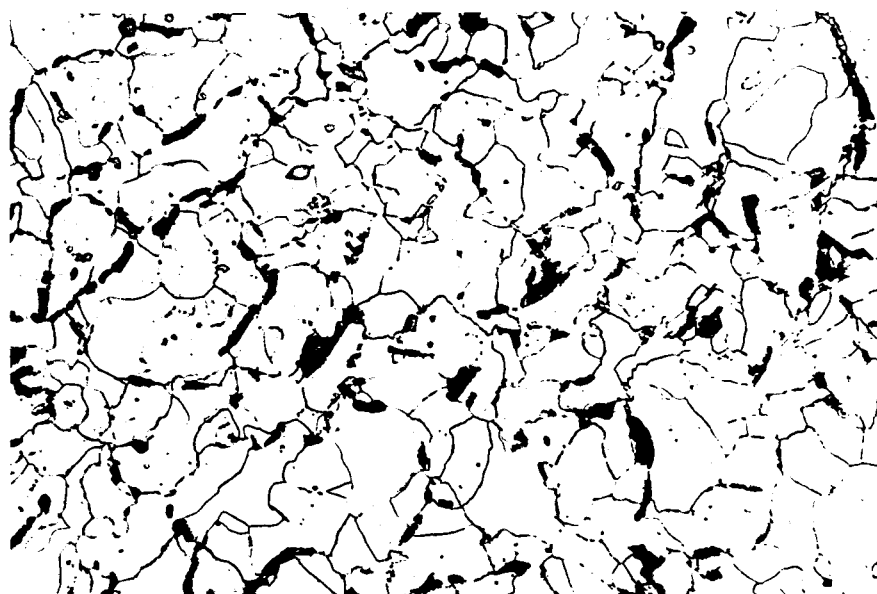
Les observations effectuées par microscopie électronique en transmission des aciers A et C confirment les résultats optiques.

Les deux nuances observées présentent par ailleurs, une précipitation intragranulaire homogène de particules de morphologie cubique de dimension moyenne de 100 nm et de 70 nm respectivement pour les aciers A et C. Ils possèdent une structure cristallographique cubique à face centrées de paramètre de maille proche de 0,42 nm (cf figure 3.3). Les travaux de MAURICKX T. (1987) sur la précipitation d'acier de composition voisine permettent d'assimiler ces précipités à des carbonitrides de titane substitués ou non par du niobium.



18 μm

Acier A



18 μm

Acier B

Figure 3.1 : structure des aciers A et B à l'état normalisé



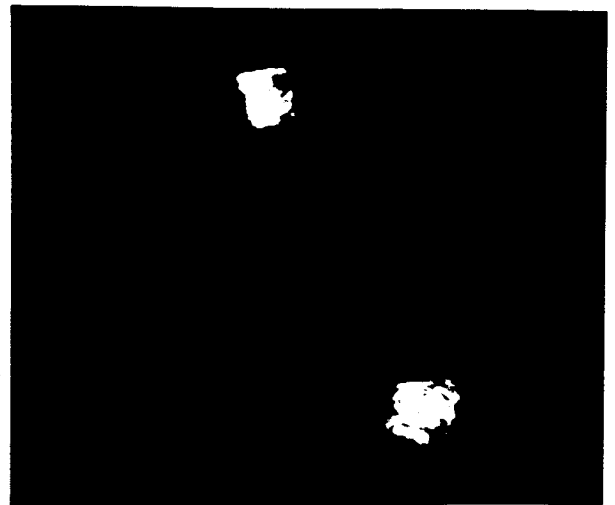
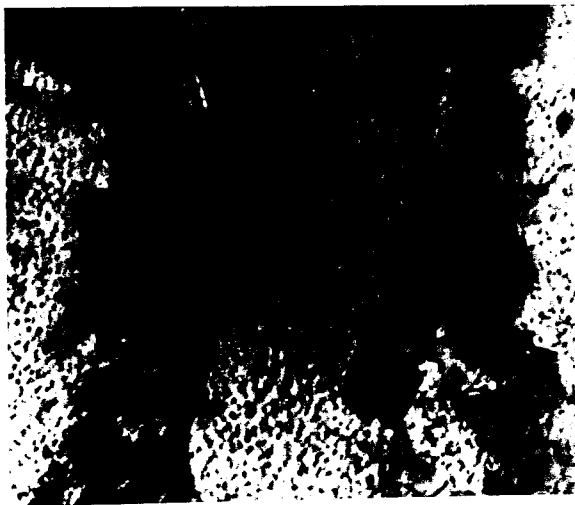
18 μm

Acier C

Figure 3.2 : structure d'acier C à l'état brute

Champ clair

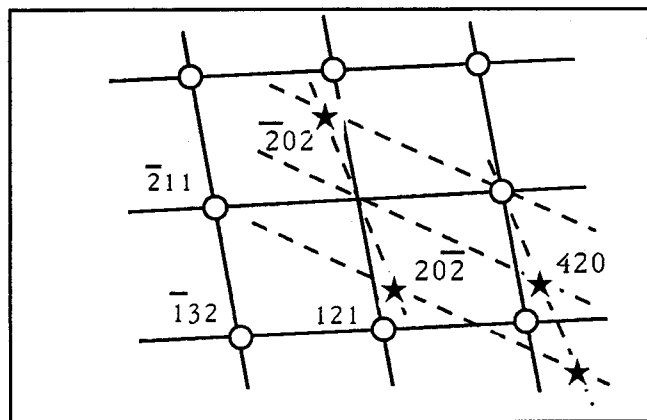
Champ sombre



0,17 μm

0,17 μm

Diagramme de diffraction



○ Matrice structure C.C. $a = 0,29 \text{ nm}$
Ferrite coupe $[\bar{1}\bar{3}\bar{5}]$

★ Précipité structure C.F.C. $a \approx 0,42 \text{ nm}$
coupe $[\bar{1}\bar{2}\bar{1}]$

Figure 3.3 : aspect de la précipitation intragranulaire de l'acier A à l'état normalisé

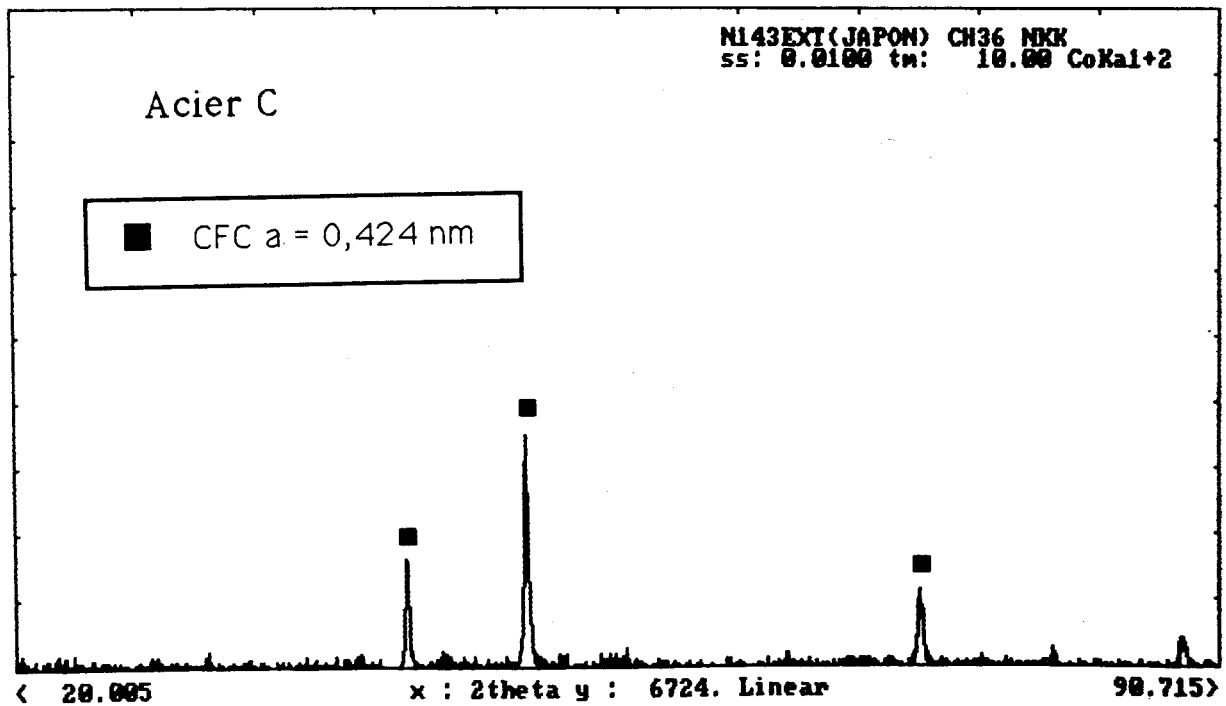
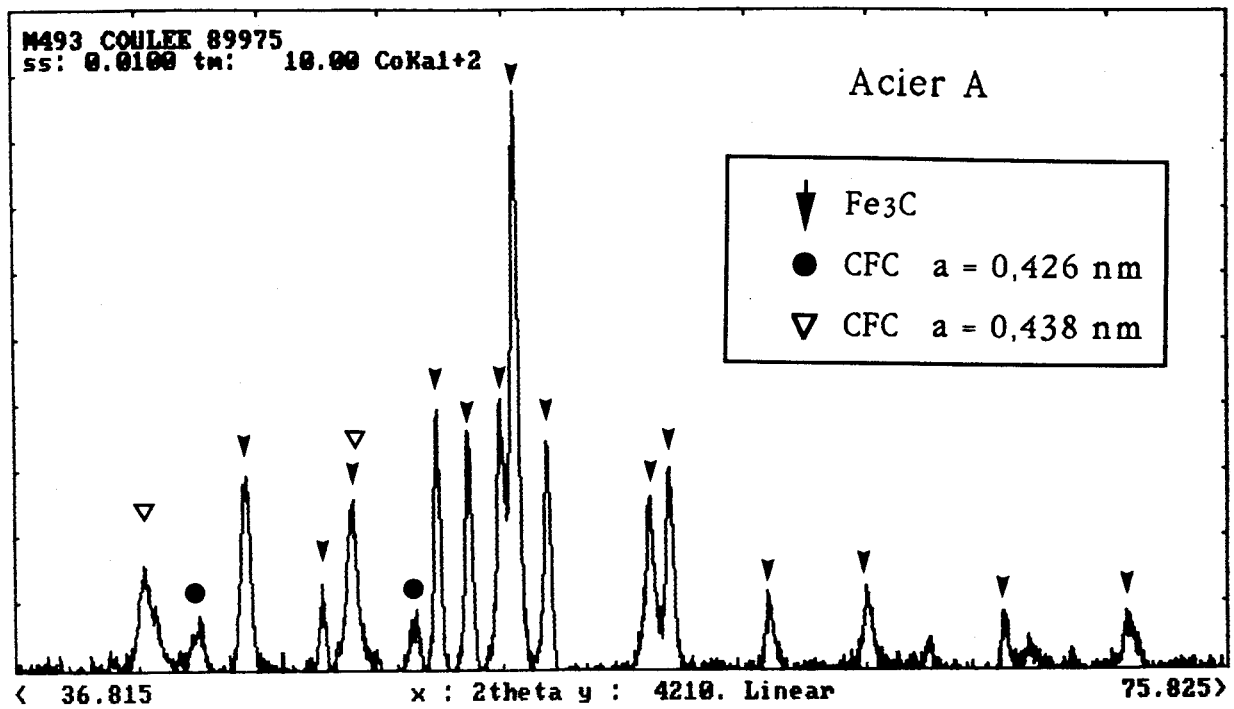


Figure 3.4 : diagramme de diffraction des rayons X sur précipités extraits des aciers A et C après destruction chimique de la cémentite.

Diagramme de diffraction des rayons X sur résidus

La figure 3.4 présente les diffractogrammes X des précipités extraits des aciers A et C.

L'acier A contient deux types de précipités dispersoïdes de structure cristallographique cubique à faces centrées. Les uns ont un paramètre de maille de 0,438 et sont assimilables à des carbonitrides de niobium (Nb (C, N)) (cf figure 3.4). Les autres ont un paramètre de maille de 0,426 et sont assimilables à des nitrures de titane substitués en carbone ou niobium ((Ti, Nb) (C, N)) (cf figure 3.4). Les largeurs excessives des pics de diffraction du diffractogramme de l'acier A traduisent vraisemblablement une modification de composition au sein des précipités. De nombreux pics dûs à la présence de cémentite subsistent en outre.

Les précipités de l'acier C présentent une seule structure cristallographique. Il s'agit d'une structure cubique à faces centrées de paramètres de maille de 0,424. Ils sont assimilés à des nitrures de titane purs (TOTH LE 1971). Le diffractogramme de cet acier ne présente par ailleurs pas de pics de cémentite.

Ti		Nb	
TiC : CFC	a = 0,431 nm	Nbc : CFC	a = 0,444 nm
	↑		↑
missibilité complète		missibilité complète	
	↓		↓
Tin : CFC	a = 0,424 nm	NbN : CFC	a = 0,437 nm

Tableau 3.2 : structure et paramètre de maille de carbures et nitrures de titane et niobium (TOTH LE (1971)).

3.2 Modes opératoires

3.2.1 Simulation thermique

Dans le but d'obtenir une zone de structure homogène, 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 suivant un cycle thermique programmé, d'une zone large d'environ 4 mm dans la partie centrale des éprouvettes.

Le suivi et le contrôle thermique sont assurés par un thermocouple implanté en peau et au milieu de l'éprouvette simulée.

Les simulations sont représentatives du cycle thermique subi par la zone à gros grain au cours du soudage d'une tôle de forte épaisseur. Ces cycles, schématisés par la figure 3.5, se caractérisent par un chauffage rapide de 400°C/s jusqu'à la température de 1350°C suivi d'un refroidissement contrôlé défini par le critère Δt (700/300) (durée de maintien entre 700°C et 300°C qui est fonction de l'énergie de soudage).

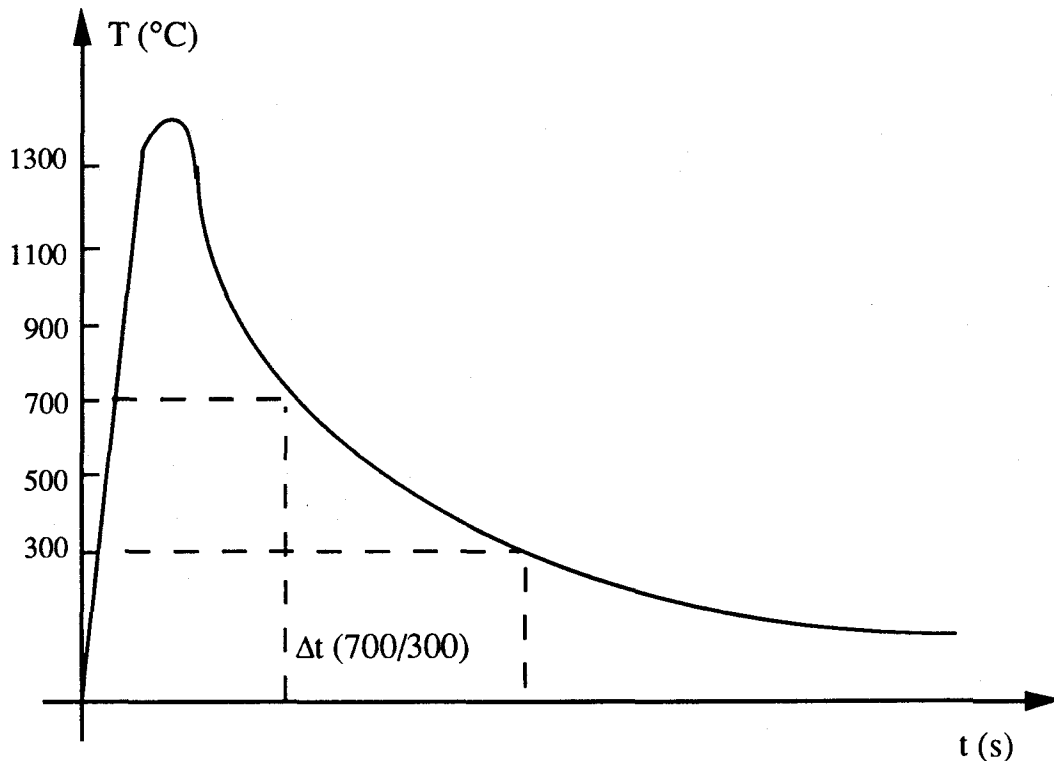


Figure 3.5 : cycle thermique de simulation de soudage

L'influence de l'énergie du procédé de soudage sur la structure et les propriétés mécaniques de la Z.A.C. est considéré à partir de 5 vitesses de refroidissement. Ces vitesses correspondent aux valeurs du critère de refroidissement de 10, 30, 50*, 100 et 300 secondes.

3.2.2 Essais mécaniques

1) dureté

Les essais de dureté Vickers sont effectués sous une charge de 5 kg.

* la simulation 50 s n'a pas été réalisée pour l'acier D et les coulées synthétiques

2) Essais de résilience Charpy

La résilience des essais est évaluée à l'aide d'un mouton pendule WOLPERT de 300 J, sur des éprouvettes normalisées où l'entaille en V est usinée au centre de la zone simulée. Les éprouvettes sont réalisées en trois étapes :

- prélèvement de barreaux 11 x 11 x 90 mm³
 - simulation thermique
 - usinage des éprouvettes Charpy normalisées (10 x 10 x 55 mm³)
- L'entaille est positionnée à l'aplomb du thermocouple de contrôle.

La figure 3.6 représente les étapes de réalisation des éprouvettes Charpy V.

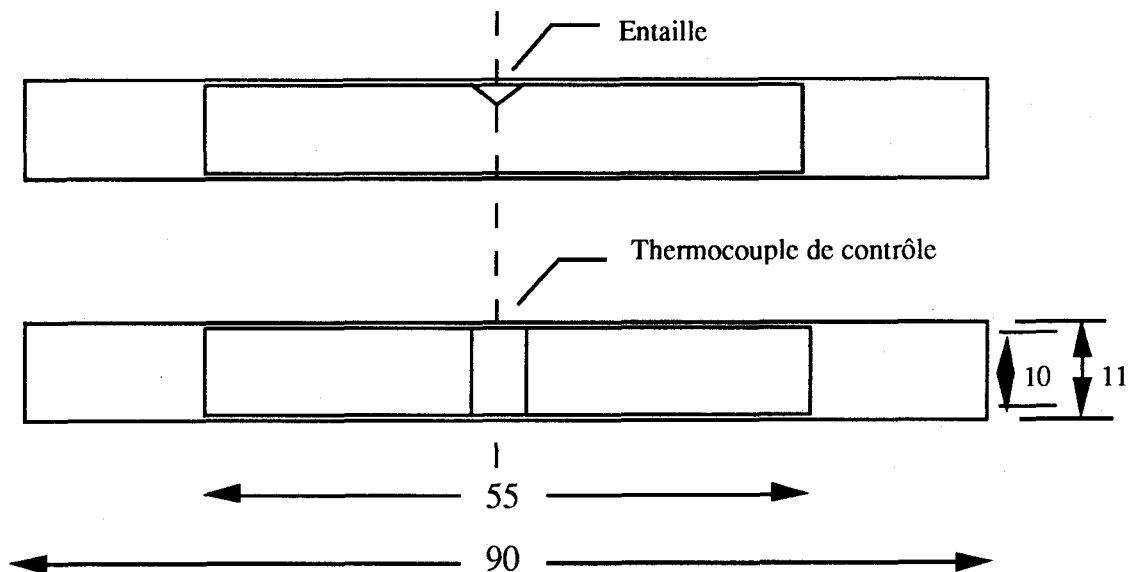


Figure 3.6 : préparation des éprouvettes de résilience

Pour le cas particulier de l'acier A, la résilience a été estimée au moyen d'un pendule instrumenté. Avec ce type d'appareil, la déformation du couteau est mesurée par des jauges de déformation piezo-résistives. L'étalonnage de ces déformations permet d'enregistrer la charge en fonction du temps au cours de l'essai (cf figure 3.7).

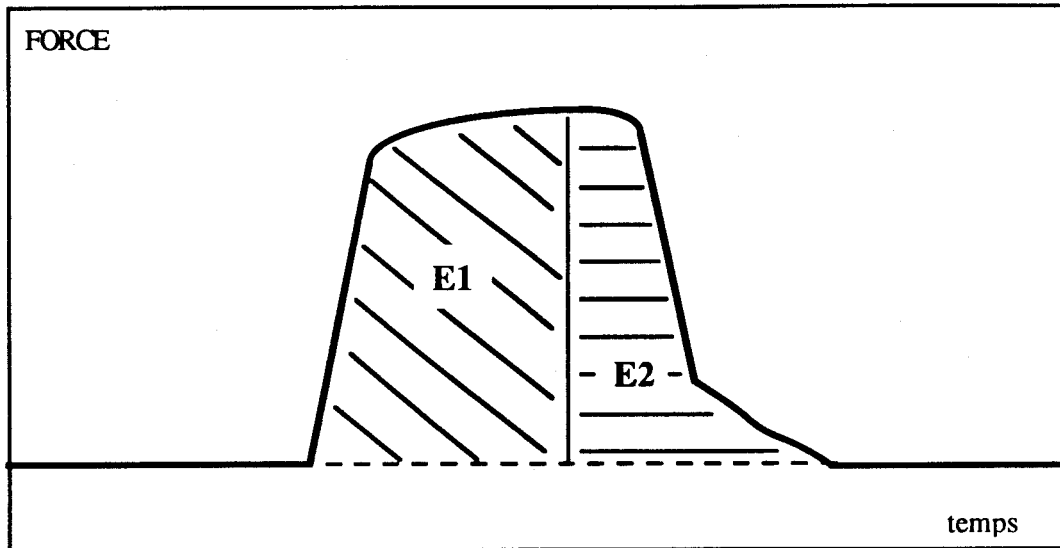


Figure 3.7 : fractogramme caractéristique d'un acier ferritique rompu dans la zone de transition

L'essai de résilience instrumenté présente l'avantage de pouvoir dissocier l'énergie totale de rupture en énergie d'amorçage (E_1) et en énergie de propagation de la fissure (E_2). La méthode de dépouillement et l'analyse des fractogrammes est décrite en annexe II.

3) Essai C.T.O.D.

La résistance à la rupture des aciers A et B a été évaluée par des essais C.T.O.D. Ces tests ont été réalisés aux deux températures de -40°C et de -10°C au moyen d'une machine de type INSTRON 1603 et avec des éprouvettes normalisées B x 2B ($B = 10\text{ mm}$). L'ouverture critique des lèvres de la fissure (δ_c) est calculée à l'aide des formules préconisées dans la norme BS 5762 sur éprouvettes préfissurées en fatigue.

4) Essai de traction par choc

Des essais de traction par choc permettent de disposer d'une zone contrainte de dimension suffisante pour une caractérisation métallurgique de mécanisme de fragilisation induit par l'austénite retenue. Les essais sont réalisés sur un pendule (WOLPERT) de 300 J.

La figure 3.8 présente le type d'éprouvette utilisé.

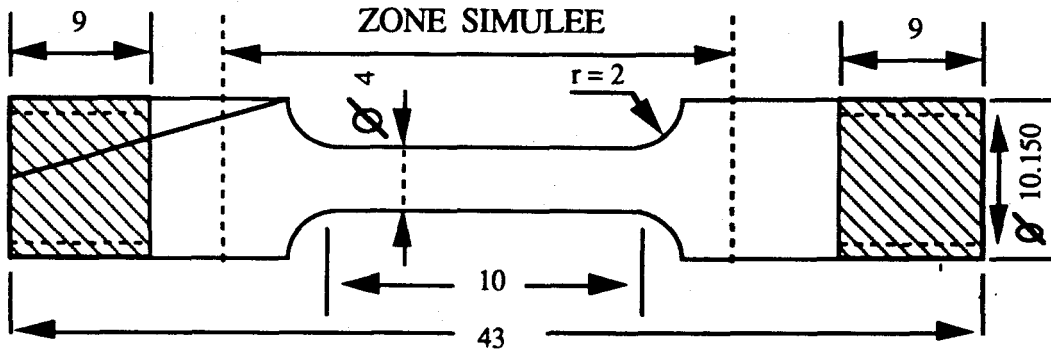


Figure 3.8 : schéma d'une éprouvette pour essai de traction par choc

Le principe de l'essai de traction par choc est schématisé dans la figure 3.9 . Ces essais permettent une sollicitation uniaxiale de toute la partie utile de l'éprouvette. Celle-ci est fixe par rapport au mouton et le pendule vient arracher une pièce de choc. L'éprouvette est montée sur un support facilement amovible (cf. figure 3.9), qui permet une mise en place rapide sur le mouton. On peut donc refroidir facilement l'ensemble support-éprouvette-pièce de choc, comme les éprouvettes de résilience dans l'essai Charpy classique. Les essais sont réalisés à la température de l'azote liquide et à -10°C afin de caractériser les deux modes de rupture (fragile, ductile). Les éprouvettes de traction ont subi une simulation thermique de soudage de toute la partie utile. Ces cycles thermiques sont caractérisés par une température de pic de 1350°C et par un critère de refroidissement Δt (700/300) de 100 secondes pour les nuances A et E et par un Δt (700/300) de 300 secondes pour l'acier B.

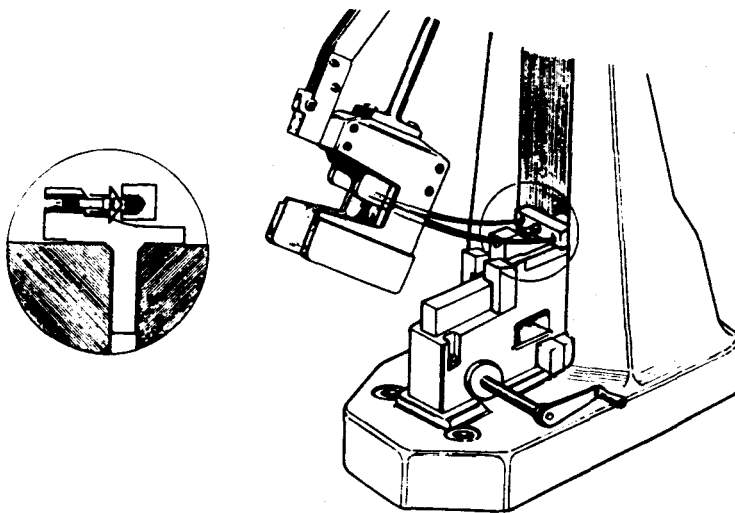


Figure 3.9 : équipement du mouton pendule pour essais de traction par choc

3.2.3 Analyse structurale

La structure métallographique est observée sur des échantillons de section carrée $10 \times 10 \text{ mm}^2$ et d'épaisseur 1 mm prélevés dans le sens travers des éprouvettes Charpy. Ces prélèvements ont été réalisés à l'aplomb du thermocouple ou dans le métal de base.

1) Microscopie optique

La microstructure est relevée après polissage mécanique et attaque au nital 3%. Les bases de la description des structures entreprises dans ce mémoire sont établies en annexe II.

Dans les structures rencontrées, les anciens joints de grains austénitiques sont très souvent marqués par l'attaque ou révélés par la présence d'un réseau de ferrite proeutectoïde. Ceci permet la mesure de la taille des grains. La dimension moyenne des grains "d" est déterminée par la méthode des intersections linéaires.

2) Microscopie électronique à balayage

Les mécanismes de rupture sont caractérisés à l'aide de microscopes électroniques à balayage CAMBRIDGE 250 Mk3 ou PHILIPS 525. L'oxydation des surfaces de rupture, avant observation, a été évitée par une couche de vernis.

La fissuration des éprouvettes est aussi caractérisée par l'observation de coupes perpendiculaires au faciès de rupture qui permettent l'étude de la propagation des fissures secondaires et principales dans les différentes structures. Pour ce faire, les surfaces de rupture ont préalablement été nickelées.

Les dépôts de nickel sont réalisés à partir de sels simples (sulfates ou chlorures). Les dépôts effectués à une température de 50°C , sous une densité de courant de 4 A/dm^2 , avec une agitation moyenne et pour un pH égal à 4 sont compacts et présentent une bonne adhérence.

3) Microscopie électronique en transmission

La microstructure de chacun des états est étudiée par microscopie électronique en transmission. Les observations sur lames minces sont réalisées à l'aide d'un microscope JEOL 200 cx opérant sous une tension de 200 kV. L'appareil est par ailleurs équipé

d'un système de microanalyse par dispersion d'énergie des rayons X Link, qui permet l'analyse et le dosage en éléments chimiques des phases rencontrées.

Les lames minces sont issues de tranches prélevées à l'aplomb du thermocouple de contrôle des éprouvettes simulées thermiquement. L'étape finale du procédé de préparation consiste en un perçage électrolytique par la méthode des jets, dans un bain composé en volume de 95 % d'acide acétique et de 5 % d'acide perchlorique. L'opération s'effectue à une température proche de 13°C sous une densité de courant de 4×10^{-3} A/dm². Cette densité de courant correspond à l'application d'une tension de 67 Volts aux bornes d'une cellule de polissage STRUERS TENUOL.

4) 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, deux anticathodes ont été utilisées. Une anticathode au cobalt permet la mise en évidence de l'austénite retenue (γ_r). Les dosages de γ_r se font par la méthode des rapports d'intensités des pics (200) pour la ferrite et (111) pour l'austénite. Une anticathode de cuivre sert à la caractérisation des précipités extraits.

5) Spectrométrie Mössbauer

Le dosage de la teneur pondérale en carbone de l'austénite et le contrôle de sa fraction volumique sont rendus possibles par l'utilisation d'un spectromètre Mössbauer Elscint. L'appareil permet par ailleurs de déterminer le pourcentage des atomes de fer ayant un atome substitutionnel premier voisin.

La spectrométrie Mössbauer est basée sur l'absorption résonnante sans recul des photons gamma par le noyau atomique. Les échantillons testés se présentent sous la forme de lames minces d'épaisseur proche de 45 μ m obtenues par polissage mécanique.

Références bibliographiques utilisées dans le chapitre 3
--

- **FOCT J. - LE CAER G.**

"Application de la spectrométrie Mössbauer à la métallurgie"

Conférence donnée au cercles d'études des métaux, le 8 avril 1976.

Bulletin C.E.M., vol. XIII, 1977, pages 381 - 429

- **GUIRALDENQ P.**

"Les possibilités actuelles de l'analyse aux rayons X de l'austénite résiduelle"

Communication présentée à la VIe journée des aciers spéciaux à Toulouse le 8 juin 1967

- **LE CAER G.**

Communication privée

- **Norme NFA 03-151**

Recueil de normes françaises (afnor)

"Produits sidérurgiques" tome 8, 1986, page 45

- **Norme BS 5762 : 1979**

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

British Standards Institution

- **SANZ G.**

"Propriété d'emploi des aciers - la rupture des aciers"

tome 1 : la rupture fragile

tome 2 : la mécanique de la rupture

Collection IRSID - OTUA

CHAPITRE 4 : INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE DE LA ZAC

4.1 Introduction

Ce chapitre ne considère que les trois premières nuances d'aciers (cf tableau 3.1). Ces matériaux issus de coulées industrielles, ont été choisis pour leur comportement mécanique différent après soudage.

Le but de cette première partie du mémoire est de déterminer et de quantifier les effets de différents paramètres susceptibles d'influer sur la ténacité de la ZAC (trempabilité, taille de grains, teneur en azote libre, austénite retenue,...). Les investigations sont conduites à partir des essais mécaniques et de la caractérisation microstructurale des éprouvettes simulées thermiquement.

4.2 Comportement mécanique

4.2.1 Dureté

Pour les trois aciers, la variation de dureté (HV 5 kg) avec le critère de refroidissement est reportée sur la figure 4.1. Lorsque le Δt (700/300) évolue de 10 à 300 secondes, la dureté de la nuance A et B diminue continûment de 320 à 180 HV. En revanche, l'acier C est plus dur et présente un palier martensitique aux plus faibles énergies de soudage. Sa dureté décroît de 390 HV à 240 sur l'intervalle des Δt (700/300) considéré.

4.2.2 Essai Charpy classique et instrumenté

4.2.2.1 Températures de transition

Les figures 4.2 et 4.3 présentent les courbes de transition de l'acier A pour les cinq critères de refroidissement. Les énergies relatives au niveau ductile de la rupture ne sont pas considérées car elles ne sont pas représentatives de la seule zone simulée thermiquement, mais incluent une contribution du métal adjacent. Ceci s'explique par l'étroitesse de la zone simulée dont la résistance mécanique est nettement supérieure à celle du métal de base. L'accommodation de la déformation lors du choc englobe ainsi une participation du métal de base.

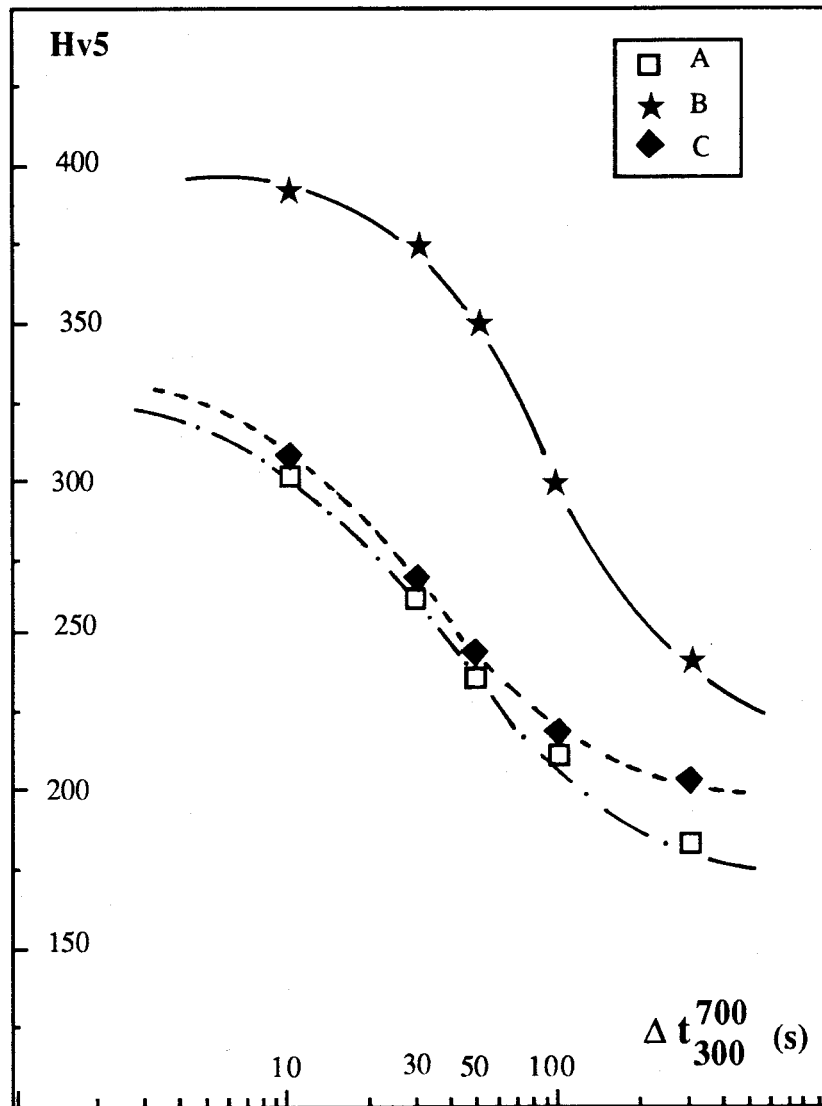


Figure 4.1 : relation dureté - critère de refroidissement

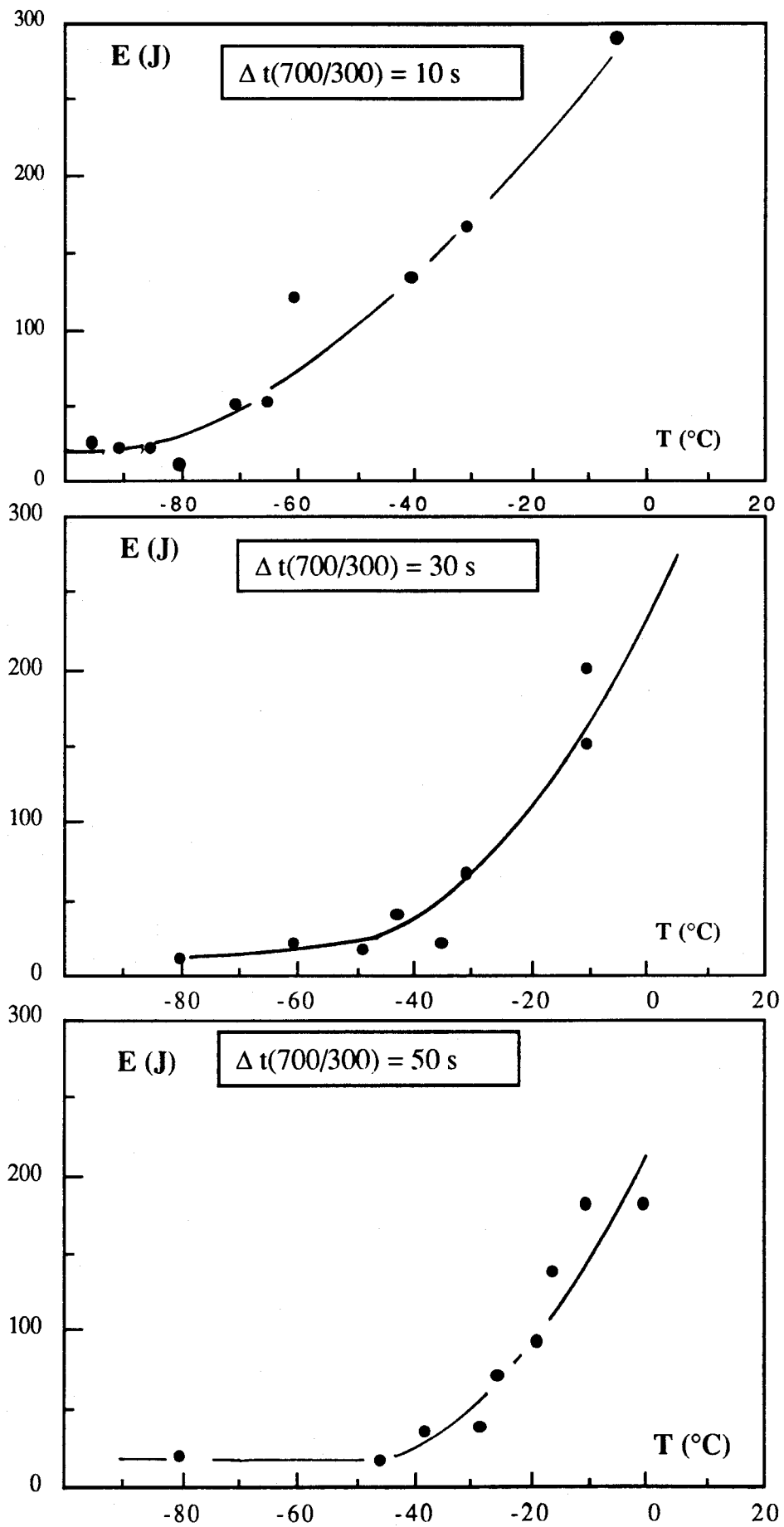


Figure 4.2 : courbes de transition de l'acier A après simulation thermique de soudage de 10s, 30s et 50s

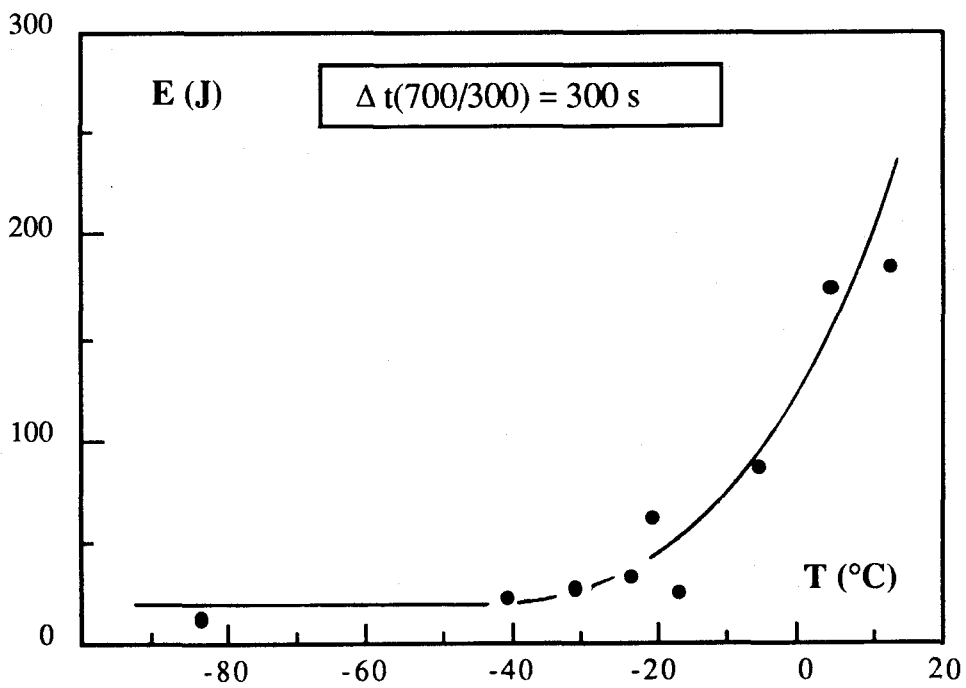
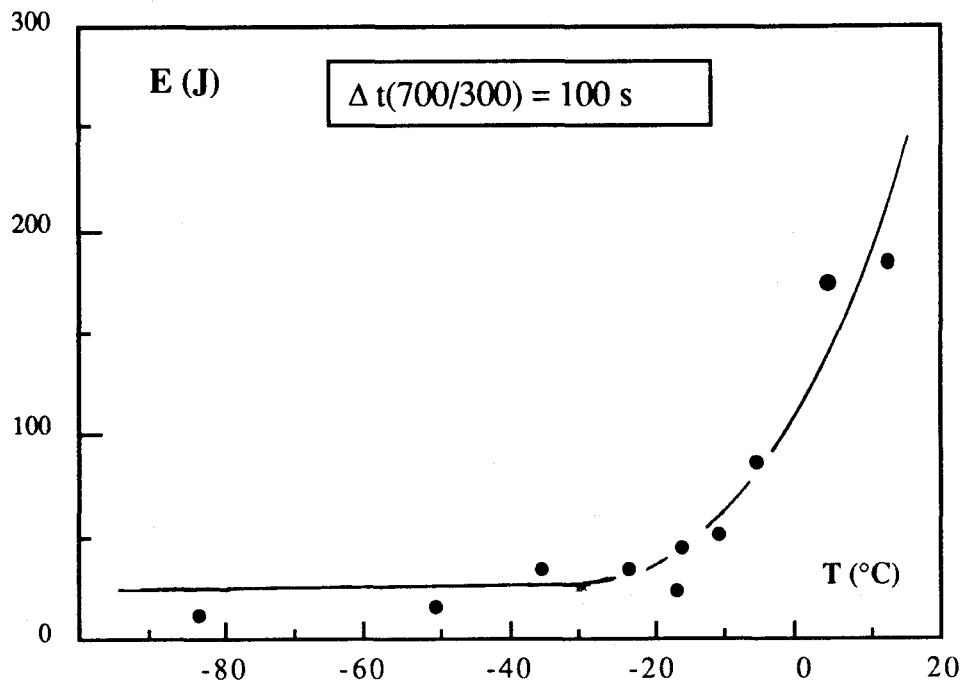


Figure 4.3 : courbes de transition de l'acier A après simulation thermique de soudage de 100s et 300s

En conséquence, seules les températures de transition Tk28J et Tk100J (températures de transition correspondant respectivement à une énergie de rupture par choc de 28 J et de 100 J) sont retenues comme caractéristiques de la zone simulée.

Le tableau 4.1 regroupe ces températures pour chaque valeur du critère de refroidissement.

Acier	température transition (°C)	10 s	30 s	50 s	100 s	300 s
A	Tk 28 J	- 75	- 45	- 35	- 20	- 30
	Tk100J	- 50	- 20	- 20	- 5	- 10
B	Tk 28J	*	*	*	- 30	+ 15
	Tk100J	*	*	*	- 5	+ 30
C	Tk 28J	- 70	- 50	- 35	- 50	- 50
	Tk100J	- 45	- 20	- 20	- 25	- 30

* non représentatif de la Z.A.C.

Tableau 4.1 : Température de transition Tk 28 J et Tk 100 J en fonction du critère de refroidissement

L'augmentation de la température de transition Tk28J des trois aciers avec le critère de refroidissement est illustrée par la figure 4.4.

Aux énergies de soudage considérées, la résilience de l'acier C est très satisfaisante après cycle monopasse. Sa température de transition Tk28J semble se stabiliser aux environs de - 45°C aux fortes énergies de soudage ($50 \leq \Delta t$ (700/300) (s) ≤ 300).

La dégradation des propriétés de résilience de la nuance A est surtout marquée aux faibles durées de refroidissement comprises entre 10 et 100 secondes. Sur cet intervalle de vitesse de refroidissement, la température Tk28J augmente de 55°C à partir de - 75°C.

Aux énergies de soudage élevées (Δt (700/300) > 100 s) l'acier B présente les plus mauvaises caractéristiques de résilience. Ainsi au critère de refroidissement de 300 secondes, la transition ductile-fragile (Tk28 J) de l'acier B a lieu à + 15°C, soit à une température nettement supérieure à celle des aciers A (- 30°C) et C (- 50°C).

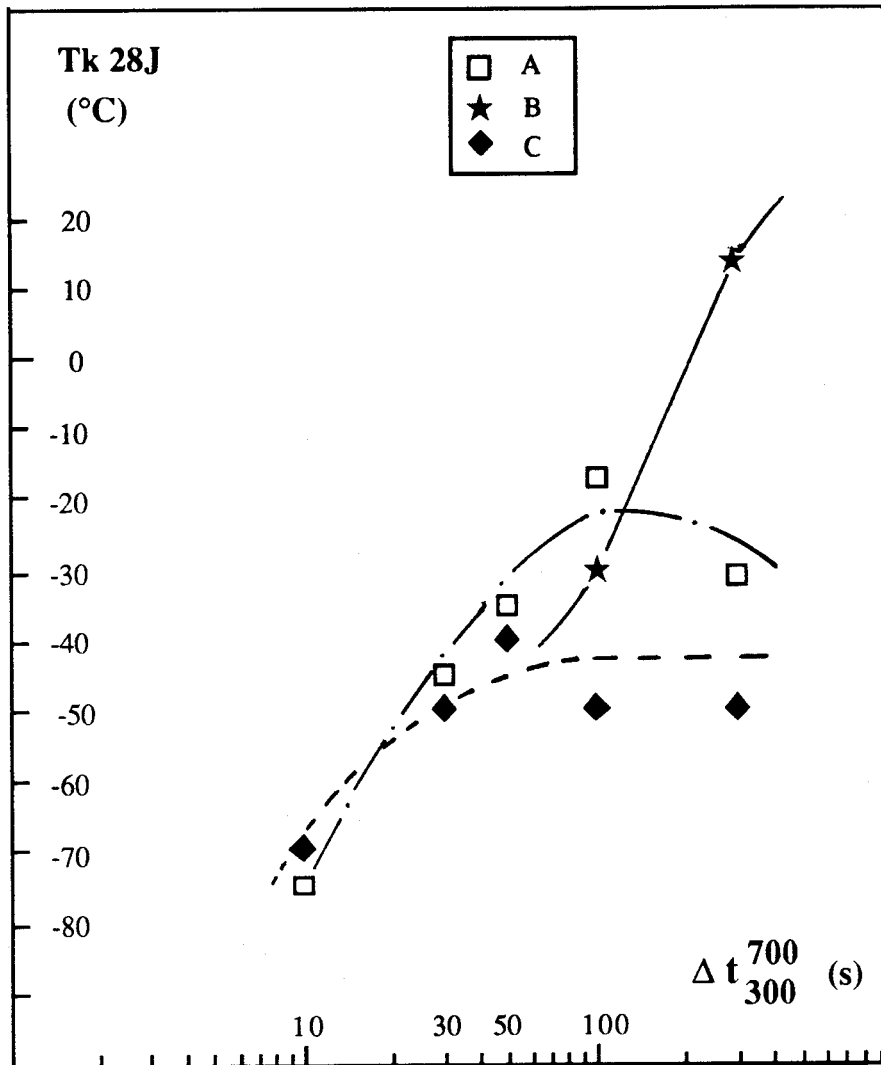


Figure 4.4 : évolution de la température de transition $T_k 28J$ avec le critère de refroidissement

4.2.2.2 Résultats propres à l'instrumentation

Les essais Charpy instrumentés ont été réalisés sur la nuance A.

Les fractogrammes de la figure 4.5 sont caractéristiques du comportement de l'acier A au cours des essais Charpy V instrumentés.

A basse température, la rupture fragile des échantillons intervient sans déformation plastique notable. En augmentant la température d'essai, on note une faible déformation plastique avant rupture fragile (cf figure 4.5 b). Aux températures plus élevées, l'acier subit une forte déformation plastique avant rupture (figures 4.5 c et 4.5 d). La rupture est fragile, ou alors semi-ductile aux plus hautes températures (figure 4.5 d).

Les évolutions des énergies d'amorçage et de propagation de la rupture (cf chap. 3.2.2) à -30°C en fonction du critère de refroidissement sont reportées sur la figure 4.6. L'énergie d'amorçage à -30°C diminue continuellement de 150 J à 30 J sur l'intervalle des vitesses de refroidissement considérées. En comparaison, l'énergie de propagation de la fissure est faible. Elle devient pratiquement nulle pour les Δt (700/300) supérieurs à 30 secondes.

4.2.3 Essai C.T.O.D.

Les essais C.T.O.D. sur les nuances A et B ont été réalisés respectivement à -40°C et à -10°C .

Les courbes de la figure 4.7 relient la valeur moyenne de l'ouverture critique des lèvres de la fissure (δ_c) au critère de refroidissement de 30 s, 50 s et 100 s.

Pour les deux nuances, la dégradation de la ténacité est continue avec l'énergie de soudage. Cet effet est plus marqué pour l'acier B testé à -10°C .

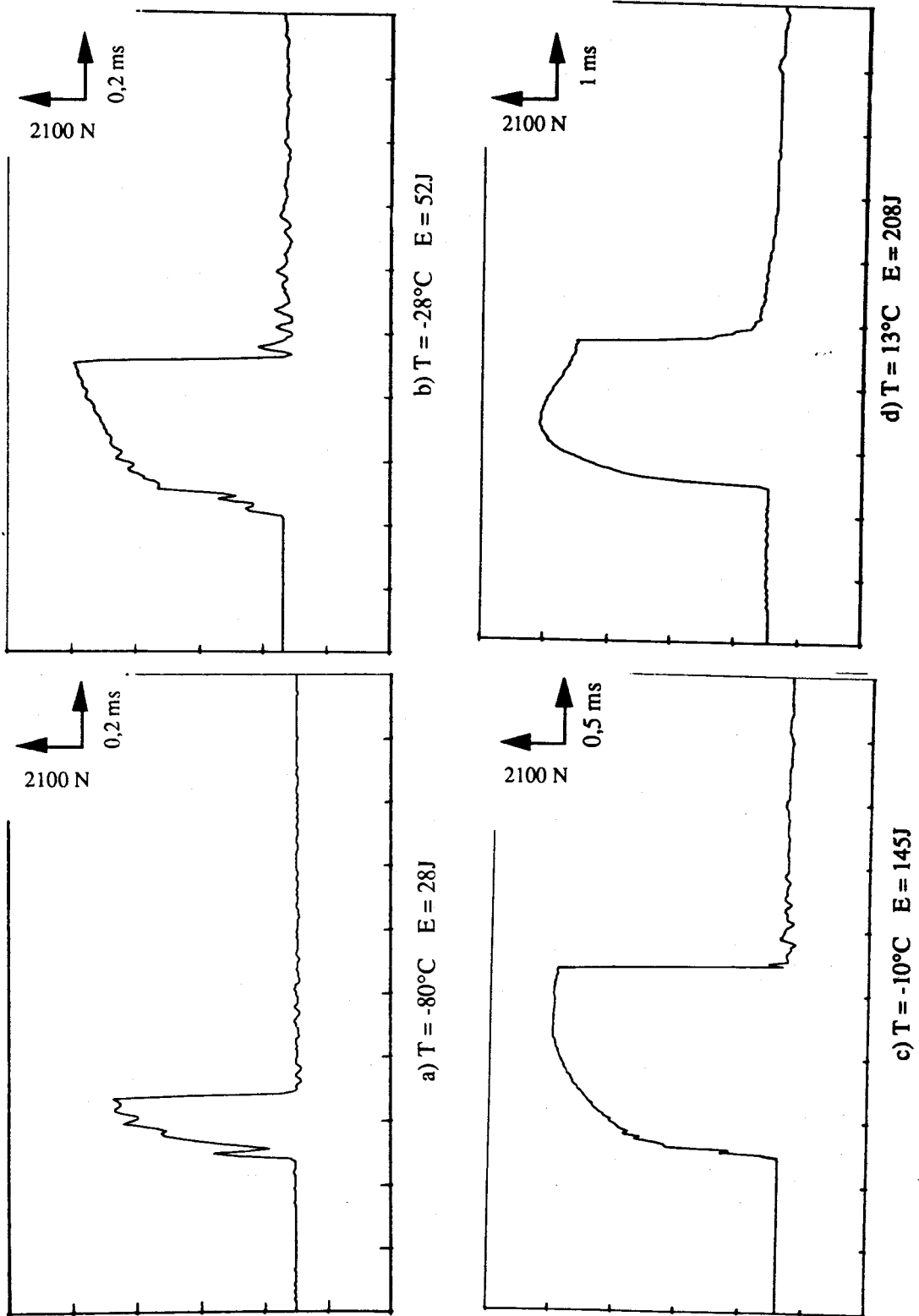


Figure 4.5 : fractogrammes de l'acier A simulé 50 secondes puis rompu à :

a) -80°C b) -28°C c) -10°C d) 13°C

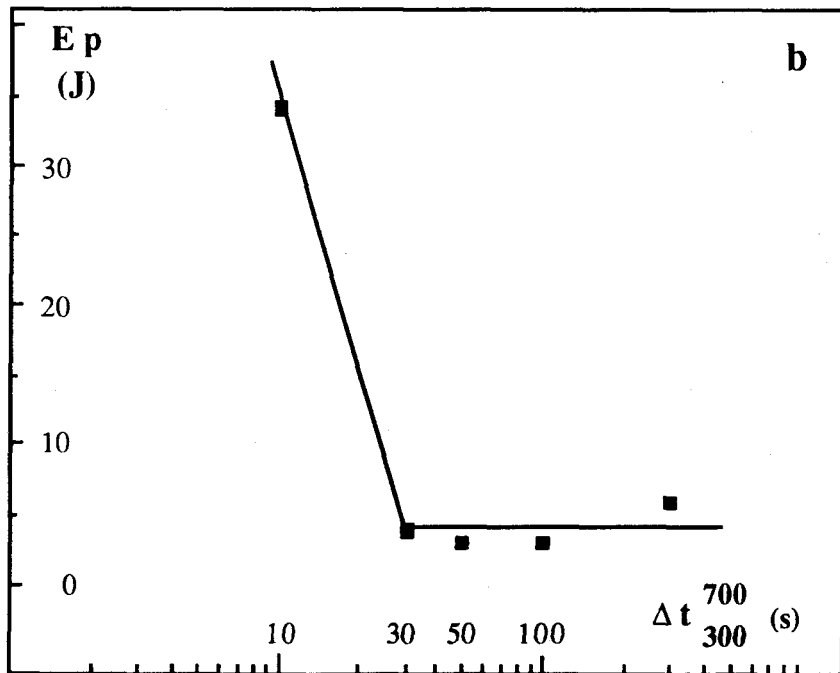
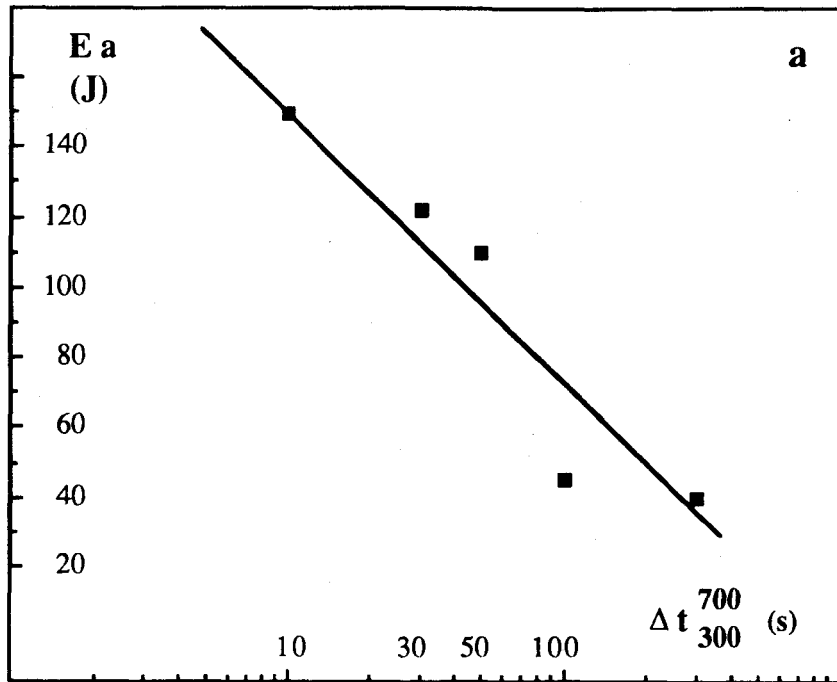


Figure 4.6 : évolution de l'énergie d'amorçage et de propagation de la fissure avec le critère de refroidissement

a) Energie d'amorçage

b) Energie propagation

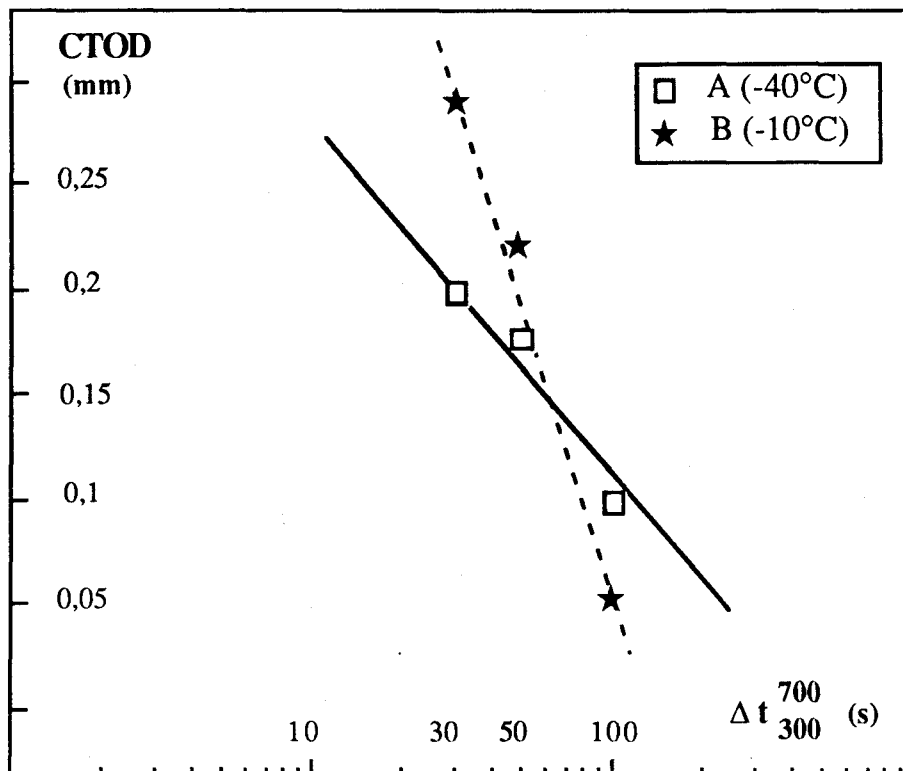


Figure 4.7 : Diminution de l'ouverture critique des lèvres de la fissure avec l'énergie de soudage.

4.2.4 Essais sur soudure réelle

Des joints soudés d'épaisseur 30 mm ont été réalisés par le procédé arc submergé sous flux à partir des tôles A et C. Il s'agit de joints en X soudés en deux passes avec une énergie de 7 kJ/mm (soudage de type naval, $\Delta t (700/300) \approx 100$ s). La figure 4.8 représente le mode de prélèvement des éprouvettes. L'entaille en V est centrée soit sur la ligne de fusion (Lf), soit à 1 mm de cette ligne dans la zone affectée (Lf + 1).

Les résultats de résilience reportés sur la figure 4.9 montrent que la zone affectée par la chaleur de la nuance C résiste mieux à la rupture que celle de l'acier A. Cette constatation s'accorde bien avec le comportement en résilience de la Z.A.C. simulée (cf figure 4.2).

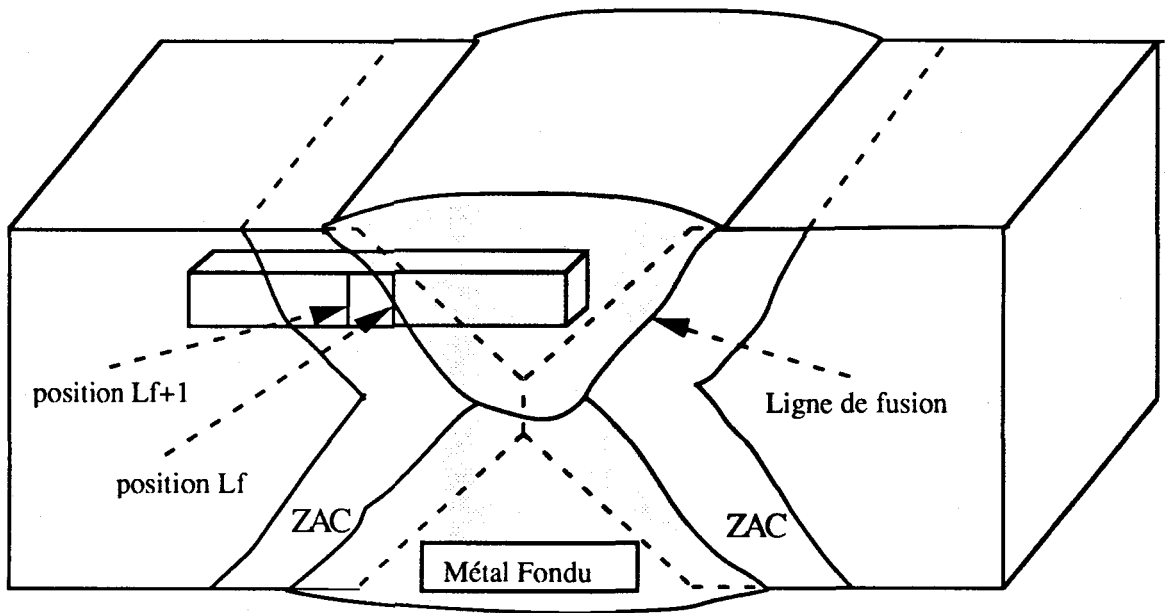


Figure 4.8 : Schéma de prélèvement des éprouvettes Charpy dans un joint soudé

4.3 Analyse microstructurale

La nomenclature des structures rencontrées dans ce mémoire est définie dans l'annexe III.

4.3.1 Microscopie optique

Les figures 4.10 à 4.14 sont typiques des structures rencontrées dans la zone simulée des aciers.

Aux critères de refroidissement inférieurs à 30 secondes, les aciers A et C présentent des structures constituées de martensite et de bainite en lattes. La bainite en lattes est composée de lattes de ferrite avec des alignements de M.A.C. interlattes. A 50 s, la structure martensitique n'apparaît plus, les structures rencontrées sont formées de bainite en lattes et ferrite aciculaire. Aux énergies de soudage les plus élevées (Δt (700/300) > 50 s) la structure des Z.A.C. se compose d'un mélange de ferrite proeutectoïde allotriomorphe, de ferrite aciculaire et de bainite en lattes. La proportion de cette dernière phase diminue au profit des deux autres avec l'augmentation de l'énergie de soudage.

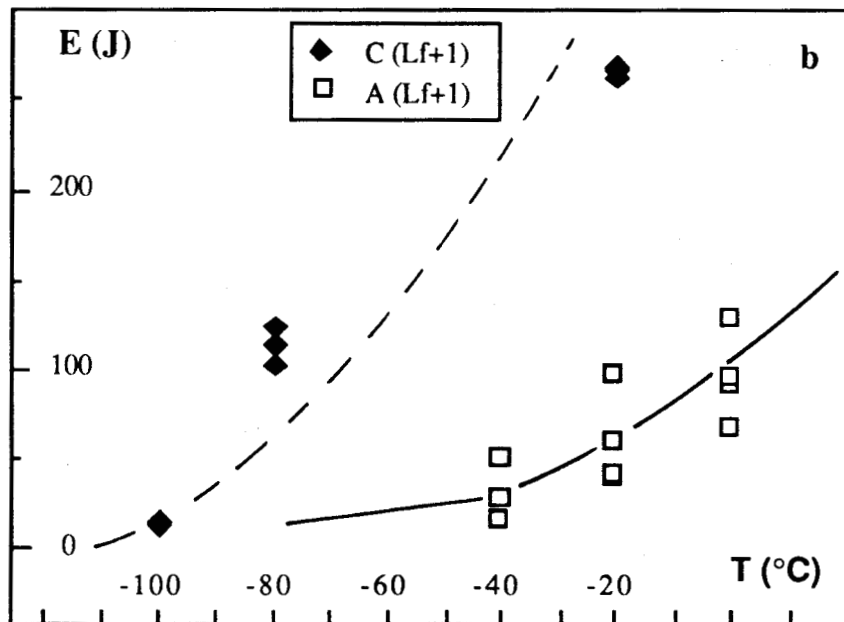
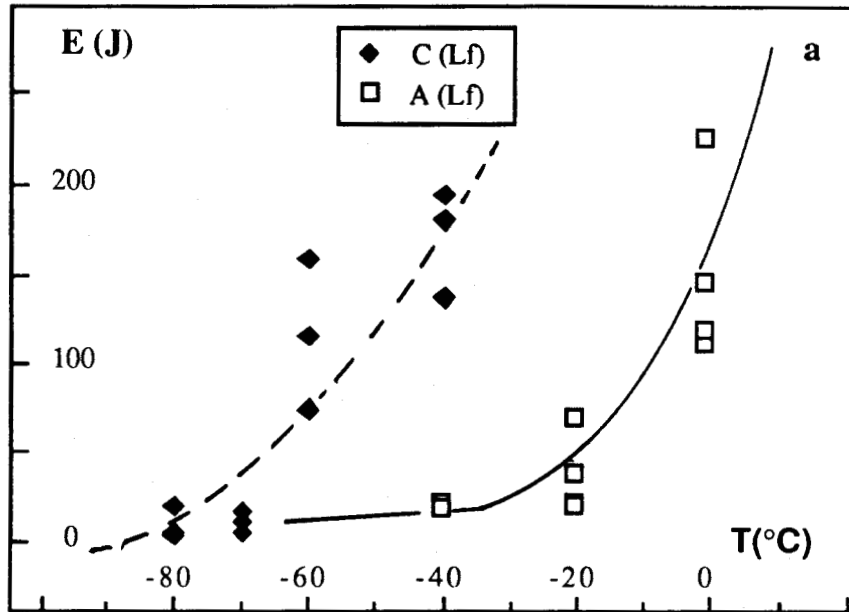


Figure 4.9 : courbe de transition Charpy V sur soudure réelle des aciers A et C en position a) Lf b) L f + 1



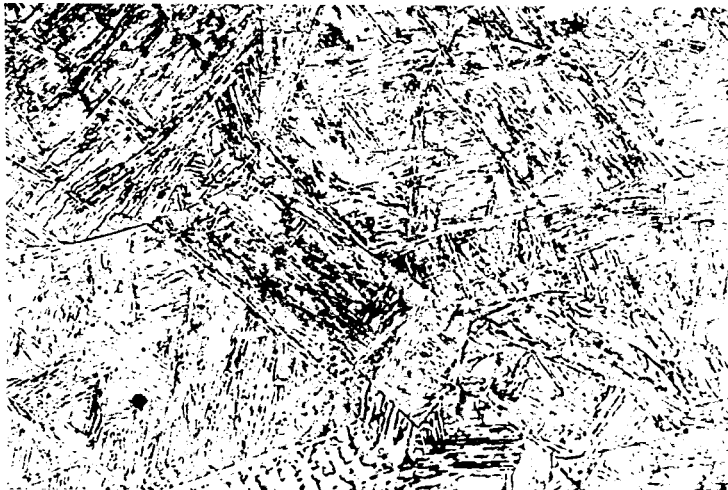
A

22 μm



B

22 μm



C

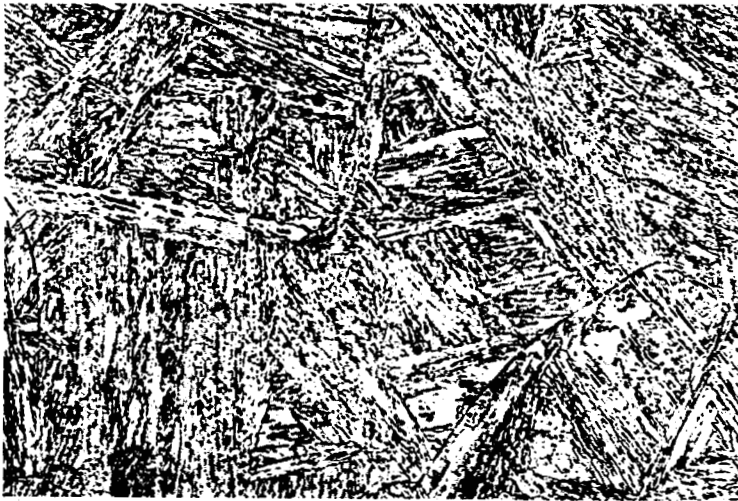
22 μm

Figure 4.10 : structure des aciers A, B et C au critère de refroidissement de 10 s



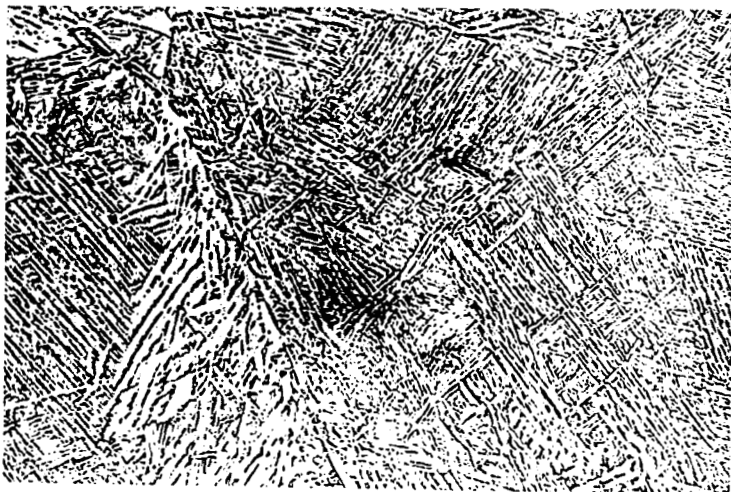
A

22 μm



B

22 μm



C

22 μm

Figure 4.11 : structure des aciers A, B et C au critère de refroidissement de 30 s



A

22 μm



B

22 μm



C

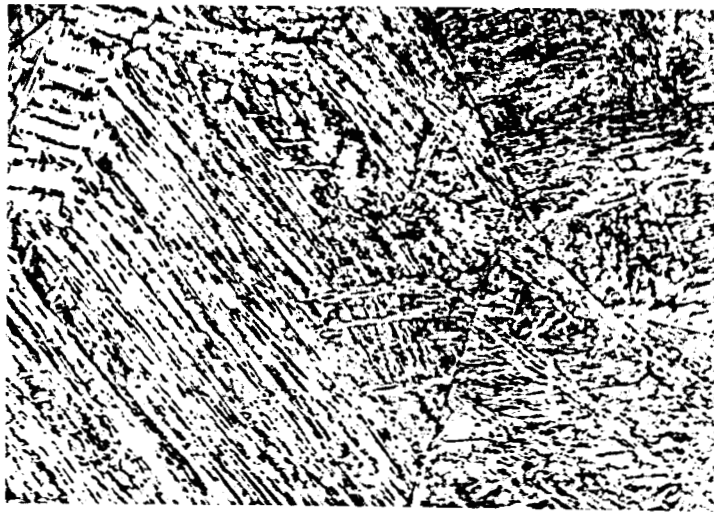
22 μm

Figure 4.12 : structure des aciers A, B et C au critère de refroidissement de 50 s



A

22 μm



B

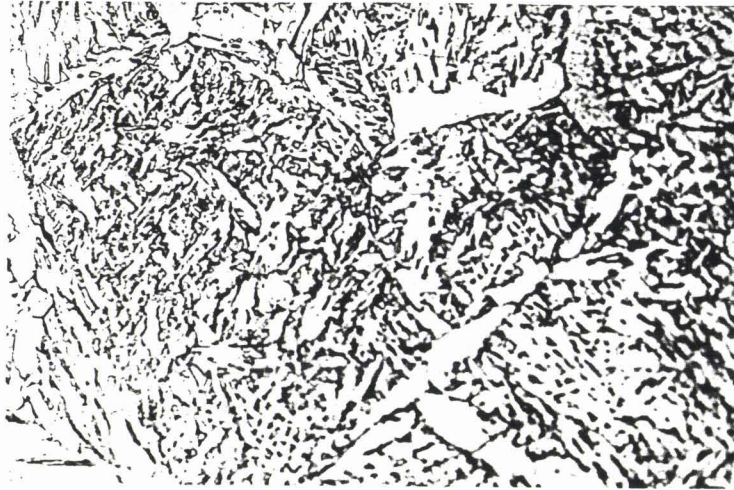
22 μm



C

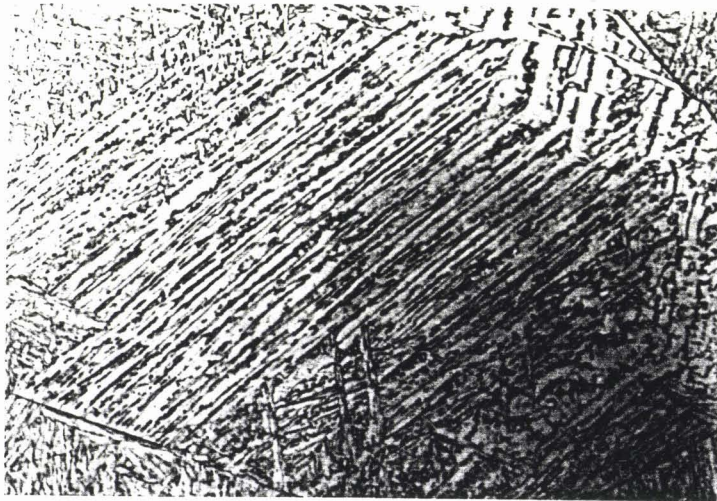
22 μm

Figure 4.13 : structure des aciers A, B et C au critère de refroidissement de 100 s



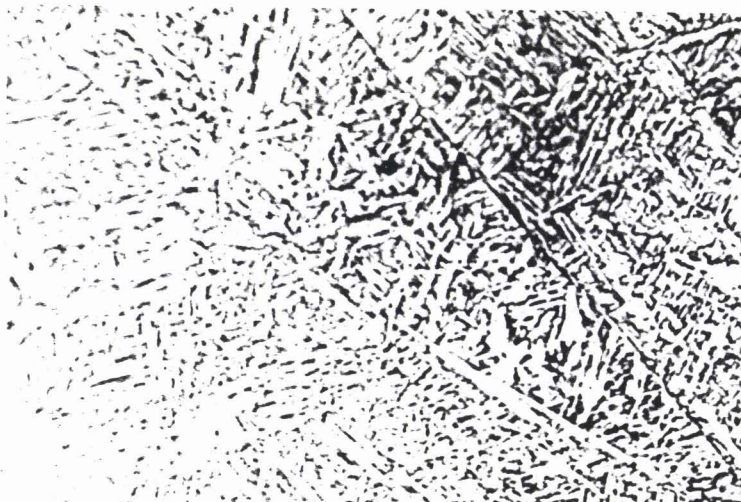
A

22 μm



B

22 μm



C

22 μm

Figure 4.14 : structure des aciers A, B et C au critère de refroidissement de 300 s

En revanche, l'acier B est plus trempant. Sa microstructure évolue d'une structure entièrement martensitique à une structure bainitique en lattes sur l'intervalle du Δt (700/300) considérés.

Le tableau 4.2 précise cette évolution de la microstructure à partir des pourcentages surfaciques occupés par les divers constituants.

$\Delta t(700/300)$	A					B					C				
	10	30	50	100	300	10	30	50	100	300	10	30	50	100	300
M	70	50	-	-	-	100	95	80	50	-	80	55	-	-	-
BL	30	50	90	50	5	-	5	20	50	100	20	45	70	35	-
FA	-	-	10	45	65	-	-	-	-	-	-	-	30	60	75
FP	-	-	-	5	30	-	-	-	-	-	-	-	-	5	25

Tableau 4.2 : Pourcentage surfacique des divers types de structures dans la Z.A.C. des aciers A, B et C.

Il est à noter que la formation de la ferrite aciculaire semble être favorisée dans l'acier C. Par contre, la ferrite aciculaire n'apparaît pas dans la nuance B.

La figure 4.15 illustre l'évolution de la taille de l'ancien grain austénitique des trois aciers avec le critère de refroidissement.

Pour les aciers B et C, le diamètre de grain augmente respectivement de 90 μm à 150 μm et de 145 μm à 240 μm avec l'énergie de soudage. Au contraire, la taille de grain de la nuance A est stable et proche de 110 μm quelle que soit la vitesse de refroidissement.

4.3.2 Microscopie électronique en transmission

Les aciers A et C ont été observés en microscopie électronique en transmission. Les investigations confirment et précisent les résultats obtenues en microscopie optique.

Etude structurale

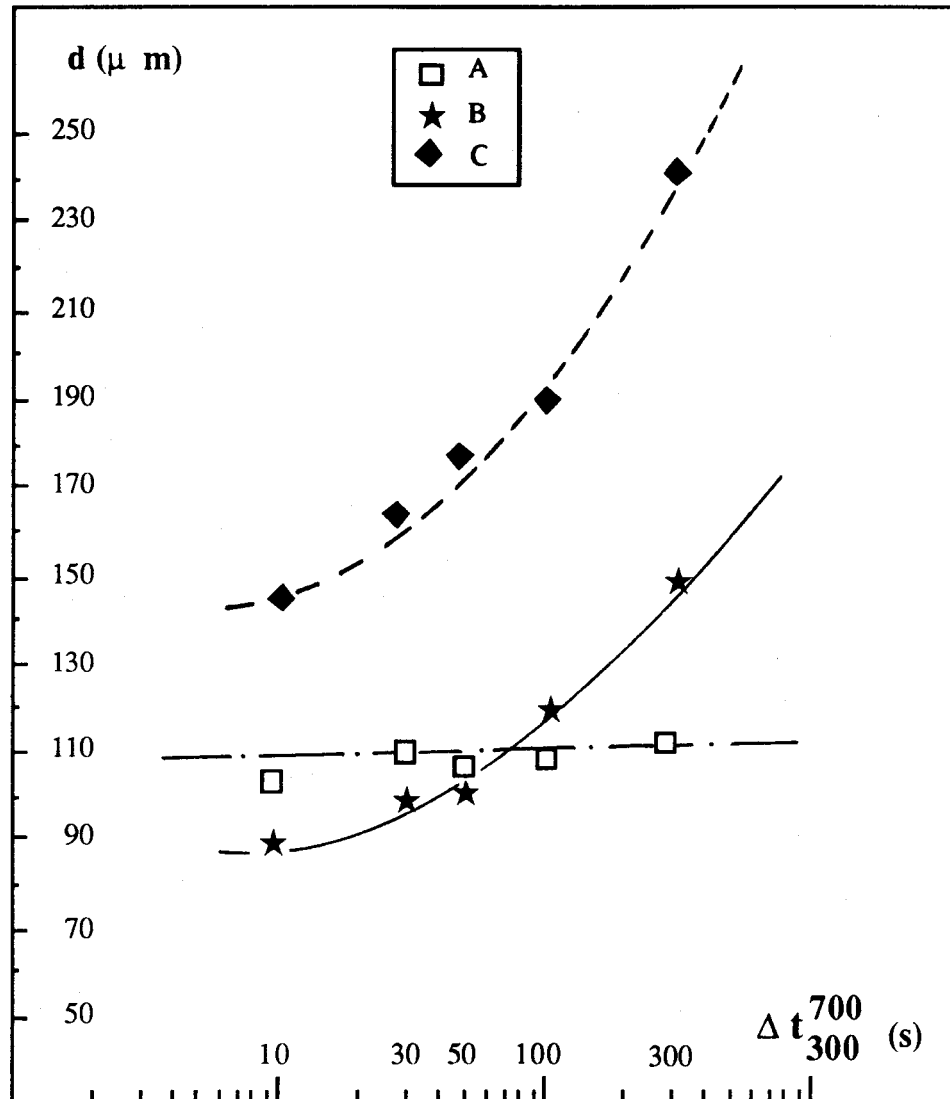


Figure 4.15 : évolution de la taille de grains austénitiques en fonction du critère de refroidissement

La figure 4.16 présente les trois types de bainite rencontrés dans la Z.A.C. des aciers :

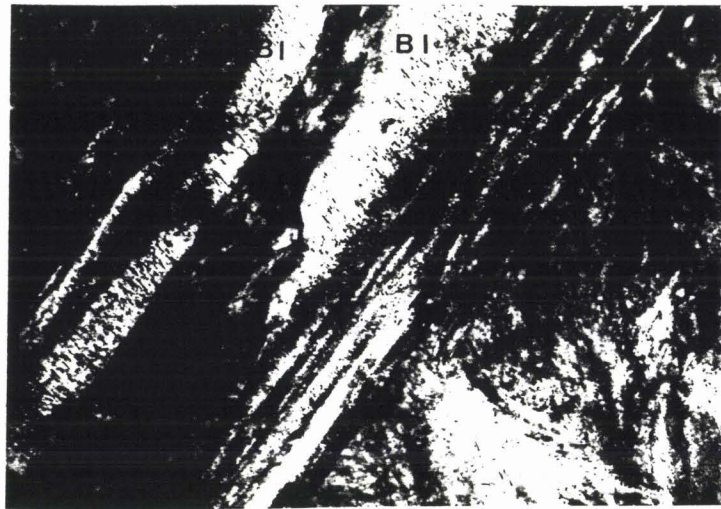
- . la bainite inférieure (notée B.I. figure 4.16 a) est constituée de lattes de ferrite de rapport de forme élevé et de précipités Fe_3C intralattes en relation d'orientation cristallographique de Bagaryatskii avec la matrice (cf figure 4.17). Ce type de bainite est observé à la plus faible énergie de soudage dans les deux aciers.
- . la bainite supérieure (notée B.S., figure 4.16 b) est constituée de lattes de ferrite de rapport de forme élevé (> 30) est de "M.A.C." en alignements interlattes. Ce constituant "M.A.C." sera étudié au chapitre 4.3.2. Aux critères de refroidissement de 30 s et de 50 s la bainite supérieure et l'une des phases majoritaires des Z.A.C. des deux aciers.
- . la ferrite aciculaire (notée F.A., figure 4.16 a) se singularise par des grains ferritiques équiaxes, de rapport de forme inférieur à quatre. Les "M.A.C." sont répartis de façon uniforme aux joints de grains de la ferrite. La fraction volumique de ferrite aciculaire augmente avec le critère de refroidissement. Elle devient en particulier dominante dans la nuance C simulée 300 s.

L'acier C présente par ailleurs des plages de perlite au critère de refroidissement de 300 s.

Précipitation intragranulaire

Les deux nuances renferment une précipitation homogène de particules de morphologie parallélépipédique simple dont la longueur d'arête moyenne est respectivement proche de 80 μm et de 60 μm pour les aciers A et C. (cf figures 4.18 et 4.19). Les clichés de diffraction électronique révèlent que ces précipités cristallisent dans un réseau cubique à faces centrées avec un paramètre de maille voisin de 0,42 nm. Dans l'acier A, cette précipitation semble un peu plus dense que dans l'acier C. Les figures 4.20 et 4.21 sont typiques des résultats d'analyse X des précipités dans les aciers A et C. La taille du faisceau électronique, estimée à partir de la tâche de contamination, avoisine 50 nm.

Les spectres décèlent la présence d'une forte proportion de titane associé à une faible teneur en niobium (cf figure 4.20) dans les précipités de l'acier A. Par opposition, les précipités de l'acier C ne contiennent pas de niobium (cf figure 4.21). L'ensemble de ces résultats joint à la composition chimique des aciers et aux travaux de MAURICKX T. (1987) sur des aciers de composition voisines, permet d'assimiler les précipités contenus



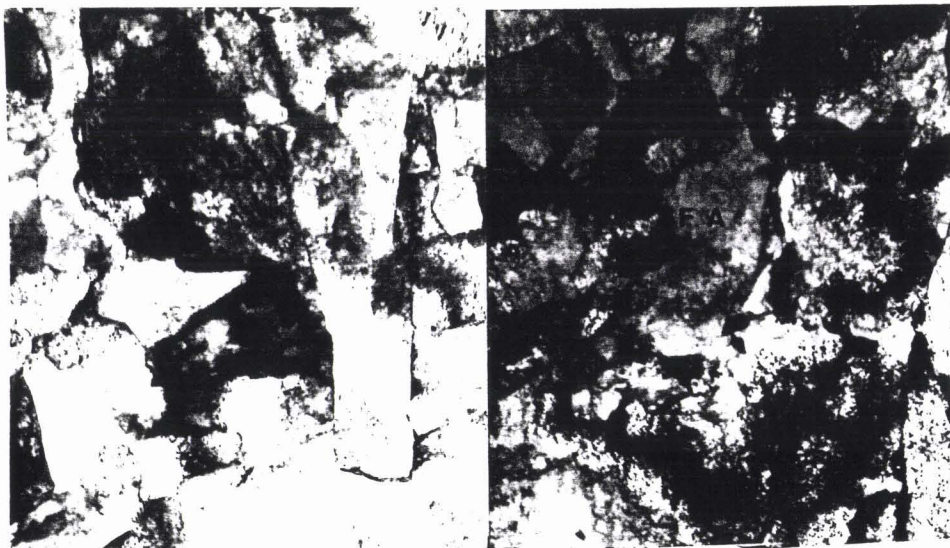
a

1,2 μm



b

1,5 μm

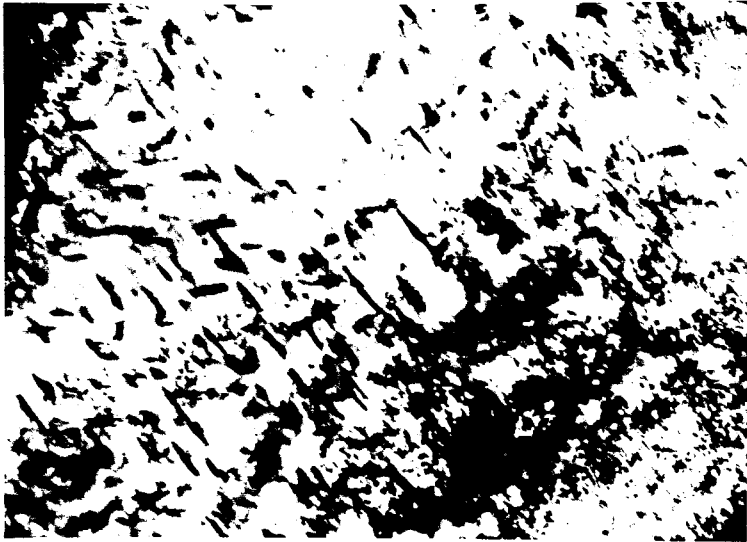


c

0,9 μm

Figure 4.16 : aspect de la bainite. Micrographie électronique sur lame mince

- a) Bainite Inférieure
- b) Bainite Supérieure
- c) Ferrite Aciculaire

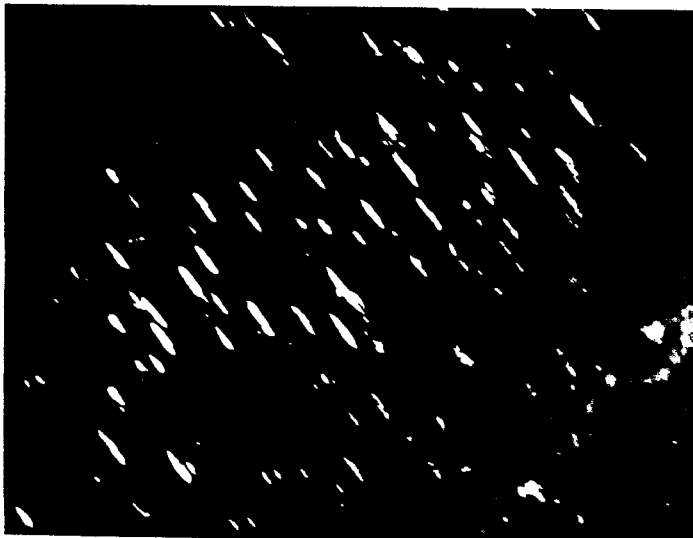
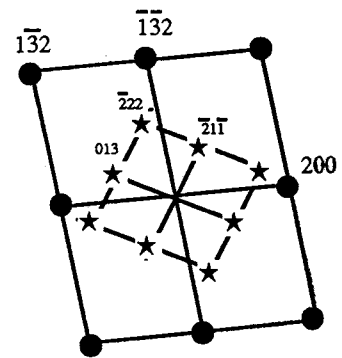


Précipités Fe_3C intralattes
en relation d'orientation
de BAGARYATSKII

Champ clair

0,2 μm

Diagramme de diffraction



Champ sombre

0,2 μm

- Matrice structure C.C. $a = 0,29 \text{ nm}$
Ferrite coupe (023)
- ★ Précipité structure orthorhombique
 Fe_3C coupe ($2\bar{3}\bar{1}$)

Figure 4.17 : aspect des carbures. Micrographie électronique sur lame mince de l'acier A au $\Delta t(700/300)$ de 10 s



Champ clair

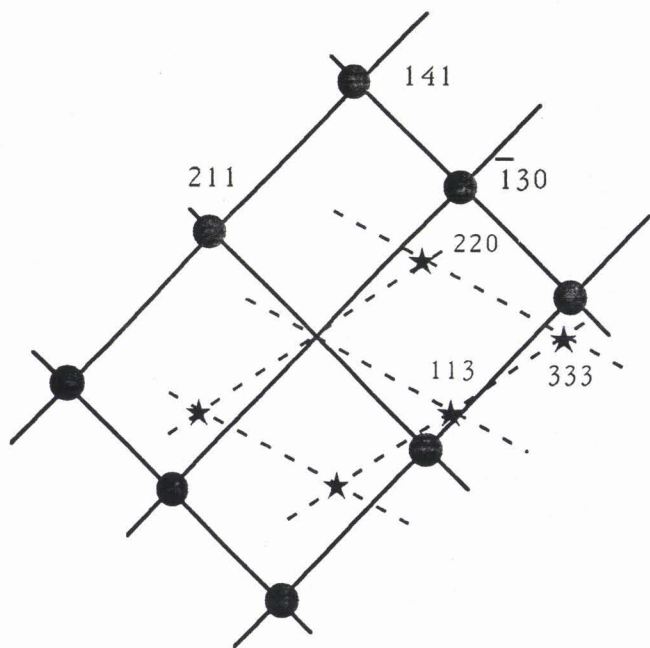
0,3 μm



Champ sombre

0,1 μm

Diagramme de diffraction



● Matrice structure C.C. $a = 0,29 \text{ nm}$
 Ferrite coupe $[\bar{3}\bar{1}7]$

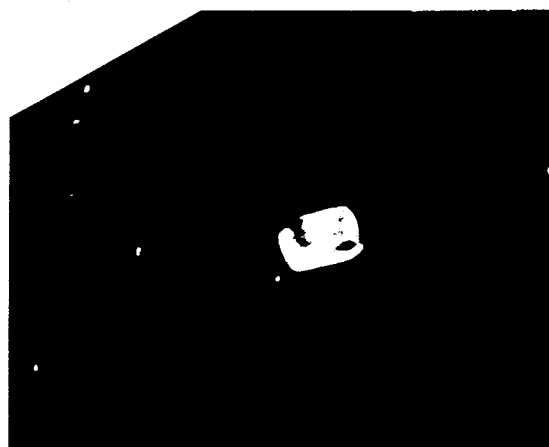
★ Précipité structure C.F.C. $a \approx 0,42 \text{ nm}$
 Coupe $[\bar{1}10]$

Figure 4.18 : aspect de la précipitation intragranulaire de l'acier A
 Micrographie électronique sur lame mince



Champ clair

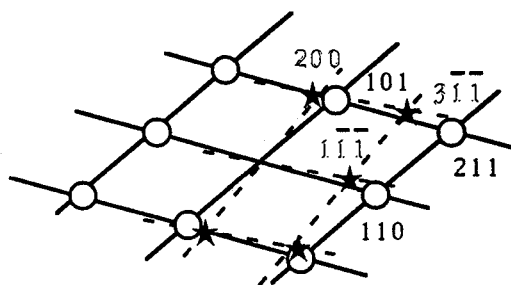
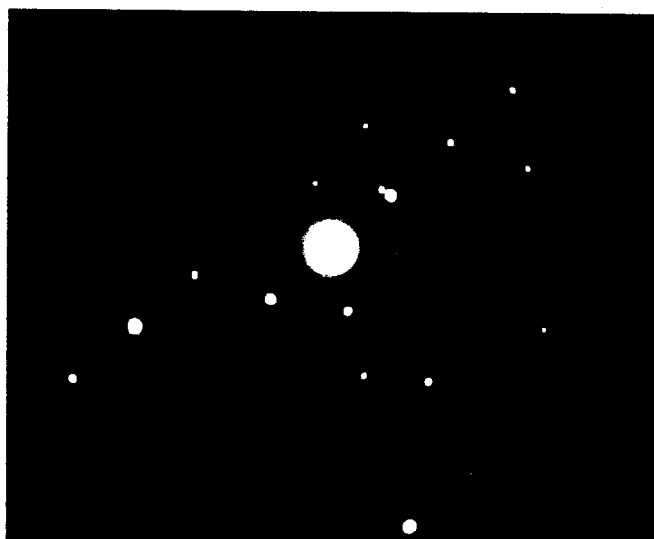
0,25 μm



Champ sombre

0,1 μm

Diagramme de diffraction



○ Matrice structure C.C. $a = 0,29 \text{ nm}$
 Ferrite coupe $[\bar{1}11]$

★ Précipité structure C.F.C. $a = 0,42 \text{ nm}$
 coupe $[0\bar{1}\bar{1}]$

Figure 4.19 : aspect de la précipitation intragranulaire de l'acier C
 Micrographie électronique sur lame mince

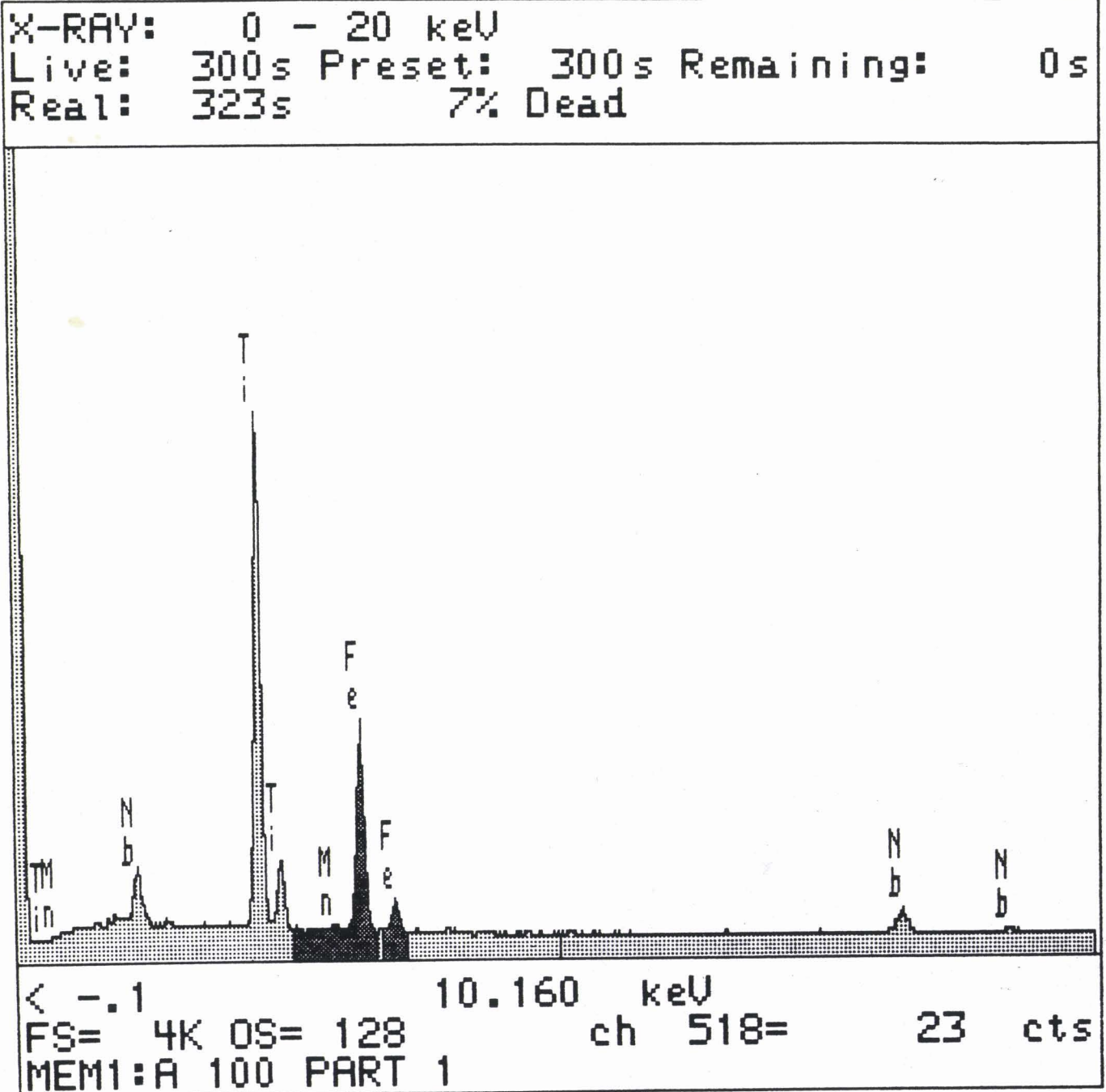


Figure 4.20 : spectre Rayons X obtenu sur un précipité intragranulaire dans l'acier A après simulation de soudage

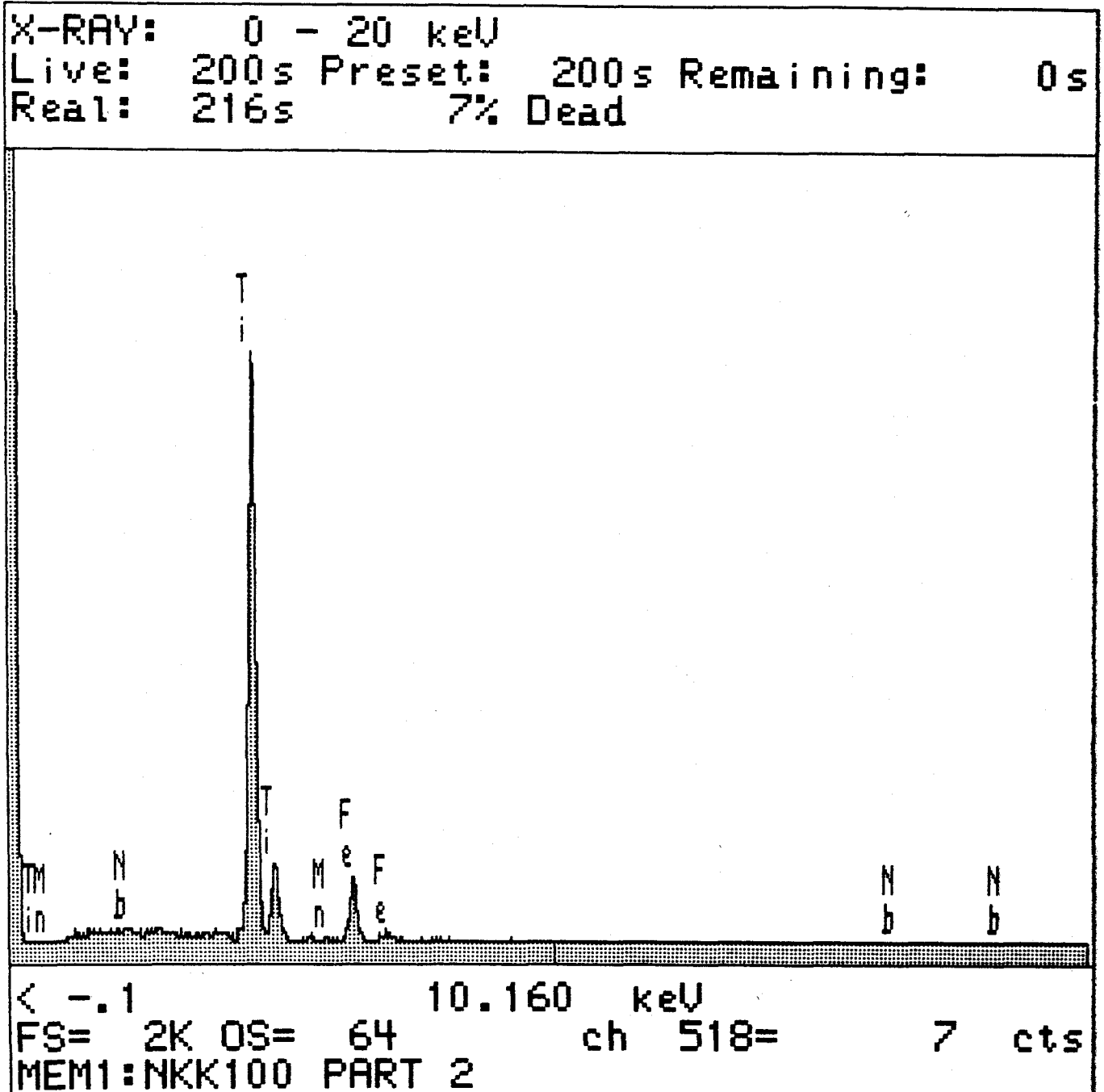


Figure 4.21 : spectre Rayons X obtenu sur un précipité intragranulaire dans l'acier C après simulation de soudage

dans l'acier C à des nitrures de titane substitués ou non par du carbone (Ti (N,C)) stables à haute température. Pour les mêmes raisons, les précipités de la nuance A sont assimilables à des nitrures de titane substitués par du niobium ((Ti, Nb) (N, C)).

4.3.3 Etude de l'austénite retenue

Les études par microscopie optique et électronique en transmission de la zone affectée par la chaleur révèlent la présence d'une quantité non négligeable 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) et TENUTA AZEVEDO A.L. (1978) dans des aciers moins chargés. D'autre part son effet nocif sur la ténacité de la Z.A.C. a été constaté par de nombreux auteurs dont KASAMATSU Y. (1979), IKAWA H. (1980) et CHEN J.H. (1984) pour des aciers de compositions voisines. Il apparaît donc important de caractériser plus finement cette phase et d'expliquer sa présence en relation avec le traitement thermique et l'analyse chimique des aciers. Cet approfondissement est réalisé par microscopie électronique en transmission, rayons X et spectrométrie Mössbauer.

4.3.3.1 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 de structure cubique à faces centrées et de paramètre de maille $a \approx 0,36$ nm à de l'austénite. Cette austénite adopte une morphologie allongée de rapport de forme très élevée dans les structures bainitiques en lattes (cf figure 4.16 b) et une morphologie massive dans les structures de type ferrite aciculaire (cf figure 4.16 c) ou à interface des paquets de lattes bainitiques.

Il est à noter que, dans l'acier A aux faibles valeurs du critère de refroidissement (Δt (700/300) = 10 s), l'austénite résiduelle se transforme fréquemment en martensite maclée (cf figure 4.22 a). Par contre, aux fortes énergies de soudage, l'austénite a tendance à se décomposer en perlite et plus particulièrement dans l'acier C. On retrouve ici les trois formes du "M.A.C." qui sont martensite (cf figure 4.22 a), austénite (cf figure 4.21 b) et carbure (cf figure 4.22 c).

Les analyses réalisées sur l'acier A aux Δt (700/300) de 10 à 100 s par dispersions d'énergie des rayons X sur lames minces ne décèlent aucun enrichissement de ces zones en manganèse ou en autres éléments substitutionnels (Ni, Si). La fraction volumique d'austénite retenue, dans les aciers A et C est déterminée par diffraction des rayons X et par spectrométrie Mössbauer.



Champ sombre

a

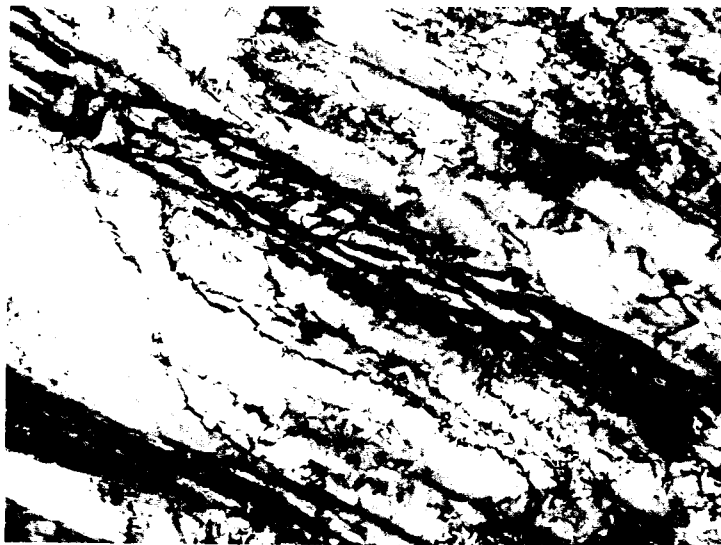
0,2 μm



Champ clair

b

0,45 μm



Champ clair

c

0,6 μm

Figure 4.22 : aspect du M.A.C. .Micrographie électronique sur lame mince

a) Acier A, $\Delta t(700,300) = 10\text{s}$

b) Acier A, $\Delta t(700,300) = 50\text{s}$

c) Acier C, $\Delta t(700,300) = 300\text{s}$

4.3.3.2 Diffraction des rayons X

La figure 4.23 relie la proportion volumique en austénite retenue dans chaque acier à la vitesse de refroidissement.

Pour l'acier B, la fraction volumique d'austénite retenue augmente continuellement de 1,6 % à 8 % avec l'énergie de soudage.

Pour les aciers A et C, cette fraction volumique d'austénite augmente dans un premier temps avec le critère de refroidissement puis semble se stabiliser aux énergies de soudage plus élevées. Dans le cas de l'acier A, le pourcentage d'austénite croît de 2 à 7 % pour les critères de refroidissement compris entre 10 et 100 s et se maintient à 7 % pour les Δt (700/300) supérieurs. En revanche, la teneur en austénite retenue de l'acier C augmente de 2,5 à 4,4 % entre 10 et 50 s puis reste constante et égal à 4 % aux critères de refroidissement plus élevés.

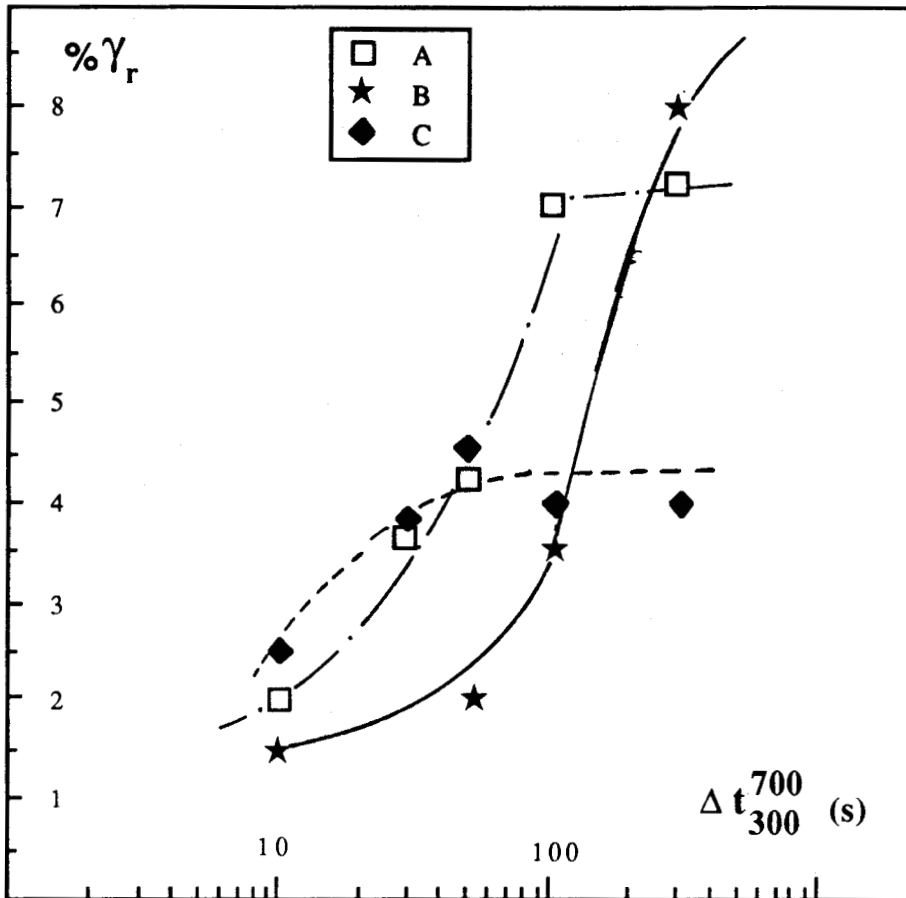
4.3.3.3 Spectrométrie Mössbauer

Les éléments de spectrométrie Mössbauer nécessaire à la compréhension de ce paragraphe figure en annexe IV.

Les aciers A et C ont été analysés par spectrométrie Mössbauer. Les figures 4.24 et 4.25 sont des exemples types des spectres obtenus dans les gammes de vitesses $\pm 9 \text{ mm s}^{-1}$ et $\pm 2 \text{ mm s}^{-1}$. Ces spectres sont réalisés en transmission et à température ambiante sur des échantillons minces de 100 mm^2 de section et de $45 \mu\text{m}$ d'épaisseur. L'origine des vitesses correspond au centre du spectre du fer α . Les dosages des phases et des teneurs en élément substitutionnel et/ou interstitiel sont calculés à partir des trois approximations suivantes :

- a) égalité des paramètres Lamb-Mössbauer pour la ferrite et l'austénite.
- b) l'austénite est exempte de tout interstitiel autre que le carbone.
- c) absorbeur mince. Cette hypothèse n'est pas rigoureusement satisfaite par nos échantillons d'épaisseur uniforme proche de $45 \mu\text{m}$.

Dans la gamme de vitesses $\pm 9 \text{ mm s}^{-1}$ (cf figures 4.24 a et 4.25 a), on distingue la présence d'un groupe de six pics dédoublés correspondant aux deux environnements O^α et I^α de la ferrite. Ces sites sont associés respectivement aux atomes de fer ayant 0 ou 1 atome substitutionnel premier voisin. Le dépouillement numérique des spectres par la



% γ_r	10 s	30 s	50 s	100 s	300 s
A	2	3,6	4,4	7	7,2
B	1,6	1,8	2	3,5	8
C	2,5	3,8	4,4	4	4

Figure 4.23 : évolution de la fraction volumique d'auténite retenue avec le critère de refroidissement

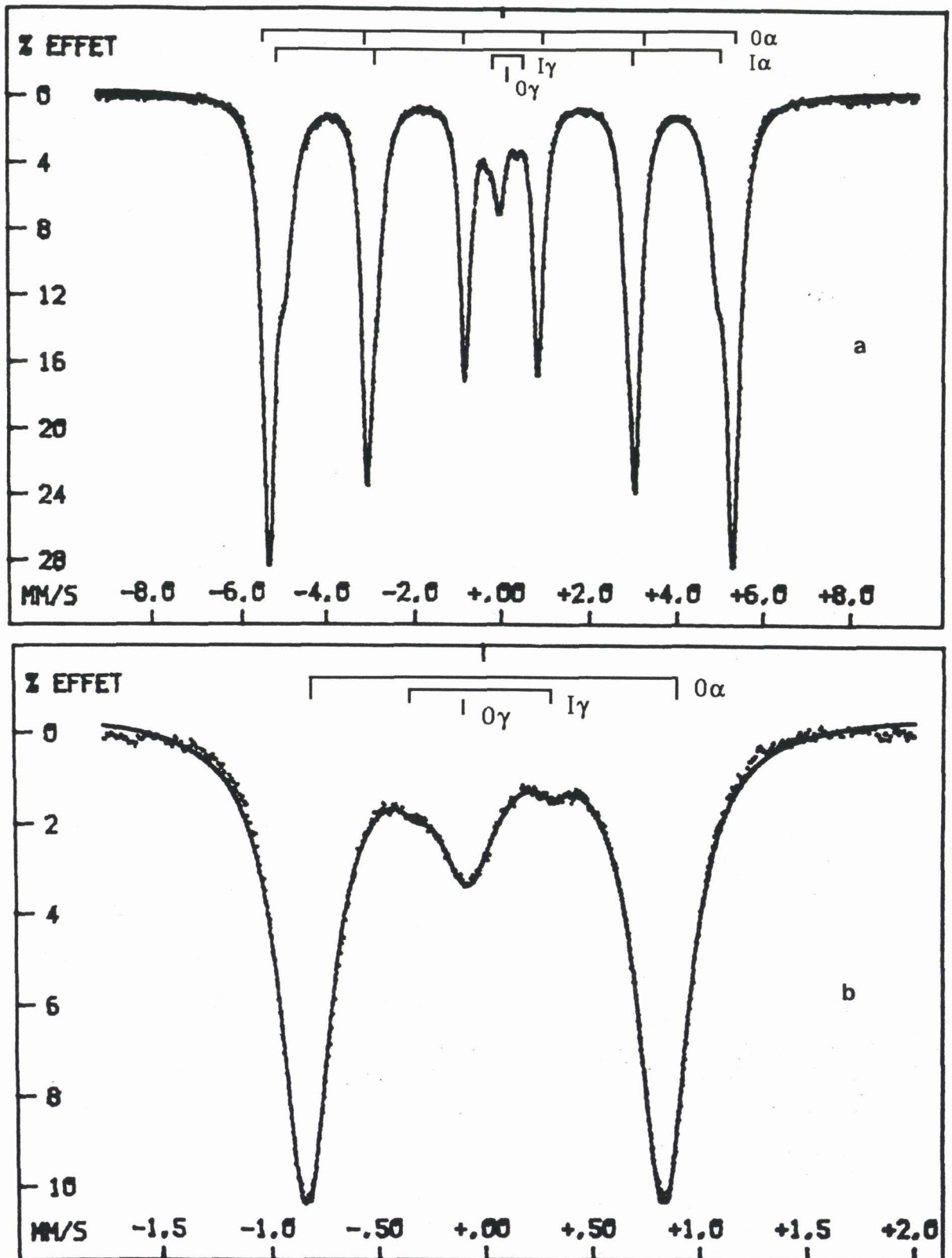


Figure 4.24 : spectres Mössbauer de l'acier A au $\Delta t(700/300)$ de 100s pour les gammes de vitesse a) ± 9 mm/s et b) ± 2 mm/s

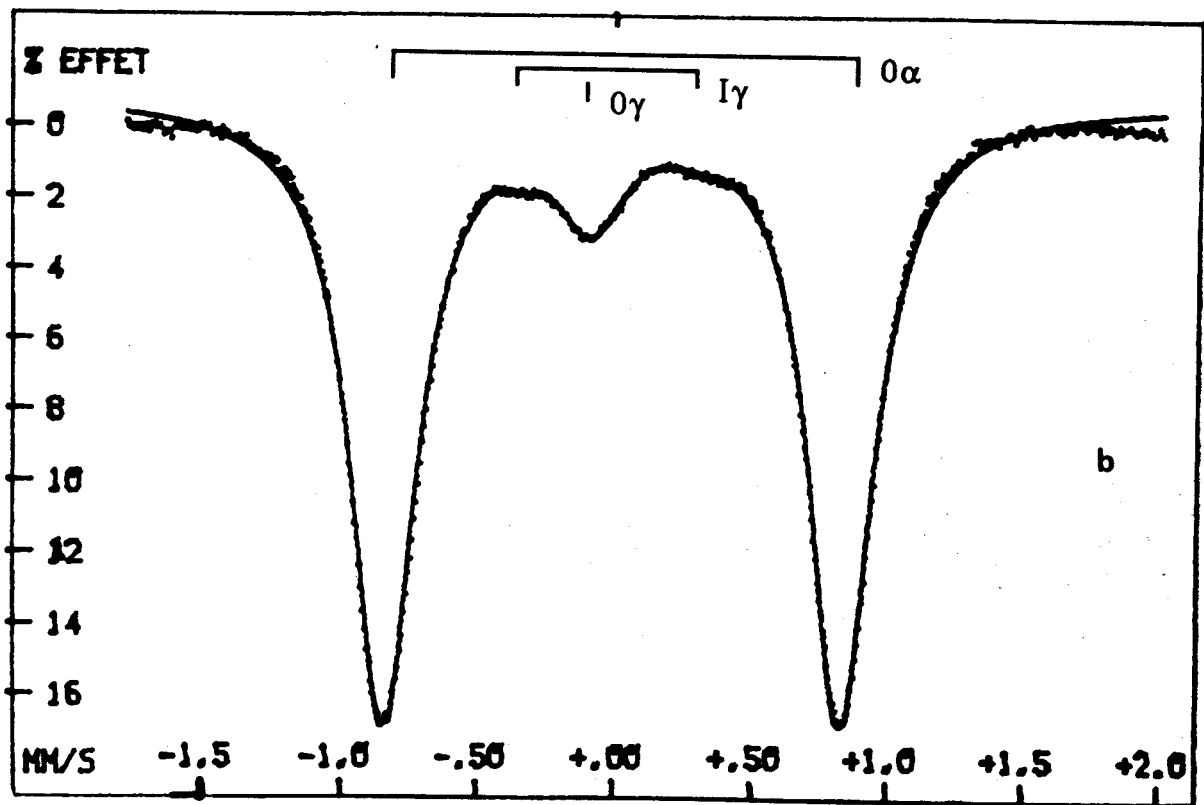
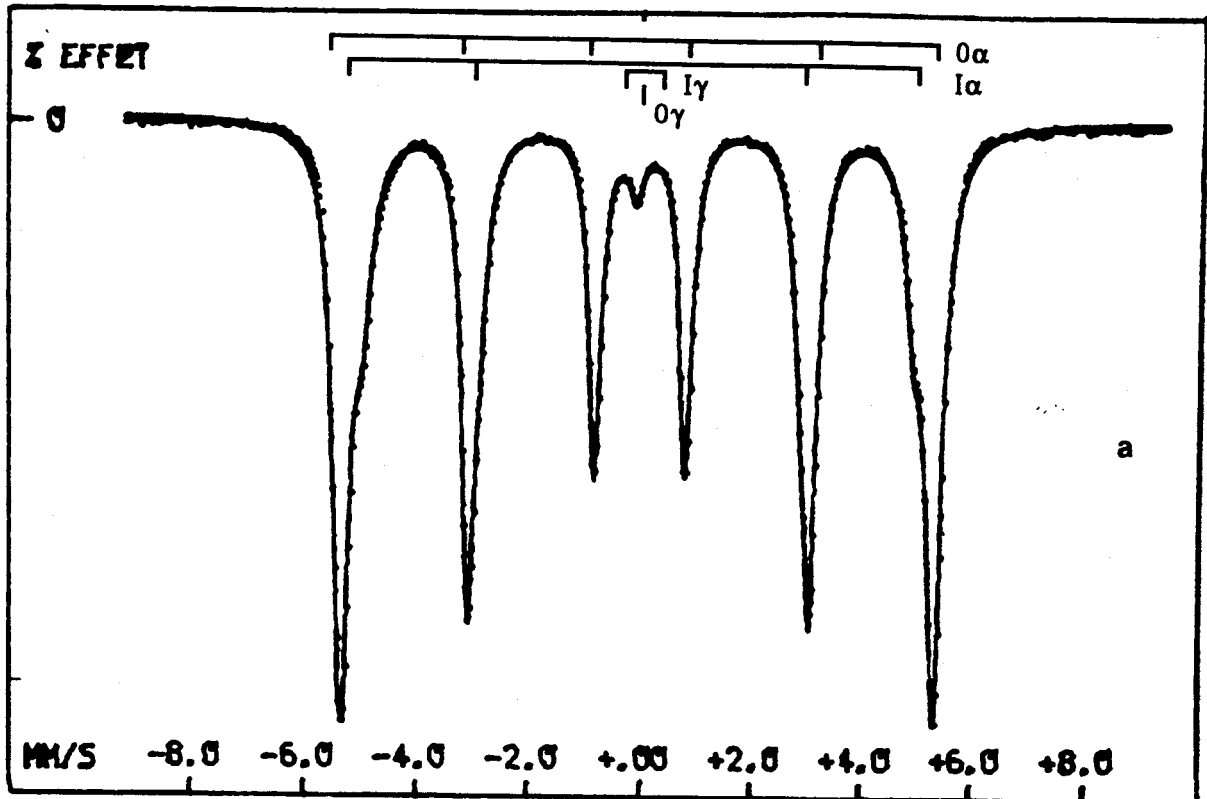


Figure 4.25 : spectres Mössbauer de l'acier C au $\Delta t(700/300)$ de 30s pour les gammes de vitesse a) ± 9 mm/s et b) ± 2 mm/s

méthode des moindres carrés, suivant un programme de LE CAER G. basé sur une déconvolution en Lorentziennes, conduit aux paramètres hyperfins, champ H et déplacements isomériques δ suivants :

$$\begin{aligned} \text{Site } O^\alpha : H_{O^\alpha} &= 332 \text{ kOe} & \delta_{O^\alpha} &= 0 \text{ mm s}^{-1} \\ \text{Site } I^\alpha : H_{I^\alpha} &= 307 \text{ kOe} & \delta_{I^\alpha} &= 0,015 \text{ mm s}^{-1} \end{aligned}$$

Ces valeurs sont caractéristiques de la famille d'acier étudiée.

Le tableau 4.5 donne les aires relatives des sites O^α et I^α de la ferrite.

Acier	A					C					
	Δt	10	30	50	100	300	10	30	50	100	300
A_{I^α}		26,5	27,4	26,8	27,8	28,3	22,8	21,7	21,4	74,3	74,5
A_{O^α}		71,7	69,2	69,2	65,8	64,7	75,1	74,7	74,2	21,7	21,5

Tableau 4.5 : Aire relative en % des sites O^α et I^α de la ferrite aux différentes vitesses de refroidissement Δt (700/300)

Au vu, d'une part, de l'analyse chimique des aciers et d'autre part des résultats de LADRIERE J.H. (1986) et CRANSHAW T.E. (1985), les atomes de Mn et Si seraient les principaux éléments susceptibles d'influer sur le champ interne du fer dans le cas considéré. Cette hypothèse est en accord avec l'abondance relative de I^α , voisine de huit fois la somme des concentrations atomiques de manganèse et de silicium. L'importance excessive de A_{I^α} peut être attribuée à l'effet de l'épaisseur de l'échantillon qui sature A_{O^α} (FOCT J. (1973)).

L'étude des spectres réalisés en gramme de vitesses $\pm 2 \text{ mm s}^{-1}$ (cf figures 4.24 b et 4.25 b) permet d'accroître la précision du dépouillement des pics relatifs à l'austénite. Ces spectres sont constitués par les deux pics centraux de la ferrite situés à $\pm 0,80 \text{ mm s}^{-1}$ et par les trois pics de l'austénite correspondant aux environnements I^γ et O^γ . Le dépouillement numérique des spectres conduit aux paramètres hyperfins, déplacement isomériques δ et effet quadripolaire E_q de l'austénite :

$$\begin{aligned} \text{Site } O^\gamma \quad \delta_{O^\gamma} &= -0,02 \text{ mm s}^{-1} & E_{qO^\gamma} &= 0,00 \text{ mm s}^{-1} \\ \text{Site } I^\gamma \quad \delta_{I^\gamma} &= -0,06 \text{ mm s}^{-1} & E_{qI^\gamma} &= 0,65 \text{ mm s}^{-1} \end{aligned}$$

Ces valeurs sont indépendantes de la nuance considérée dans la famille d'aciers étudiée.

Les environnements $O\gamma$ et $I\gamma$ 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)). La quantité d'austénite retenue dans la Z.A.C. et la teneur en carbone de cette austénite sont calculées à partir des hypothèses précédentes. La teneur pondérale en carbone de l'austénite est déterminée à partir des équations 4.1 et 4.2 (MAURICKX T. (1987)).

$$A_{I\gamma} = 6 \times (A_{I\gamma} + A_{O\gamma}) \quad 4.1$$

$$[c]_{\gamma} = \frac{3 \times x}{14 + 3 \times x} \quad 4.2$$

où x correspond à la teneur en sites interstitiels occupés,
 $A_{I\gamma}$ est l'aire relative du site $I\gamma$,
 $A_{O\gamma}$ est celle du site $O\gamma$
 et $[c]_{\gamma}$ est la concentration massive en carbone de l'austénite.

Le tableau 4.6 rassemble les résultats des dosages Mössbauer relatifs à l'austénite retenue pour les cas étudiés.

	C					A				
Δt	10	30	50	100	300	10	30	50	100	300
% γr	2,1	3,6	4,2	3,9	3,8	1,7	3,4	4	6,4	7
x	1,3	2,3	2,8	2,3	2	0,9	1,5	2,6	2,8	3,1
$[c]_{\gamma}$	0,28	0,5	0,6	0,5	0,44	0,21	0,32	0,56	0,6	0,67
$[c]_t$	6,5	20	28	21,6	18,6	3,4	10,4	22	37	45

$[c]_{\gamma}$: teneur massique en carbone de l'austénite (en %).

$[c]_t$: fraction (en %) du carbone total dans l'austénite.

x : teneur (en %) en sites interstitiels occupés.

Les teneurs en austénite retenue mesurées par spectrométrie Mössbauer sont proches mais systématiquement inférieures à celles obtenues par estimation planimétrique sur les diffractogrammes des rayons X. Cette différence ne peut guère être attribuée aux approximations utilisées en spectrométrie Mössbauer où l'approximation de l'absorbeur mince parfaitement justifiée pour l'austénite, l'est moins pour la ferrite ce qui conduirait à une légère surestimation de la phase γr . Il s'agit donc d'une erreur systématique dans la mesure de l'aire des pics de diffraction de l'austénite.

Il est particulièrement significatif de remarquer que les teneurs en carbone de l'austénite sont supérieures au pourcentage moyen en carbone des aciers de base ($\approx 0,1\%$). Ainsi pour la nuance A, simulée à 300 s, l'austénite a "absorbé" jusqu'à 45 % du carbone total.

La figure 4.26 présente l'évolution des teneurs en carbone de l'austénite retenue en fonction du critère de refroidissement.

Pour l'acier A, la teneur en carbone de γ augmente continûment de 0,21 % à 0,67 % sur l'intervalle des Δt (700/300) considérés. En revanche, le pourcentage en carbone de γ dans l'acier C augmente de 0,28 à 0,6 sur l'intervalle des Δt (700/300) compris entre 10 et 50 s puis décroît jusqu'à 0,44 % à 300 s.

Cette évolution de la teneur en carbone avec le critère de refroidissement qui s'explique d'une part par le passage de l'échantillon dans le domaine d'équilibre α/γ et d'autre part par la cinétique de la transformation perlitique est discutée dans le chapitre 4.4.

4.3.4 Dosage en azote libre

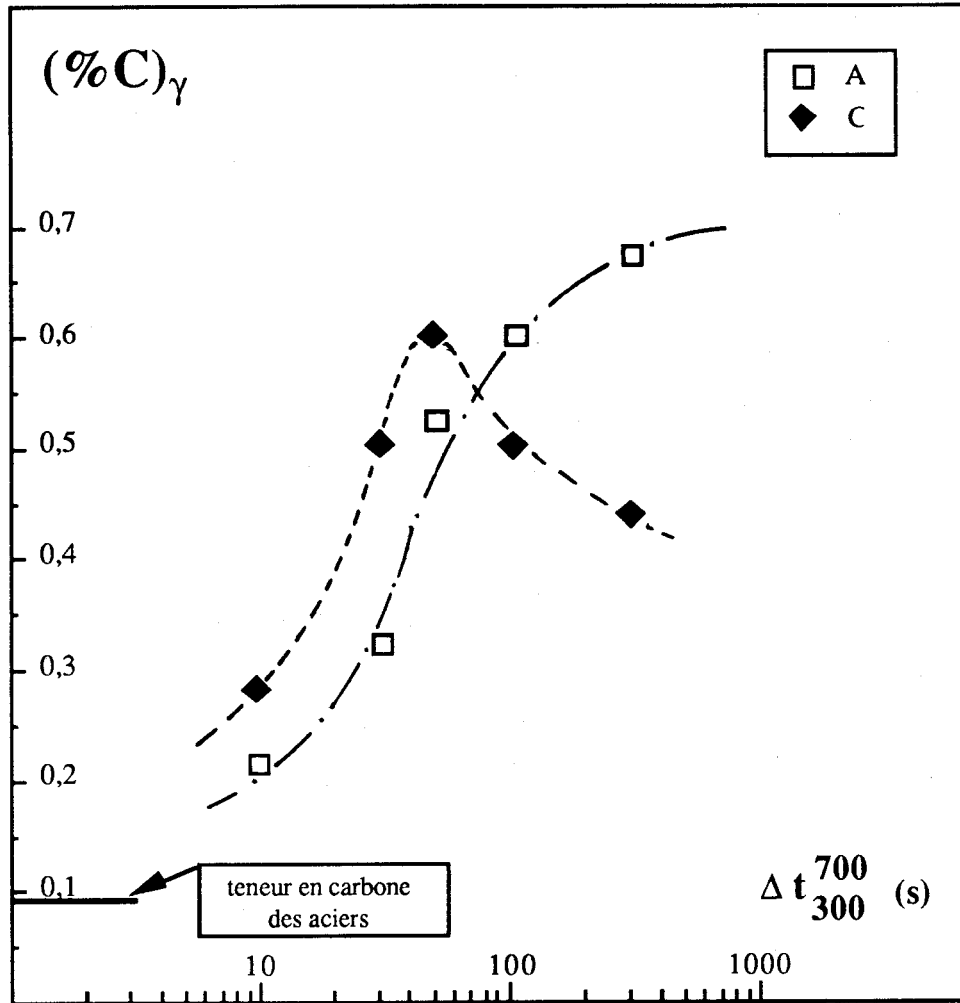
Les dosages des phases de l'azote, de l'acier A, après simulation thermique de soudage ont été réalisés par voie chimique à UNIREC, Etablissement d'Unieux. Ils consistent à déterminer les teneurs en azote précipité "[N]_p" et en azote total "[N]_t" dans la zone affectée par la chaleur. Les teneurs en azote en solution solide "[N]_{s,s}" sont obtenues par différence. Les résultats sont reportés dans le tableau 4.6.

Δt	10	30	50	100	300
[N] _p	1,8	1,5	1,8	1,7	2,3
[N] _t	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8
[N] _{s,s}	2	2,3	2	2,1	1,5

Tableau 4.6 : analyse pondérale ($10^{-3}\%$) des phases de l'azote dans la Z.A.C. de l'acier A

Il est à noter que les teneurs en azote en solution solide de la Z.A.C. sont faibles et indépendante de l'énergie de soudage.

4.3.5 Examen des faciès de rupture



$(\%C)_\gamma$	10 s	30 s	50 s	100 s	300 s
A	0,2	0,3	0,55	0,6	0,65
C	0,28	0,5	0,6	0,5	0,45

Figure 4.26 : évolution de la teneur en carbone de l'austénite retenue avec le critère de refroidissement

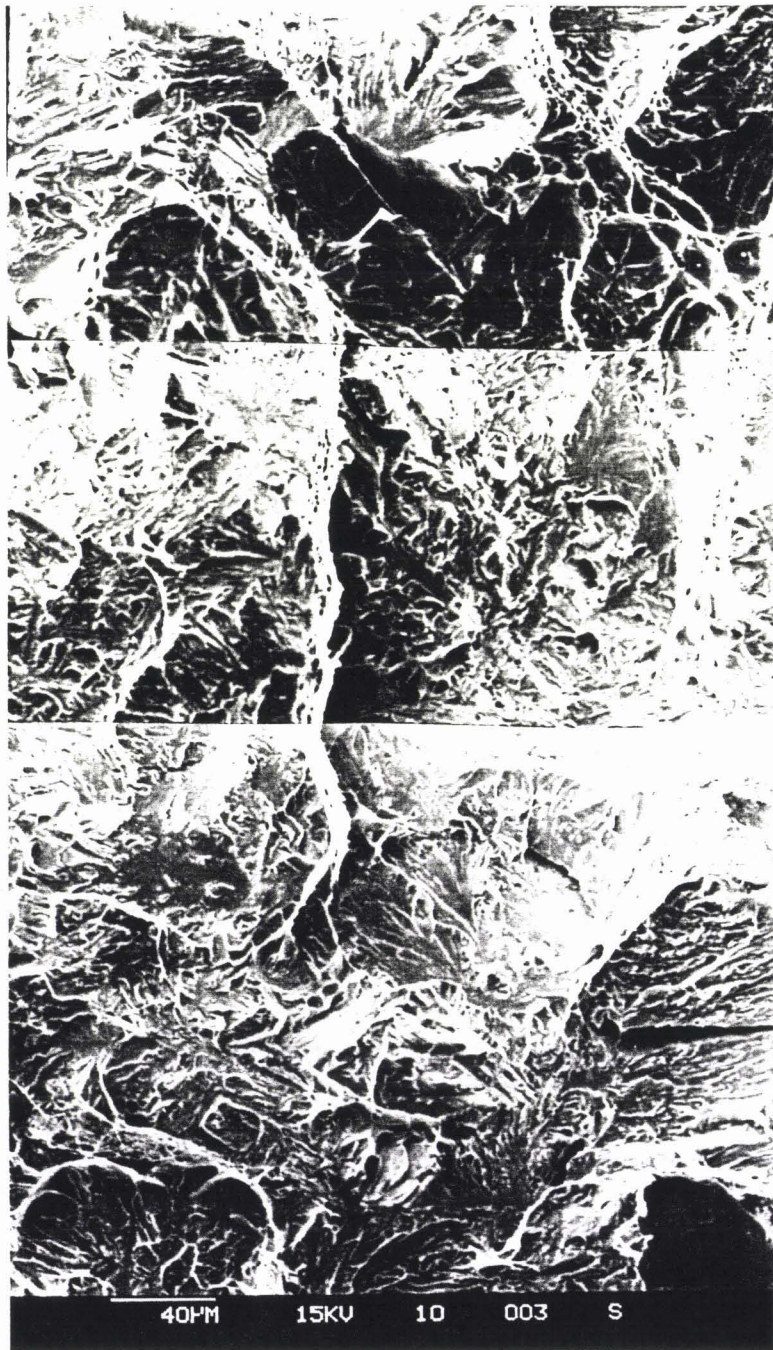
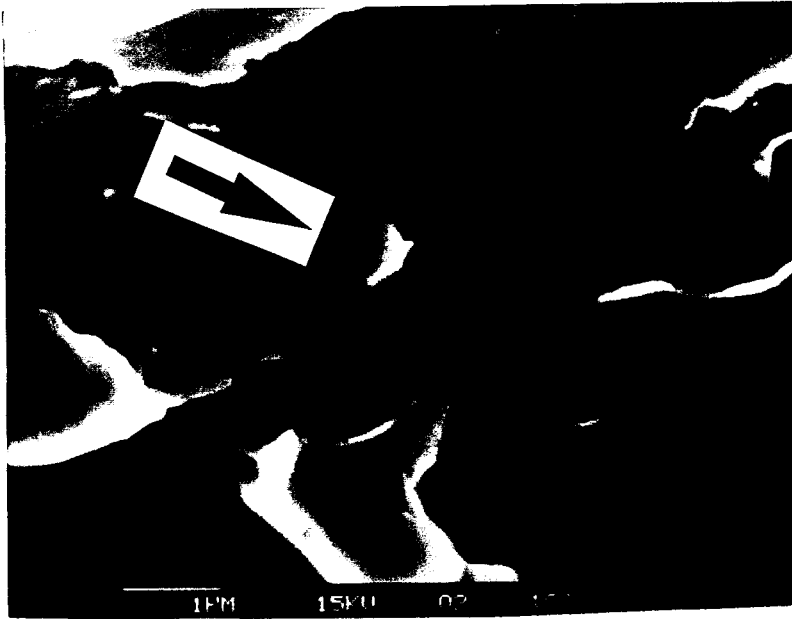
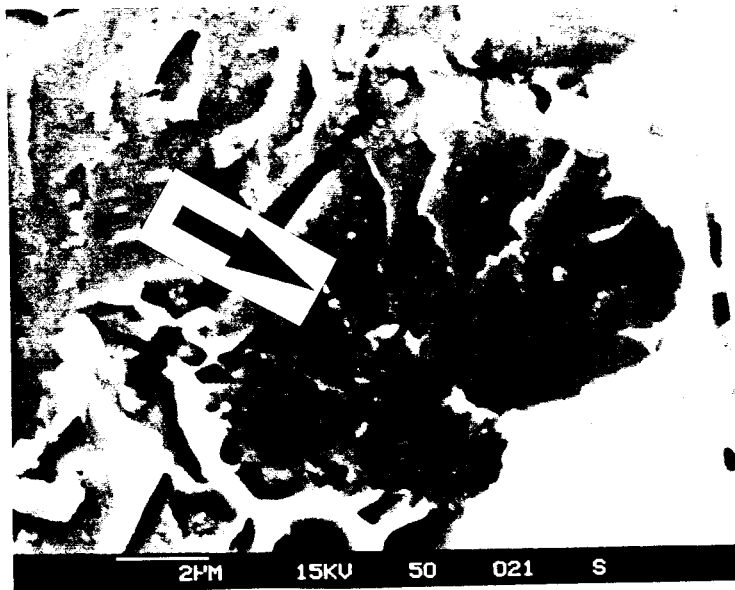


Figure 4.27: aspect du faciès de rupture à -80°C, marche ductile entre les facettes de clivages de l'acier A simulé 10s



a



b

Figure 4.28: aspect de la surface de rupture par choc à -80°C de l'acier A.
Décohésion à l'interface MAC/matrice
a) $\Delta t(700,300) = 50\text{s}$ b) $\Delta t(700,300) = 100\text{s}$

La figure 4.27 est caractéristique des faciès de rupture d'éprouvettes Charpy V de l'acier A rompues à -80°C après simulation. La rupture a l'aspect classique du clivage dans les métaux de structure cubique centrée. On note la présence de fissures secondaires et de trous de tailles et de formes variables qui témoignent d'une grande fragilité de cet acier à cette température. Les faciès de rupture des éprouvettes simulées 10 et 30 secondes se singularisent par la présence de marches ductiles entre les zones de clivage (cf figure 4.27). Ces marches confèrent un relief plus accidenté aux éprouvettes simulées aux deux plus courtes durées de refroidissement.

Dans aucun des échantillons, il n'a été mis en évidence de site privilégiée d'amorçage de la fissure principale.

Après une attaque au nital (0,02 %), les observations réalisées des faciès de rupture révèlent la présence de "M.A.C." en décohésion avec la matrice (cf figure 4.28).

4.4 Discussion des résultats

Ce chapitre est une tentative d'interprétation des propriétés mécaniques des ZAC à partir de leur structure. La discussion porte sur l'interprétation de la microstructure et sur la corrélation microstructure/propriétés mécaniques.

4.4.1 Croissance des grains et propriétés mécaniques

L'évolution des tailles des anciens grains austénitiques (cf figure 4.15) s'explique à partir de la composition chimique des trois aciers. Du fait de ses teneurs en titane et niobium supérieures à celles des nuances B et C, l'acier A contient une fraction volumique de précipités de type (Ti, Nb) (C, N) supérieure. Ces microprécipités limitent vraisemblablement la croissance des grains austénitiques aux températures élevées (EASTERLING K.E. (1983) et MAURICKX T. (1985)) ce qui explique l'invariance de la taille de grains avec l'énergie de soudage. Pour les autres aciers (B et C) l'augmentation du Δt (700/300) conduit à accroître le temps de maintien à haute température, en absence d'une densité assez élevée de précipité, ceci se traduit par la croissance du grains austénitiques. La cinétique de croissance de grains plus rapide dans la nuance C que dans l'acier B semble résulter de leur histoire thermomécanique différentes. L'acier C, issu d'un traitement R.A.D., se trouve dans un état thermodynamique moins stable que l'acier B normalisé. L'influence des éléments d'alliages sur les températures de transformations (ANDREWS K.W. (1965)) et sur la stabilité thermique des précipités est insuffisante pour contrecarrer cette évolution.

La figure 4.29 suggère que la taille de grains austénitiques n'exerce pas une influence prépondérante sur les propriétés en résilience de la Z.A.C..

Les meilleurs propriétés de résilience sont obtenues avec l'acier C qui présente une taille de grains austénitiques supérieure à celles des aciers A et B. De plus, la résistance au choc de la nuance A diminue avec le critère de refroidissement alors que sa taille de grains austénitiques est constante. Ces observations sont en accord avec les résultats de DESALOS Y. (1979) et KOO J.Y. (1987) qui, pour des aciers de compositions voisines attribuent à la taille des grains austénitiques un effet minimum sur la résilience de la Z.A.C..

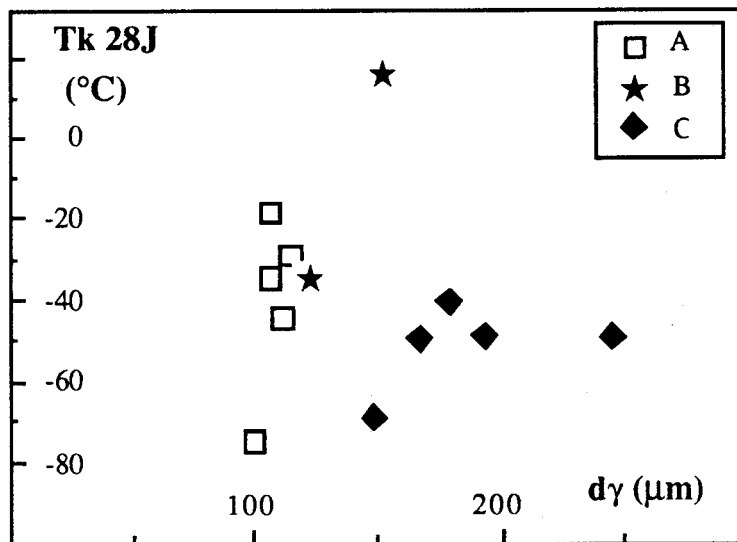


Figure 4.29 : évolution du Tk28J avec le diamètre moyen des anciens grains austénitiques de la Z.A.C..

4.4.2 Relation dureté/microstructure

En accord avec les observations de EASTERLING K.E. (1983), les variations de dureté sont parfaitement compatibles avec l'évolution de la structure (cf figure 4.30). La dureté maximum est obtenue pour les éprouvettes simulées 10 s dont la structure métallographique est entièrement martensitique. La diminution de dureté est due au passage d'une structure essentiellement martensitique à une structure bainitique inférieure puis bainitique supérieure en lattes et enfin ferritique aciculaire.

L'acier B, plus trempant du fait de ces teneurs en carbone, niobium et aluminium, présente par ailleurs une dureté supérieure de 50 à 100 HV à celle des deux autres nuances.

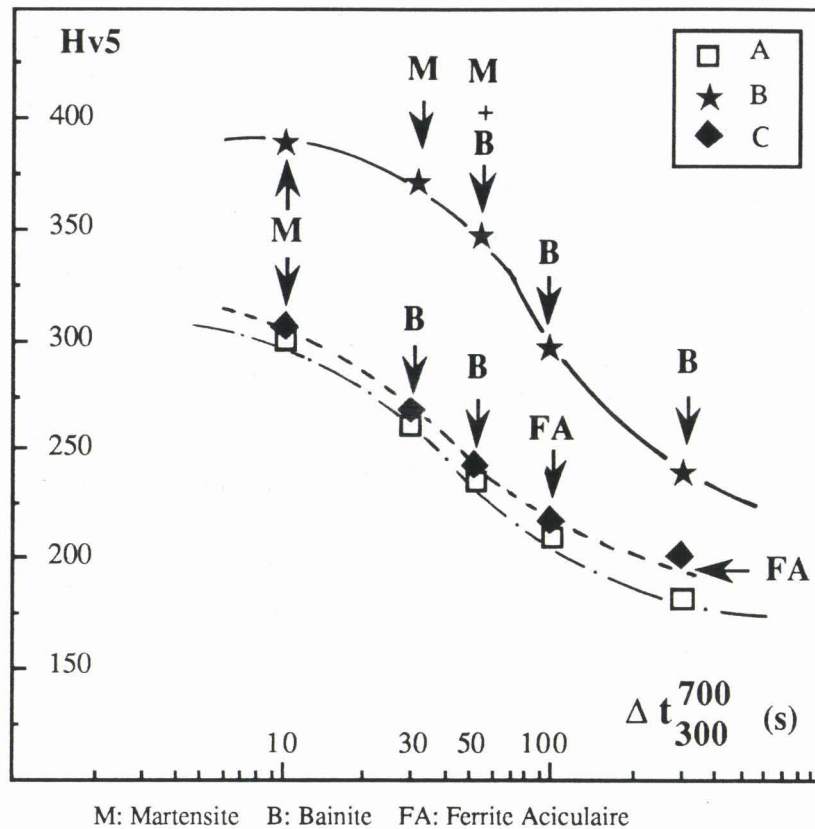


Figure 4.30 : Influence de l'énergie de soudage sur la dureté et sur la structure majoritaire de la Z.A.C..

4.4.3 Influence de l'azote en solution solide sur la résilience de la Z.A.C.

Les teneurs faibles en azote libre dans la Z.A.C. de l'acier A (cf tableau 4.6) sont attribuables à la présence d'aluminium, de niobium, de titane et de vanadium qui conduisent à une précipitation de nitrides. Compte tenu de la fraction volumique très faible des précipités de nitride, il est hautement improbable qu'ils induisent en phénomène de fragilisation lié à leur cisaillement ou à leur rupture (HAHN A. (1967)).

La figure 4.31 suggère que la température de transition diminue avec la teneur en azote en solution solide. Cette évolution contraire à ce qui est généralement admis (DE SY A. (1962), KAN T. (1985)), semble due à la modification de la microstructure qui passe de l'état martensitique à une structure bainitique supérieure sur l'intervalle des Δt (700/300) considérés. Cette remarque minimise l'influence de l'azote en solution solide sur la ténacité.

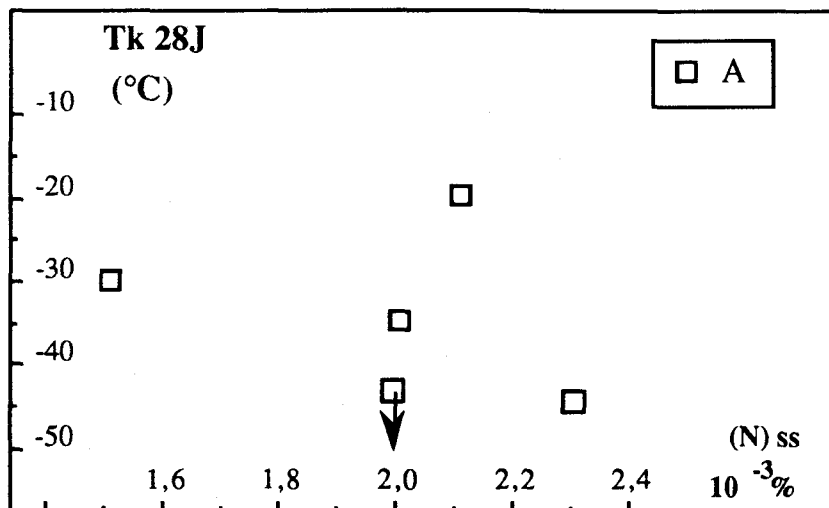


Figure 4.31 : évolution de la résilience de la Z.A.C. de l'acier A avec la teneur en azote en solution solide

4.4.4 Fraction volumique d'austénite retenue/résilience

Les examens par microscopie électronique en transmission révèlent l'existence d'une quantité importante d'austénite retenue après cycle thermique de simulation de soudage (cf figure 4.16 et 4.22). La spectrométrie Mössbauer autorise le dosage de l'abondance de ce constituant et de sa teneur en carbone.

L'observation de cette microphase à température ambiante peut paraître étonnante compte tenu de l'analyse chimique de l'acier. Nous allons tenter dans ce paragraphe d'expliquer les mécanismes de stabilisation de l'austénite et de dégager l'influence de ce microconstituant sur la résilience de la Z.A.C..

4.4.4.1 Stabilisation de l'austénite

L'évolution du pourcentage d'austénite retenue avec l'énergie de soudage s'explique par l'augmentation du temps de maintien dans le domaine biphasé ferrite/austénite.

Les germes de ferrite qui apparaissent au début de la transformation de l'austénitique ont une teneur pondérale en carbone proche de 0,02 %, donc plus faible que la concentration moyenne de l'alliage. La croissance de la ferrite s'accompagne d'un enrichissement en carbone de l'austénite. L'augmentation de l'énergie de soudage entraîne la prolongation du temps de maintien de la Z.A.C. à haute température ce qui accroît la diffusion du carbone des plages ferritiques vers les zones austénitiques. Cet

enrichissement en carbone de l'austénite la stabilise. En conséquence, la fraction volumique et la teneur en carbone de l'austénite retenue augmente avec le critère de refroidissement. Ces observations expliquent la fraction volumique en austénite retenue dans la Z.A.C. de l'acier B quelque soit le Δt (700/300) et de l'acier C aux critères de refroidissement inférieurs ou égaux à 50 secondes (cf figure 4.32).

Par ailleurs, les analyses réalisées en spectrométrie Mössbauer et par dispersion de longueur d'onde des rayons X sur lames minces ne décèlent aucune variation de teneurs en autres éléments d'additions (Mn, Ni,...) entre l'austénite et la ferrite.

Ce résultat est conforme aux analyses effectuées par plusieurs auteurs (BISS V. (1971), SARIKAYA M. (1981)) dans des aciers de compositions voisines. Ainsi, la stabilisation de l'austénite semble uniquement provenir de son enrichissement en carbone.

Dans l'acier C, la diminution de la fraction volumique d'austénite retenue aux critères de refroidissement supérieurs à 50 s s'explique par la tendance à la décomposition de l'austénite en perlite. La précipitation de la cémentite s'accompagne par ailleurs d'une diminution de la teneur en carbone de l'austénite (cf figure 4.32).

4.4.4.2 Influence sur la résilience

Les courbes de la figure 4.33 reliant la température de transition T_{k28J} à la fraction volumique d'austénite retenue (γ_r) montrent l'influence nocive de ce microconstituant sur la résilience. Cet effet se chiffre pour le T_{k28J} à + 14°C par pour-cent d'austénite pour les structures en lattes. Il est plus faible et propre de + 8°C par pour-cent d'austénite pour les structures à dominante ferrite aciculaire. L'action endommageante du constituant "MA" est confirmée par de nombreux travaux (CHEN J.H. (1984), HAZE T. (1988), IKAWA H. (1980)). En particulier les estimations de KASAMATSU Y. (1979) et de IKAWA H. (1980) de l'effet du constituant "MA" sur la résilience sont respectivement de + 8°C et de + 7°C par pour-cent de "MA" et donc proche de nos résultats. Il est à noter que cette étude le microconstituant "MA" est entièrement sous forme austénitique avant l'essai de résistance au choc (cf chapitre 5).

Les régressions calculées témoignent de l'effet bénéfique de la ferrite aciculaire par rapport aux structures en lattes. Cette influence a déjà été signalée (MAURICKX T. (1987), KATAKAMI M. (1988), BOWKER J.T. (1989)). La différence d'effet de l'austénite suivant la structure peut résulter à priori de trois paramètres qui sont :

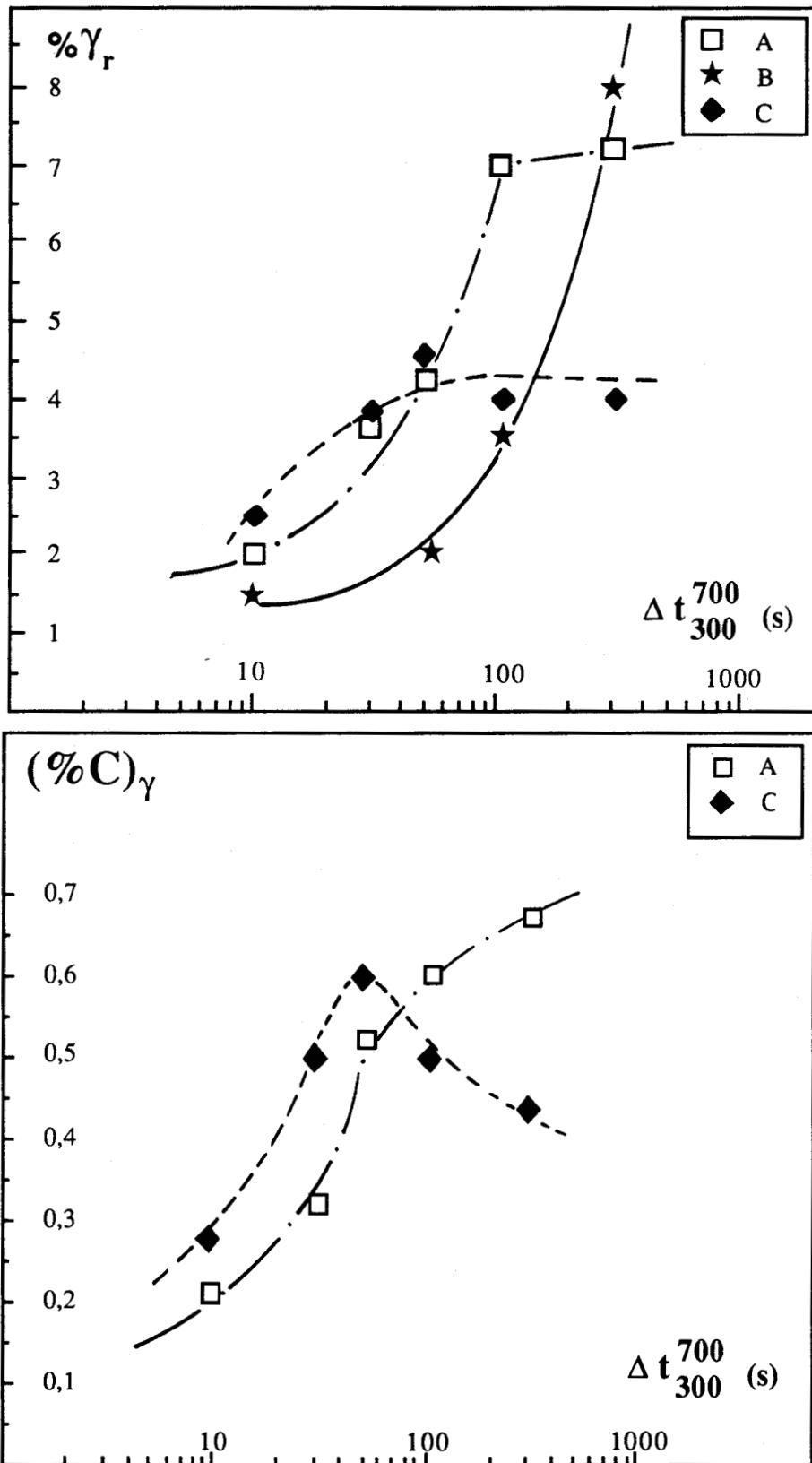


Figure 4.32 : fraction volumique et teneur en carbone de l'austénite retenue en fonction du critère de refroidissement

- la morphologie et la dimension du microconstituant (taille critique, concentration de contraintes...),
- la teneur en carbone de l'austénite (résistance intrinsèques du microconstituant).
- la morphologie et la dimension des entités cristallographiques (tailles de lattes, taille de paquets...),

Ces différents points feront l'objet de la discussion du chapitre 5.

L'influence néfaste de l'austénite retenue sur la résilience de la Z.A.C. estimée à partir de la figure 4.33 s'accorde avec les observations de décohésions au niveau des interfaces entre l'austénite retenue et la matrice (cf figure 4.28).

Les essais C.T.O.D. sur les aciers A et B et Charpy V instrumenté sur la nuance A permettent de cerner l'influence de l'austénite retenue sur le mécanisme de rupture. Les figures 4.34 et 4.35 présentent respectivement les évolutions des énergies d'amorçage, de propagation de la fissure et de la valeur de l'ouverture critique de la fissure (δ_c) en fonction de la fraction volumique d'austénite retenue.

Les figures 4.34 a et 4.35 montrent nettement que l'austénite favorise l'amorçage de la fissure. Cette influence se manifeste par une diminution soit de l'énergie d'amorçage soit de l'ouverture critique des lèvres de la fissure (δ_c) avec l'augmentation de la teneur en austénite retenue.

La figure 4.34 b suggère par ailleurs que la propagation de la fissure est très facile aux teneurs en austénite retenue supérieures à 4,5 % pour une température d'essai de - 30°C.

4.4.5 Corrélation microstructure/résilience

4.4.5.1 la microstructure

Pour chaque acier, l'évolution de structure avec l'énergie de soudage est classique (BERNARD G. (1979), AKSELSEN O.M. (1984), MAURICKX T. (1987) et TOYODA M. (1988)). Au critère de refroidissement de 10 secondes, la Z.A.C. des aciers B et C présente une structure martensite bainitique qui évolue vers des structures bainitiques supérieures en lattes et ferritique aciculaire avec l'augmentation du Δt (700/300) (cf tableau 4.2). Pour l'acier B plus trempant, la ferrite aciculaire n'apparaît pas aux critères de refroidissement considérés. Ainsi, à la plus forte énergie de soudage, la microstructure de la Z.A.C. simulée de l'acier B est entièrement bainitique supérieure en lattes (cf figure 4.14).

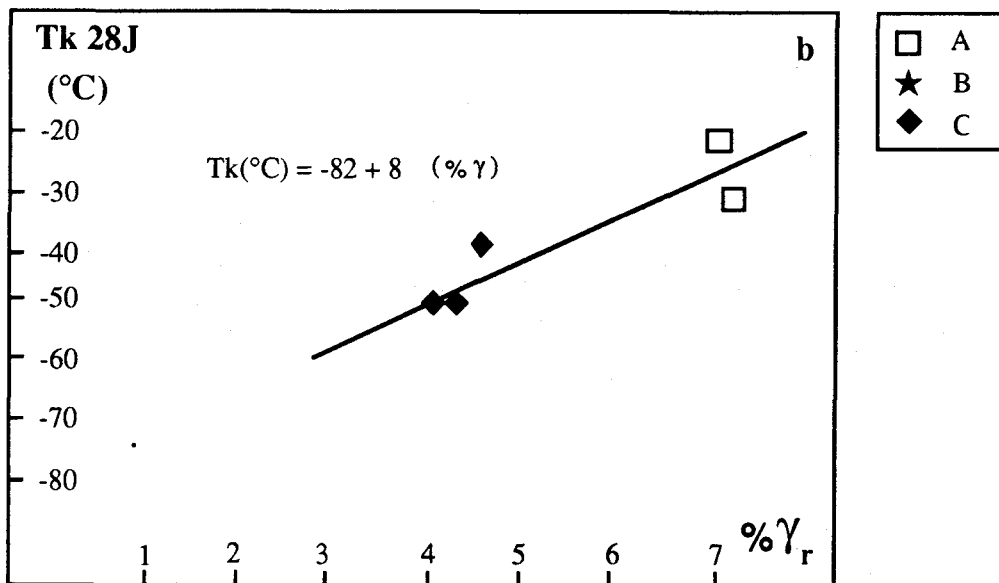
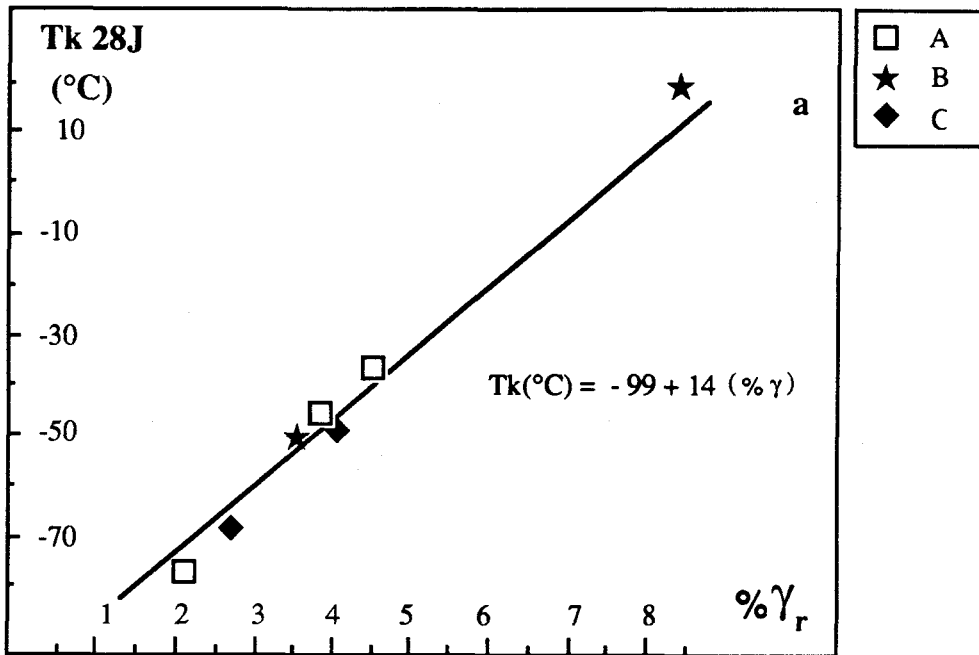


Figure 4.33 : évolution de la température de transition Tk28 J avec la fraction volumique d'austénite retenue

- a) Structure en lattes
b) Structure de type ferrite aciculaire

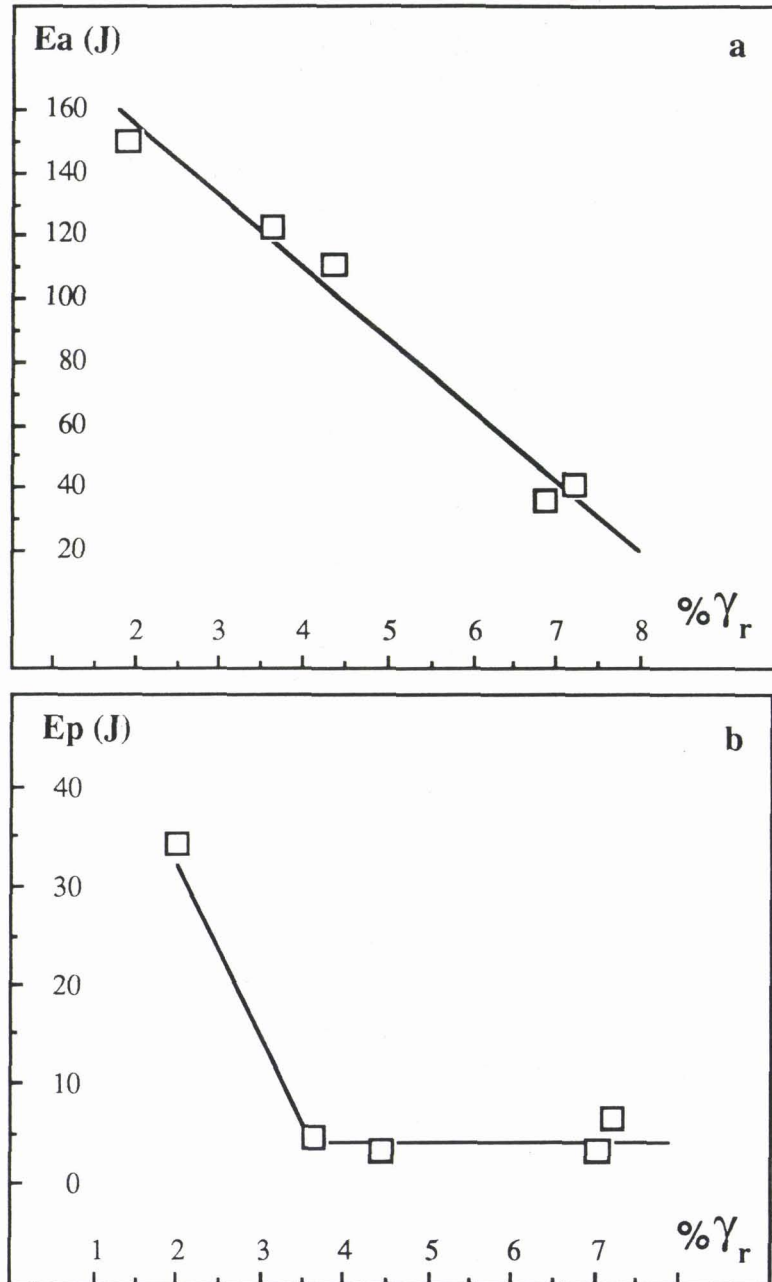


Figure 4.34 : énergie d'amorçage et de propagation de la fissure en fonction de la fraction volumique d'austénite retenue. Acier A rompu à -30°C

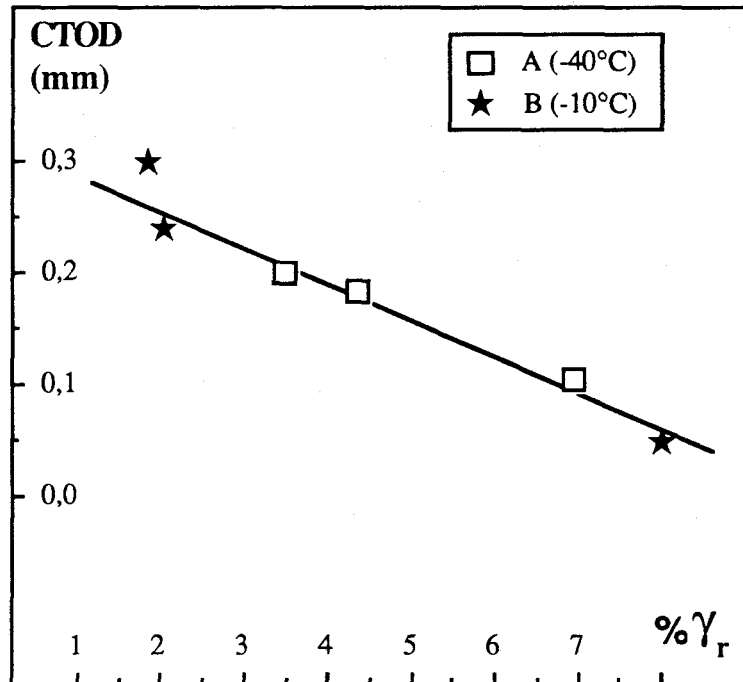
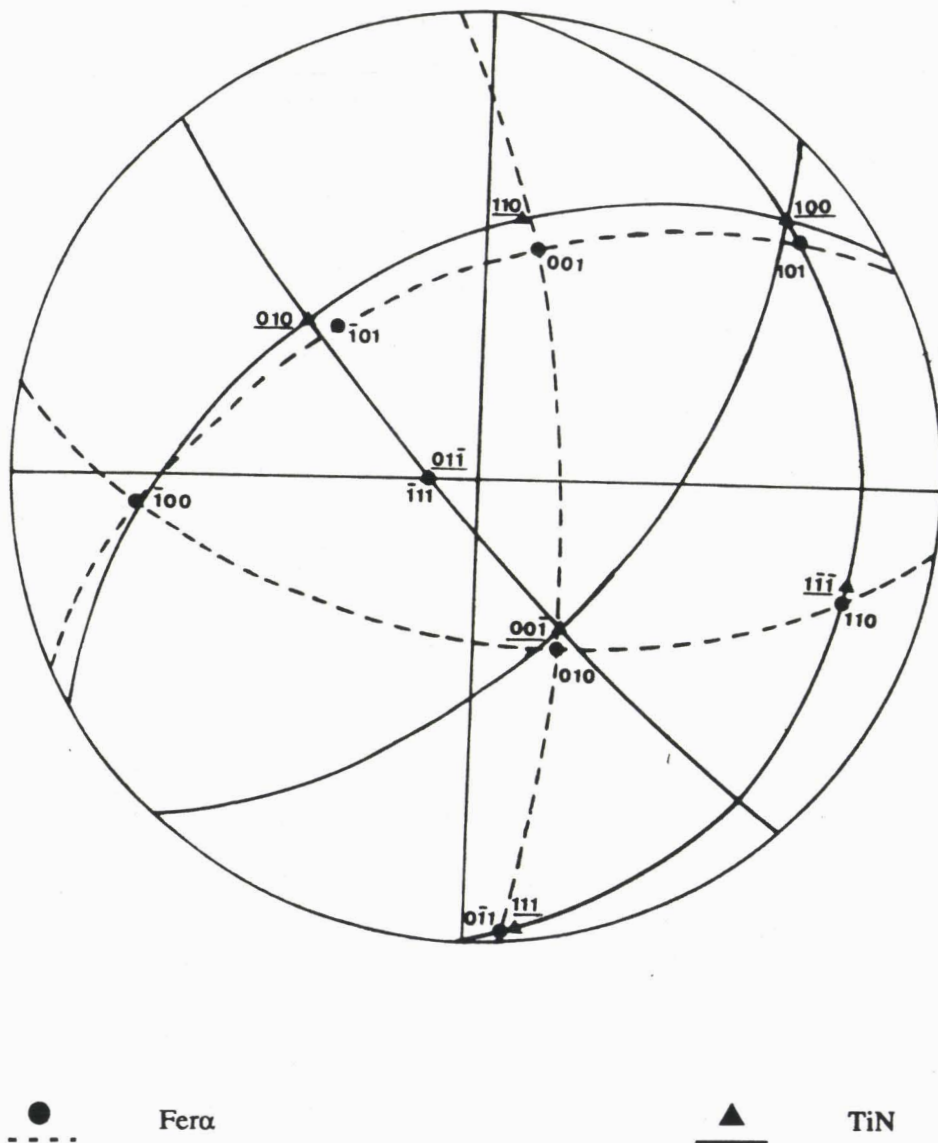


Figure 4.35 : CTOD des aciers A et B en fonction de la fraction volumique d'austénite

A critère de refroidissement constant, les différences de microstructure entre les trois aciers s'expliquent à partir de leur analyse chimique.

L'acier B chargé en niobium et carbone et exempt d'addition de titane présente les structures les plus trempantes. Plusieurs auteurs ont démontré cette influence du niobium sur la microstructure. 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 0,05 %, après un cycle thermique caractéristique de la zone affectée par la chaleur de soudage.

Après simulation thermique de soudage, la microstructure des aciers A et C aux critères de refroidissement supérieurs à 50 secondes comprend de la ferrite aciculaire. En accord avec les hypothèses de nombreux auteurs, l'existence de cette phase semble résulter de la présence d'une fine précipitation de nitrures de titane. Ainsi la formation de la ferrite aciculaire dans la Z.A.C. de l'acier C, qui contient une précipitation fine de nitrures de titane (cf figures 4.19 et 4.21), est plus importante que dans les autres nuances (cf tableau 4.2). Les projections stéréographiques du nitrure de titane et de la ferrite obtenues à partir des clichés de diffractions électroniques vérifient les relations d'orientation de BAIN. La figure 4.36 présente la projection stéréographique réalisée à partir du cliché de diffraction de la figure 4.19. Cette observation est en accord avec les



Relations d'orientation de BAIN :

$$(100)_\alpha // (100)_{\text{TiN}}$$

$$(011)_\alpha // (010)_{\text{TiN}}$$

$$(011)_\alpha // (001)_{\text{TiN}}$$

Figure 4.36 : projection stéréographique de la matrice de $\text{Fe}\alpha$ et d'un précipité de TiN . Vérification des relations d'orientation de BAIN à partir du diagramme de diffraction de la figure 4.19

conclusions de MAURICKX T. (1987) sur la germination cohérente de la ferrite aciculaire sur les précipités de nitrure de titane et tend à la valider. De même la fraction volumique plus faible en ferrite aciculaire de la Z.A.C. de l'acier A semble s'expliquer par l'addition de niobium dans cet acier. Ainsi l'analyse aux rayons X des précipités dans l'acier A (cf figure 4.20) permet d'assimiler ces particules à des carbonitrures de titane substitués par du niobium ((Ti, Nb) (C, N)). La présence de niobium en substitution dans les précipités de nitrure de titane augmente le paramètre de maille du précipité (KOBAYASHI H. (1981)). Ceci entraîne une diminution du rayon critique de perte de cohérence pour la ferrite, donc du taux de germination de ferrite aciculaire (MAURICKX T. (1987)).

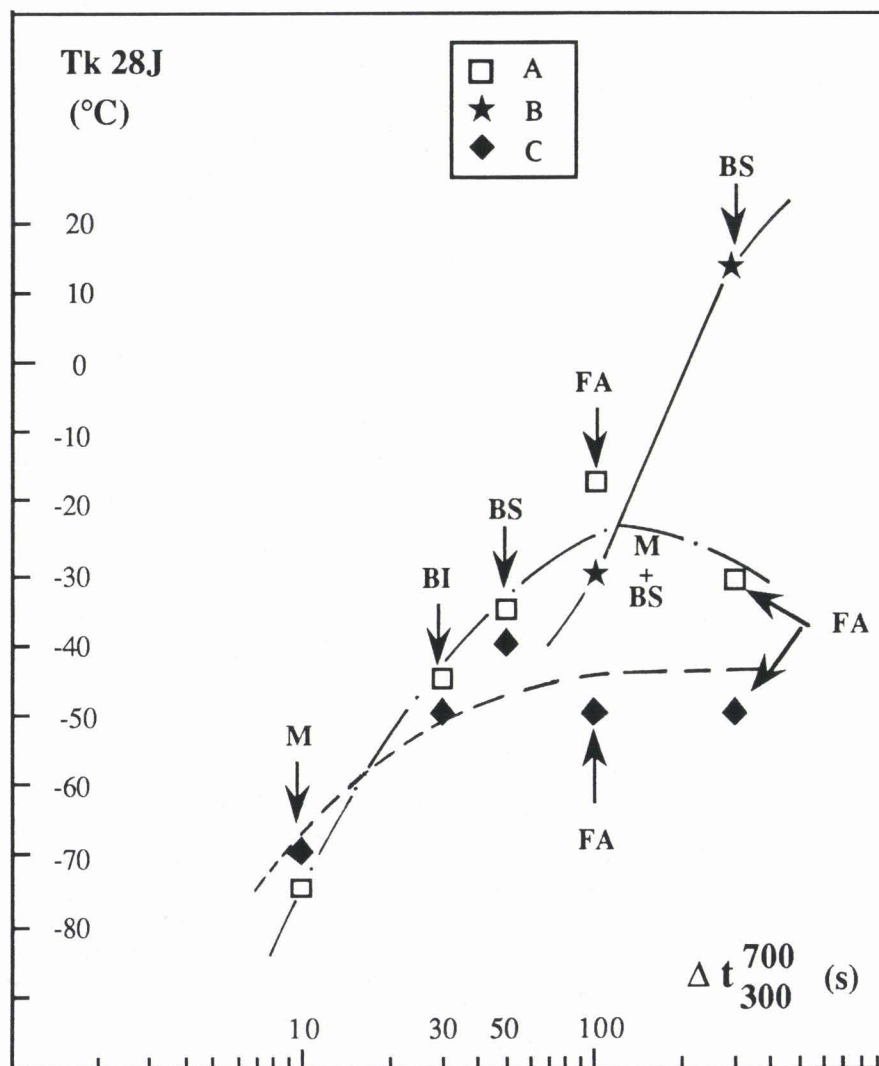
4.4.5.2 Influence sur la résilience

La figure 4.37 relie la température de transition Charpy V Tk 28J à l'évolution de la microstructure. Compte tenu des observations de KASAMATSU Y. (1979), CHEN J.H. (1980) et TOYODA Y. (1988), l'évolution du Tk28J, pour les nuances A et C aux Δt (700/300) inférieures ou égaux à 50 s ainsi que pour l'acier B à tous les Δt (700/300), paraît logique. Il est en effet généralement admis que la résilience de la bainite supérieure en lattes et plus faible que celle de la bainite inférieure qui est elle-même inférieure à celle de la martensite.

Aux durées de refroidissement supérieures à 50 s, l'effet bénéfique et reconnu de la ferrite aciculaire sur la résilience de la Z.A.C. (KATAKAMI M. (1988), BOWKER J.T. (1989)) n'est à priori pas évident. Ainsi la température de transition Tk28J de l'état A simulé 100 secondes, et à dominante ferrite aciculaire est plus élevée (- 20°C) que celle de l'état A simulé 50 s (- 35°C) ou de l'acier B simulé 100 s (- 30°C) qui ont une microstructure en lattes. Ceci s'explique par les effets antagonistes de la ferrite aciculaire et de l'austénite retenue sur la résilience de la Z.A.C.. Au Δt (700/300) de 100 s, la Z.A.C. de l'acier A contient 7 % d'austénite ce qui explique ses faibles caractéristiques de résilience (cf chapitre 4.4.4.2).

Ces observations confèrent à l'austénite retenue un effet prédominant et néfaste sur la résilience de la Z.A.C..

Toutefois, la comparaison des états A obtenus aux Δt (700/300) supérieures ou égaux à 100 s caractérisés par une teneur constante en austénite retenue, vérifie l'influence bénéfique de l'augmentation de la fraction volumique de ferrite aciculaire.



M: Martensite BI: Bainite Inférieure BS: Bainite Supérieure FA: Ferrite Aciculaire

Figure 4.37 : évolution du Tk28J en fonction de la microstructure

4.5 Conclusion

L'étude effectuée sur la Z.A.C. simulée de trois aciers E355 à 0,1 % de carbone montre que l'augmentation de l'énergie de soudage, correspondant aux Δt (700/300) de 10 à 300 secondes, provoque dans la zone à gros grains austénitiques :

1. Une diminution de la dureté et de la ténacité

Aux plus fortes énergies de soudage les plus faibles caractéristiques de résilience sont obtenues pour l'acier microallié au niobium seul et les meilleures pour la nuance uniquement microallié au titane.

2. Un changement de microstructure

. pour les deux aciers microalliés au titane la microstructure évolue de la martensite à la ferrite aciculaire, en passant par les états bainitiques inférieures puis supérieures en lattes. Nous montrons dans cette étude que les précipités de nitrure de titane sont en relation d'orientation de BAIN avec la ferrite et favorisent la germination de la ferrite aciculaire. L'acier microallié au niobium présente une structure plus trempante qui évolue de la martensite à la bainite supérieure en lattes.

. quelle que soit la structure, nous avons observé après simulation une teneur non négligeable en austénite retenue qui augmente généralement avec l'énergie de soudage et peut atteindre jusqu'à 8 %.

Les corrélations propriétés mécaniques/microstructure de la Z.A.C. nous conduisent aux conclusions suivantes :

- . les variations de dureté dépendent des modifications de structures,
- . la taille de grains austénitiques n'a pas une influence prépondérante sur la ténacité,
- . Les teneurs en azote en solution solide faibles et les variations de microstructure ne nous permettent pas de chiffrer l'effet de l'azote libre sur la résilience,
- . les plus mauvaises caractéristiques de ténacité sont obtenues pour les structures bainitiques supérieures en lattes,
- . la présence de ferrite aciculaire a un rôle bénéfique sur la résilience,

- . l'austénite retenue a un effet prédominant et néfaste sur la résistance à la rupture fragile de la Z.A.C.. Cette influence se chiffre à + 14°C et + 8°C en Tk28J respectivement dans les structures en lattes et à dominante ferritique aciculaire.

Dans le but d'une compréhension totale du problème de nombreuses questions restent posées :

Sur l'austénite :

- . quel est le mécanisme de fragilisation induit par l'austénite retenue ?
- . l'austénite est-elle stable thermomécaniquement ?
- . la morphologie, la dimension et la teneur en carbone de l'austénite ont-elles un effet sur son "efficacité" ?
- . quels sont les effets des éléments d'addition sur la décomposition en perlite de l'austénite ? (Nb, Mn...)
- . la répartition de l'austénite retenue dans l'ancien grain austénitique a-t-elle un effet sur la ténacité ?

Sur la microstructure :

- . quelle est le poids de la ferrite proeutectoïde par rapport à sa distribution et à son environnement (bainite en lattes, ferrite aciculaire) sur la résilience ?
- . quelle est l'unité microstructurale contrôlant la résistance à la rupture fragile ? (taille de lattes, taille de paquets...)
- . quel est le poids de la microstructure par rapport à l'austénite retenue sur la ténacité ?
- . quelle est l'incidence de l'histoire thermomécanique de la tôle sur l'état de précipitation du TiN ?
- . est-ce-que la nature et la morphologie des précipités modifient la germination de la ferrite ?
- . quelle est l'influence de l'analyse chimique sur la taille de lattes ?

La suite de ce mémoire se propose d'apporter des réponses à certaines de ces questions.

Références bibliographiques citées dans le chapitre 4

- **AKSELSEN O.M., GRONG O., SOLBERG J.K.**
"Structure-property relationships in intercritical heat affected zone of low-carbon microalloyed steels"
Mat. Sciences and technology, n°8, 1987, pages 649 - 655

- **ANDREWS K.W., DYSON D.J.**
"Interpretation of electron diffraction patterns"
ADAM WILDER Edt, Second édition 1971

- **BAKAYASHI H., KASAMATSU Y.**
"Characteristics of precipitates and austenite grain growth in Nb and Ti bearing high strength steels"
Tetsu to Hagané, 67, 1981, pages 1990 - 1999

- **BERNARD G.**
"Les études poursuivies à l'IRSID sur la soudabilité des aciers de constructions"
Revue de métallurgie, octobre 1979

- **BISS V., CRYDERMAN R.L.**
"Martensite and retained austenite in hot-rolled low carbon bainitic steels"
Met. Trans., vol 2, 1971, pages 2267 - 2276

- **BOWKER J.T., Mc GRATH J.T., GIANETTO J.A., LETTS M.W.**
"Evaluation of the microstructure/toughness relationship of simulated regions in HSLA steels"
Metal technology laboratories, Ottawa, doc IX 1569-89, 1989 pages 1 à 19

- **CHEN J.H., KIKATA Y. ARAKI T., YONETA M., MATSUDA Y.**
"Micro-fracture behaviour induced by "MA" constituent in simulated welding heat affected zone of HT 80 high strength low alloyed steels"
Acta. Met., n°10, 1984, pages 1779 - 1788

- **CHRIST B.W., GILES P. M.**
"On the detection of retained austenite in high carbon steels by ^{57}Fe Mössbauer spectroscopy"
Transactions of the metallurgical society of AIME, vol 242, septembre 1968, pages 1915 - 1925

- **CRANSHAW T.E., DALE B.W., LONGWORTH G.O., JOHNSON C.E.**
"Mössbauer spectrometry and its applications"
Cambridge Edt. 1985.

- **DE SY A., VIDTS J.**
"Métallurgie structurale"
DUNOD Edt, 1968, pages 299 - 353

- **DESALOS Y., LAURENT R.**
"Microstructure et caractéristiques mécaniques d'acier bainitique à basse teneur en carbone"
Revue de métallurgie, février 1979, pages 73 - 107

- **EASTERLING K.E.**
"Introduction to the physical metallurgy of welding"
Butterworth Edt, 1983

- **FOCT J.**
"Conditions imposées aux configurations interstitiels dans l'austénite Fer-Azote par les résultats de spectrométrie Mössbauer"
Compte rendu des séances de l'Académie des Sciences Paris, t. 276, le 2 avril 1973, pages 1159 - 1162

- **HABRAKEN J.L., ECONOMOPOULOS M.**
"Bainitic microstructure in low-carbon alloy steels and their mechanical properties"
Arbor, 1967, pages 69 - 86

- **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 PAGES 668 - 676

- **HAZE T., AIHARA S.**
"Influence of chemical compositions on COD value of the most embrittled zone of a welding joint"
Trans. I.S.I.J., vol 26, 1986, page 345

- **IKAWA H., OSHIGE H.**
"Effect of martensite-austenite constituent on H.A.Z. toughness of high strength steel"
Transaction of the Japan welding society, n°11, 1980, pages 3 - 12

- **KAN T., HIROMATSU M., KAJI H.**
"Improvement in H.A.Z. toughness of low temperature service air-killed steel for high heat input welding"
Trans. I.S.I.J., n°25, 1985, page 157

- **KASAMATSU Y., TAKASHIMA S., HOSOYA T.**
"Influence of martensite-austenite constituent toughness of H.A.Z. of high strength weldable structural steels"
J.I.S.I.J., 65, 1979, pages 92 - 101

- **KATAKAMI M., MORI N., HAZE T., ITO K.**
"Development in microalloying and processing of HSLA steels for offshore structures"
Proceeding du congrès WMC "Microalloyed HSLA steels", Chicago, 1988, pages 143 - 161

- **KOO J.Y., OZEKIN A.**
"Local brittle zone microstructure and toughness in structural steel weldments"
Proceeding du congrès "Welding metallurgy of structural steels", 1987, pages 119 - 135

- **LADRIERE J.H., HE X.J.**
"Mössbauer study of retained austenite in an Fe - Mn - C Dual-phase steel"
Mat. Science and Engineering 1986, pages 133 - 138.

- **LE CAER G.**
Communication privée

- **MAURICKX T.**
"Effet des éléments dispersoïdes (Ti, Nb) sur la microstructure de la Z.A.C. d'aciers microalliés et conséquences sur la résilience"
Thèse soutenue le 23 juin 1987, à l'Université de Lille.

- **MAURICKX T., TAILLARD R.**

"Caractérisation structurale et microstructurale de deux aciers de construction
"soudables" avec fort apport d'énergie"

Rapport interne CRDM, Février 1985

- **SARIKAYA M., THOMAS G., STEEDS J.W.**

"Solute element partitioning and austenite stabilisation in steels"

Solid/solid phase transformation, 1981, pages 849 - 853

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

"Mössbauer study of retained austenite in low C low alloy steel"

Scripta Met., vol 12, 1978, pages 113 - 117

- **TOYODA M.**

"Fracture toughness evaluation of steel welds" part I et II

Osaka University report, 1988

CHAPITRE 5 : INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE SUR LA FRAGILISATION DE LA Z.A.C.

5.1 Introduction

Le chapitre 4 a mis en évidence l'effet important et néfaste de l'austénite retenue et le rôle bénéfique de la ferrite aciculaire sur la résilience.

Toutefois, il reste à répondre aux questions suivantes afin de comprendre plus précisément l'influence de la microstructures sur la résistance à la rupture fragile de la Z.A.C. :

- a). Nature du mécanisme de fragilisation induit par l'austénite retenue ?
- b). Influence de la morphologie, de la teneur en carbone et de la distribution de l'austénite retenue sur la ténacité ?
- c). Influence de la taille des entités microstructurales (paquets, lattes...).

Ce chapitre se propose d'apporter des éléments de réponse à ces questions.

5.2 La taille des lattes

L'étude de l'influence de la taille de paquets n'a pas été effectuée en raison de la difficulté de sa détermination en microscopie électronique et du nombre trop restreint de mesures des facettes de clivage. Par contre, nous avons caractérisé l'effet de la taille des lattes sur la résilience puisque ce paramètre exerce d'après NAYLOR J.P. (1976) un effet comparable à celui de la taille des paquets (cf chapitre 2.3.1).

Dans cette étude du point de vue nomenclature, la taille de lattes représente l'épaisseur moyenne de la latte ou la taille des grains de ferrite aciculaire. L'estimation de la taille des lattes est réalisée par microscopie électronique en transmission dans la Z.A.C. simulée des aciers A, C et D (cf tableau 3.1). Les figures 5.1 et 5.2 montrent l'influence de l'énergie de soudage sur la taille de lattes pour les 3 nuances. Chaque histogramme comprend environ 50 mesures.

Aux Δt (700/300) inférieurs à 100 s, l'augmentation de l'énergie de soudage provoque la croissance des lattes. Il convient de noter que la taille de lattes de l'acier D est supérieure à celle des autres nuances. De plus l'acier A présente une augmentation plus rapide de la taille de lattes qui évolue de 0,2 μm au Δt (700/300) de 10 s à 1,3 μm au Δt (700/300) de 50 s.

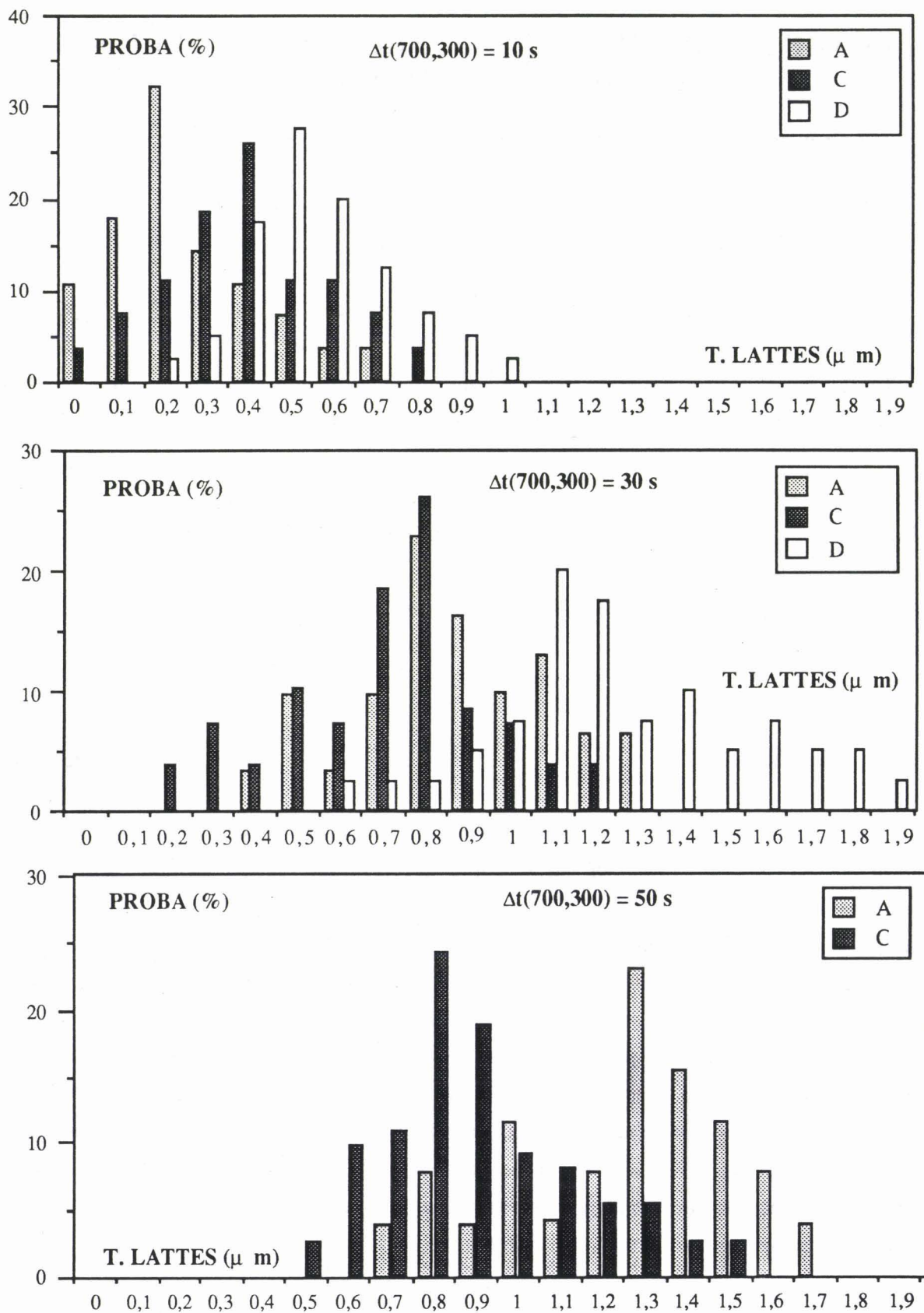


Figure 5.1 : évolution de la taille de lattes des aciers A, C et D avec le critère de refroidissement $\Delta t(700,300)$ de 10, 30 et 50 s.

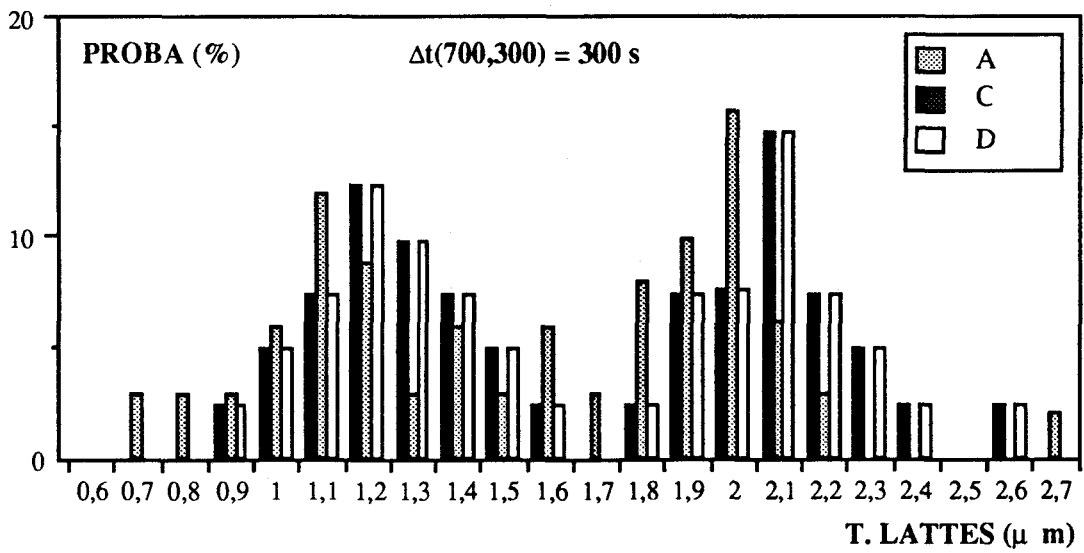
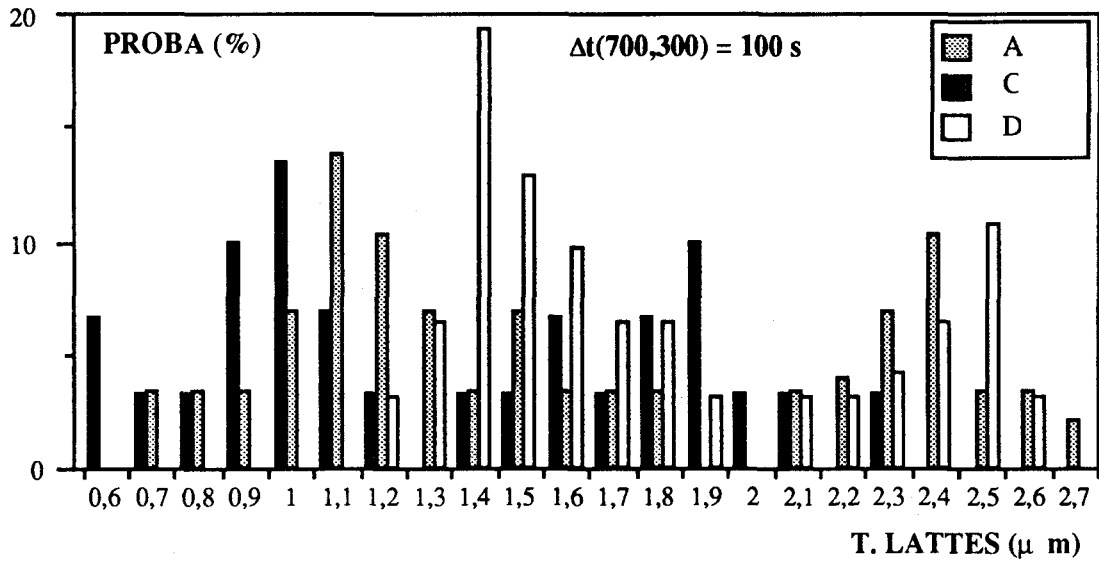


Figure 5.2 : évolution de la taille de lattes des aciers A, C et D avec le critère de refroidissement $\Delta t(700,300)$ de 100 et 300 s.

On remarque, aux fortes énergies l'existence d'une double distribution dans les histogrammes de la figure 5.2. Cette particularité résulte de la coexistence de structures en lattes et ferritique aciculaire. La taille de grains ferritiques est plus faible que la taille de la latte bainitique. Par ailleurs, la taille des grains ferritiques évolue plus lentement que la taille des lattes bainitiques.

5.3 Stabilité thermique et mécanique de l'austénite retenue

5.3.1 Stabilité thermique

La stabilité thermique de l'austénite retenue est testée à partir de la trempe à l'azote liquide le la Z.A.C. de l'acier A simulé à 100 s. Les spectres Mössbauer de la figure 5.3 ne révèlent aucune transformation de l'austénite retenue en martensite. Avant et après trempe, les mesures de la quantité d'austénite retenue sont équivalentes et égales à 7 %. De plus les observations au microscope électronique en transmission confirment cette stabilité de l'austénite retenue après une trempe à l'azote liquide.

5.3.2 Stabilité mécanique

La stabilité mécanique de l'austénite retenue est déterminée par l'étude au microscope électronique en transmission des éprouvettes de traction rompues par choc. Les essais de traction ont été réalisés à la température de -196°C et à -10°C sur la Z.A.C. des aciers A et E simulées à 100 s et B simulée à 300 s.

L'ensemble des résultats est regroupé dans le tableau 5.1 où sont repris aussi la nature de la microstructure, la fraction volumique et la teneur en carbone de l'austénite retenue ainsi que la dureté du constituant "MA" déduite des résultats de MATSUDA F. (1990).

La figure 5.4 présente l'aspect typique de la martensite maclée dans les aciers A et B tractionnés par choc à -196°C .

Par opposition, la figure 5.5 montre la transformation en martensite massive (aiguilles de martensite) de l'austénite dans le cas de l'acier E rompu à -196°C .

5.4 Observations au microscope électronique à balayage

Ce paragraphe rapporte les observations des coupes perpendiculaires au faciès de rupture préalablement nickelé des éprouvettes de traction rompues par choc

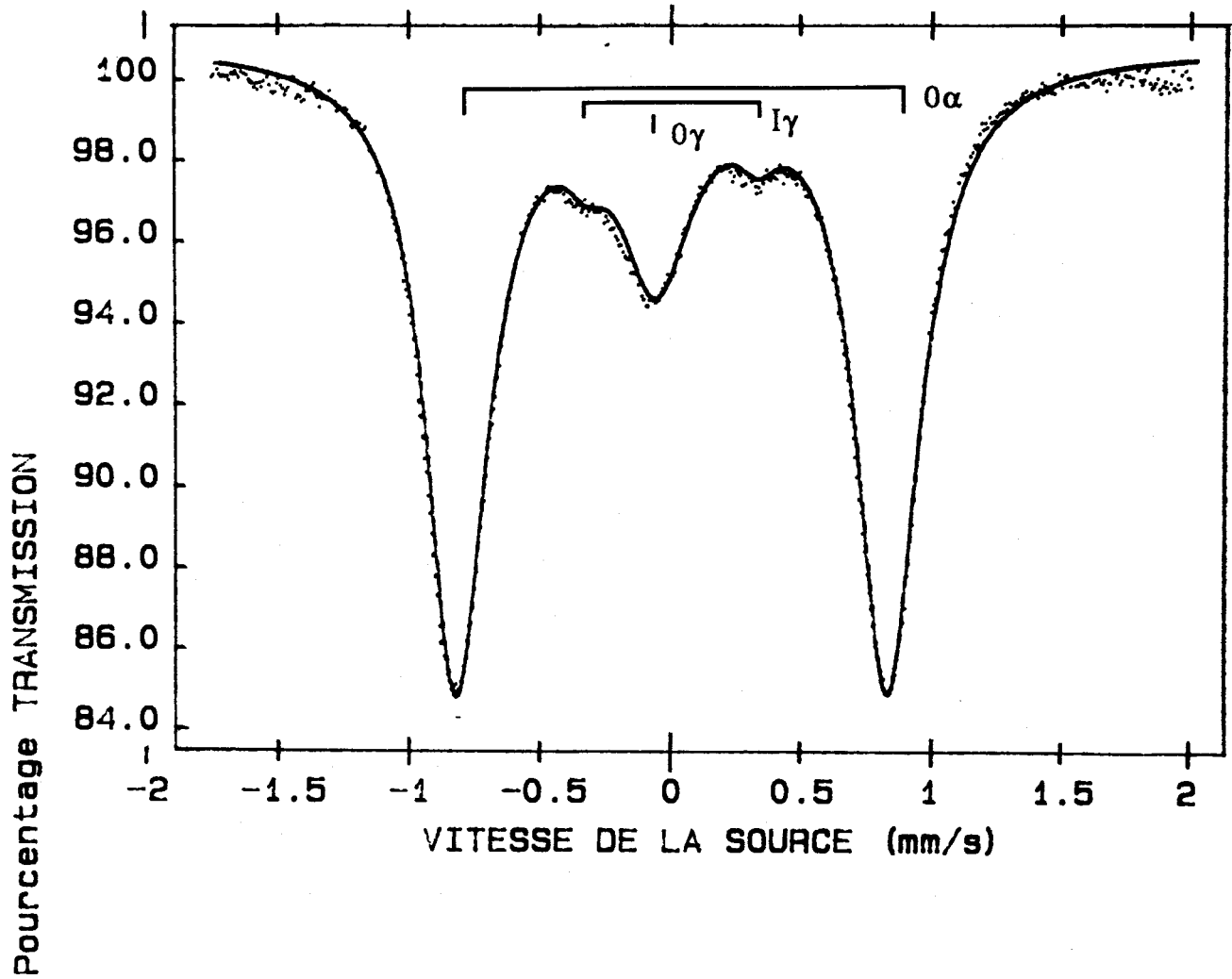
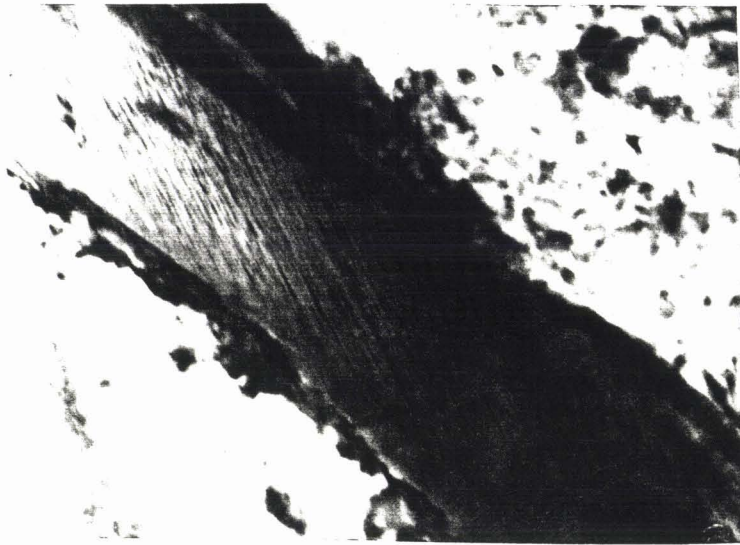


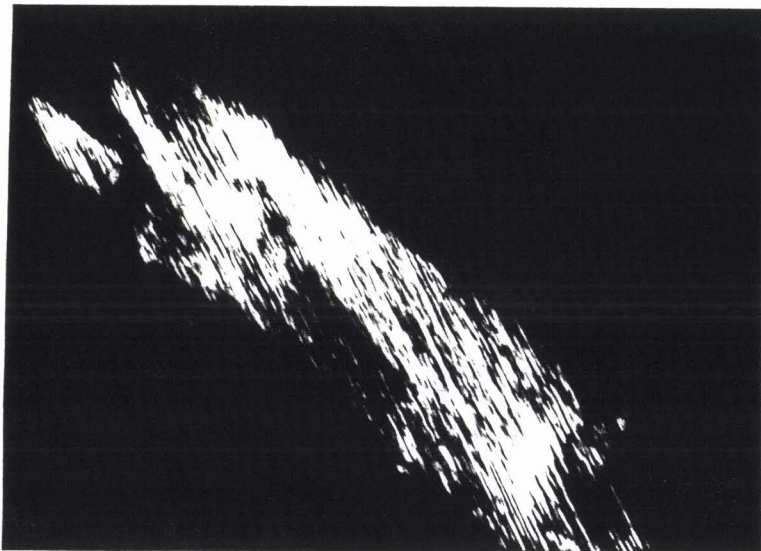
Figure 5 .3 : spectres Mössbauer de l'acier A pour la Gamme de vitesse ± 2 mm/s ($Dt(700,300) = 100$ s)

Champ clair



0,13 μm

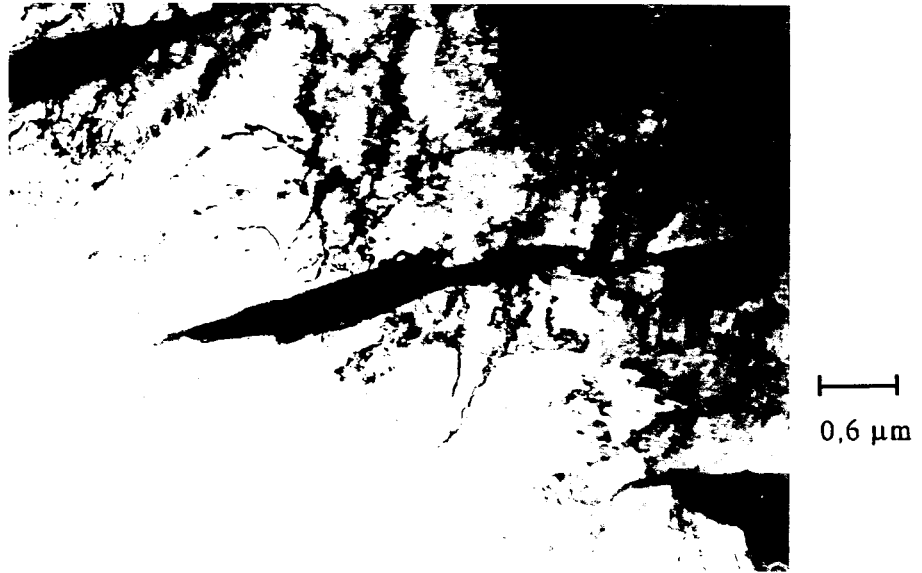
Champ sombre



0,13 μm

Figure 5 .4 : identification par microscopie électronique en transmission de la martensite maclée dans la ZAC de l'acier B tractionnée par choc à -196°C

Champ clair



Champ sombre



Figure 5 .5 : aspect de la transformation en martensite de l'austénite retenue dans la ZAC de l'acier E tractionnée par choc à -196°C

	A $\Delta t(700,300)=100s$	B $\Delta t(700,300)=300s$	E $\Delta t(700,300)=100s$	Striction	Faciès de rupture	Mécanisme de fissuration
Structure	50% B.L. 45% F.A. 5% F.P.	100% B.L.	45% B.L. 40% F.A. 15% F.P.	-	-	-
Fraction volumique de γ avant choc	7	8	3,2	-	-	-
Teneur en carbone de γ r	0,6	0,7	0,3	-	-	-
Nature du constituant "MA" après choc à -196°C	Martensite maculée	Martensite maculée	Martensite massive	0%	Clivage	Décohérences "MA"/Matrice
Hv 0,05 *	400	500	200	-	-	-
Nature du constituant "MA" après choc à -10°C	Uniquement les plus grosses particules sont maculées + celles en interpaquets	Martensite maculée	Non transformée en martensite	75%	Ductile à cupules	Décohérences "MA"/Matrice + Rupture du "MA"

* Estimation à partir de la teneur en carbone (MATSUDA F.)

Tableau 5.1 : résultats des essais de traction par choc et nature des particules de "MA".

A - 196°C, l'étude des 3 nuances montre la présence de décohésions à l'interface du "MA" et de la matrice ferritique (cf figure 5.6). Ces décohésions donnent parfois naissance à une fissure secondaire (cf figure 5.7). Il est à noter que les décohésions entre les particules de "MA" et la matrice ferritique se rencontrent le plus souvent dans les structures de type bainitique supérieure en lattes que dans la ferrite aciculaire.

A - 10°C, deux types de microfissures sont observées. Dans les zones non strictionnées, on retrouve le "MA" en décohésion avec la matrice ferritique. Dans les zones strictionnées, le "MA" est souvent rompu (cf figure 5.8)

5.5 Discussion des résultats

La discussion des résultats du chapitre 5 s'articule en deux temps. Dans une première partie, nous tenterons d'interpréter l'évolution de la microstructure pour ensuite étudier son influence sur la fissuration.

5.5.1 Microstructure

5.5.1.1 La taille de lattes

La croissance de la taille de lattes avec l'énergie de soudage (cf figure 5.1 et 5.2) s'explique par l'augmentation du temps de maintien à haute température qui favorise la croissance de la latte ferritique.

La taille importante des lattes de l'acier D est à relier à sa faible trempabilité qui implique une transformation de l'austénite à plus haute température.

L'augmentation plus faible de la taille des grains de ferrite aciculaire par rapport à la taille des lattes de bainite semble reliée à la désorientation des joints. Les joints de lattes sont en majorité à faible désorientation et donc plus mobiles que les joints des grains de ferrite aciculaire caractérisés par une plus forte désorientation.

5.5.1.2 Stabilité de l'austénite retenue

A - 196°C, les différents types de martensite (maclée ou massive) résultent des différences de teneur en carbone de l'austénite. Les observations effectuées dans les aciers A et C, respectivement à 0,7 %C et à 0,6 %C, vérifient les constatations de WAYMAN C.M. (1983) suivant lesquelles la martensite est maclée aux teneurs en carbone supérieures à 0,4 %. Toujours en accord avec la littérature, la martensite est en lattes dans l'acier E à 0,3 % de carbone.

A - 10°C, les différences de stabilité de l'austénite dans les 3 nuances s'expliquent à partir des variations de teneur en carbone, de morphologie et de taille des particules d'austénite et par la microstructure de la matrice.

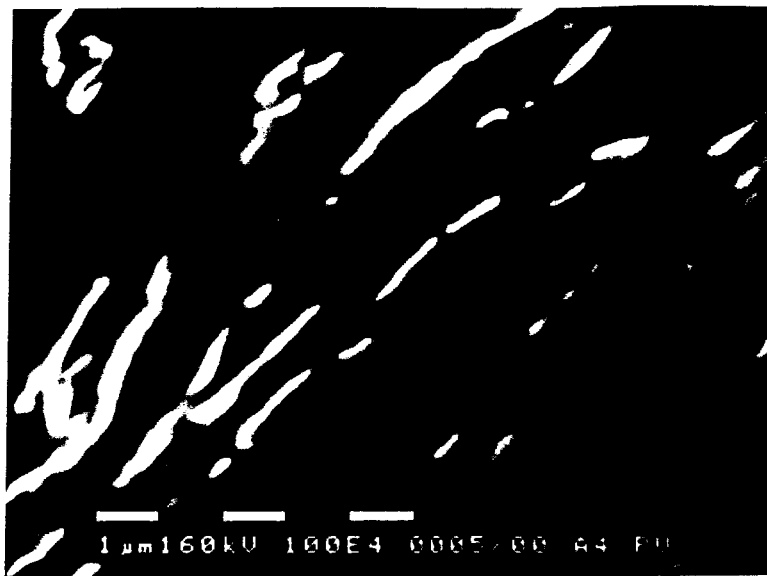
Les observations au microscope électronique à balayage de décohésions au contact des "MA" suggèrent le rôle d'obstacle à la déformation de la matrice de ce constituant. Les particules de "MA" exercent ainsi un rôle de concentrateur de contraintes. Cet effet est accru par la transformation en martensite du constituant "MA" qui devient plus dur.

A la lumière de ces résultats, il est possible de comprendre les différences de stabilité de l'austénite dans les 3 aciers à - 10°C.

La concentration de contraintes au voisinage de l'austénite sera d'autant plus marquée que la particule est plus résistante donc que sa teneur en carbone est élevée. De plus la résistance à la déformation d'une particule augmente avec sa dimension. Ces considérations expliquent les différences de comportement de l'austénite retenue dans les aciers A et E. La nuance E présente une austénite fine avec une teneur en carbone de 0,3 %. Cette austénite n'est pas transformée au cours de l'essai de traction par choc à - 10°C contrairement celle de l'acier A qui est massive et contient 0,6 % de carbone. Cette interprétation de la stabilité de l'austénite est en accord avec l'estimation de la dureté réalisée à partir d'une extrapolation des résultats de MATSUDA F. (1990) (cf figure 2.21) qui attribue une dureté de 200 Hv et 400 Hv au constituant "MA" respectivement dans les aciers E et A.

De plus, la concentration de contraintes sera plus élevée sur les particules d'austénite de forme allongée que sur celles de morphologie massive. Le phénomène s'explique par la morphologie des particules et par l'accommodation des déformations de la matrice qui est plus aisée avec une microphase de forme équiaxe que pour une particule de rapport de forme élevé du fait de l'anisotropie du système. La concentration des contraintes permet d'interpréter la transformation totale de l'austénite retenue en martensite dans la ZAC de l'acier B après traction par choc à - 10°C. Car la ZAC de l'acier B présente une microstructure totalement bainitique avec une austénite localisée aux joints des lattes.

Par ailleurs, les particules d'austénite situées aux points de rencontre entre paquets sont celles qui subissent le maximum de contraintes du fait de l'accommodation des déformations des paquets. L'importance de cette déformation explique la transformation totale en martensite au cours de la traction par choc à - 10°C de l'acier A.



a



b



c

Figure 5 .6 : aspect des décohésions entre le "MA" et la matrice ferritique après traction par choc à -196°C

- a) Acier A
- b) Acier B
- c) Acier E

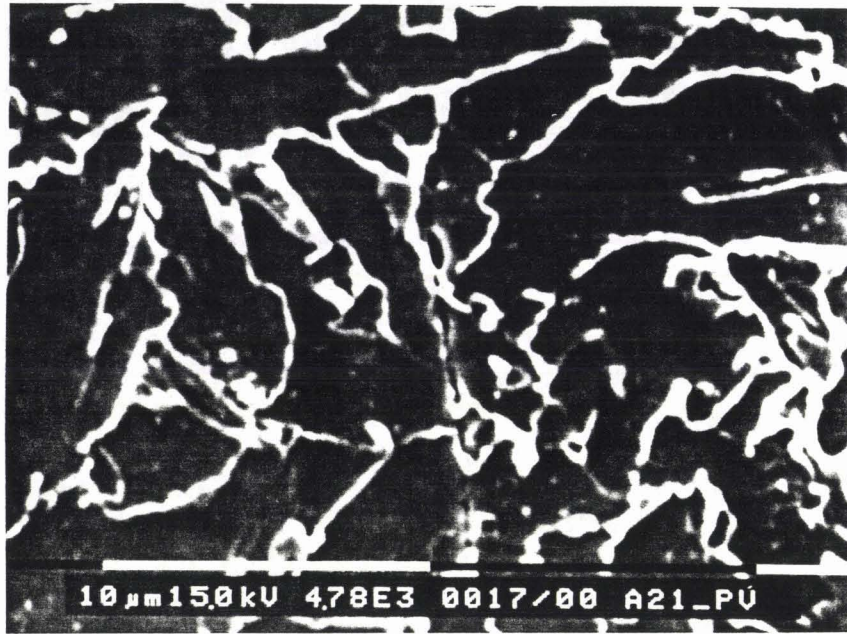


Figure 5 .7 : aspect des fissures secondaires dans la ZAC de l'acier A après traction par choc à -196°C

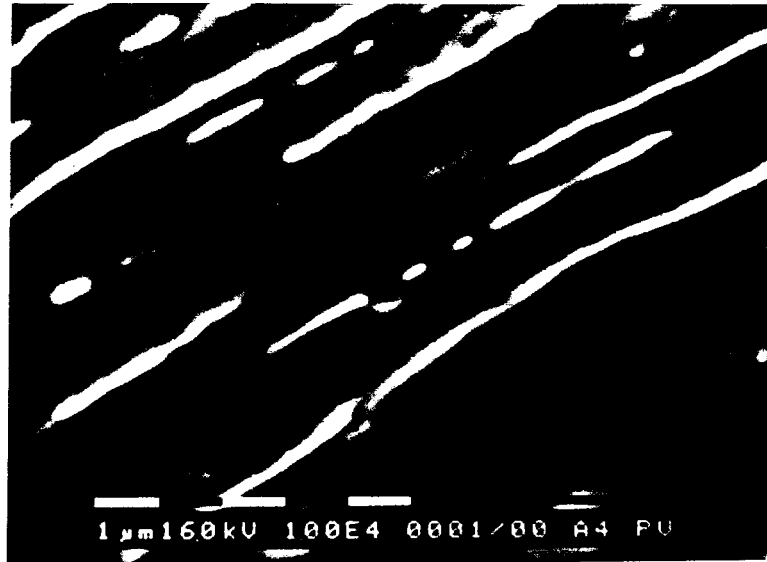


Figure 5 .8 : aspect des "MA" rompus dans la ZAC de l'acier A après traction par choc à -10°C

L'observation de "MA" rompus dans les zones strictionnées (cf figure 5.7) résulte de la plus forte déformation plastique dans cette zone qui est à l'origine de la rupture du constituant "MA".

5.5.2 Influence de la microstructure sur la fissuration

Les observations au microscope électronique à balayage conduisent à attribuer un rôle de concentrateur de contraintes au constituant "MA". Cet effet est accru par la morphologie allongée du "MA" et par l'accroissement de sa teneur en carbone qui augmente sa dureté.

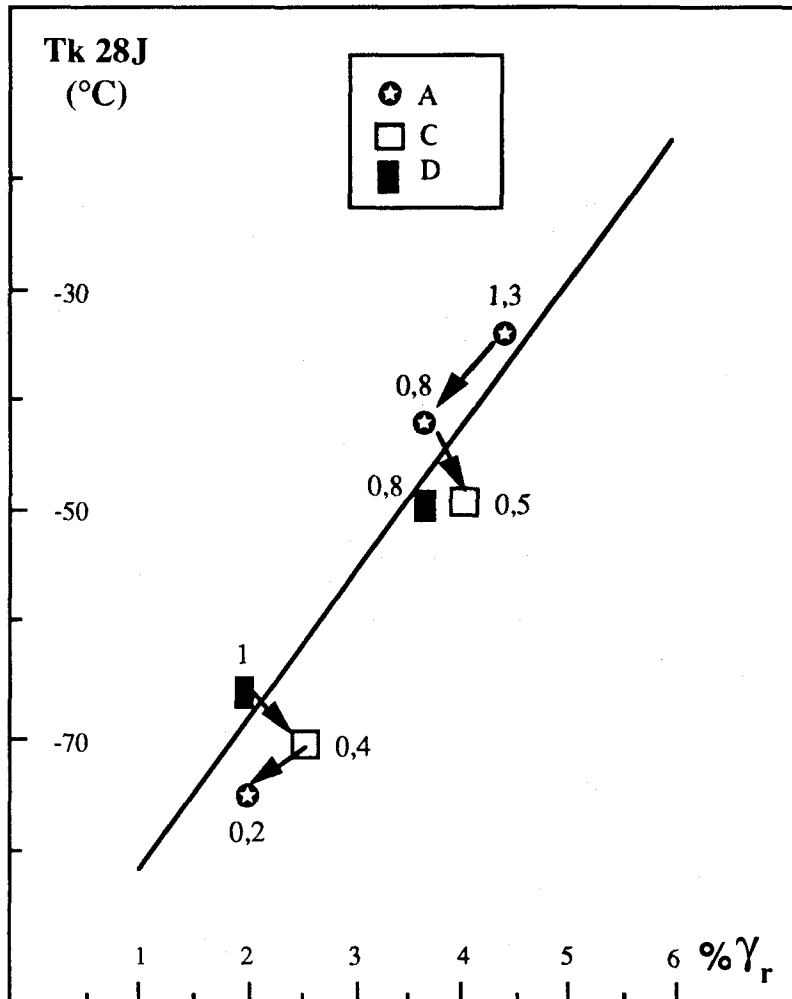
Les figures 5.9 et 5.10 permettent de comparer les influences relatives de la taille de lattes et du pourcentage d'austénite retenue sur la résilience de la Z.A.C. respectivement pour des structures en lattes (martensite/bainite) et équiaxe (ferrite aciculaire). La taille moyenne de lattes est reportée en micromètres au dessus de chaque point sur les figures 5.9 et 5.10. On remarque une tendance à la dégradation de la résilience avec l'augmentation de la taille de lattes.

L'influence nocive de l'augmentation de la taille de latte est plus visible sur les courbes de la figure 5.11 qui sont tracés à pourcentage d'austénite retenue constant. Les basses températures de résilience obtenues à moins de 1 % d'austénite retenue sont spécifiques à la coulée D qui présente la taille de lattes la plus importante. Ils montrent clairement l'influence prépondérante de l'austénite retenue.

Les régressions établies estiment l'effet de la taille de lattes à $+ 45^{\circ}\text{C}/\mu\text{m}$ et à $+ 80^{\circ}\text{C}/\mu\text{m}$ en Tk28 dans les cas respectifs de structures à dominante ferritique aciculaire et dans les structures en lattes.

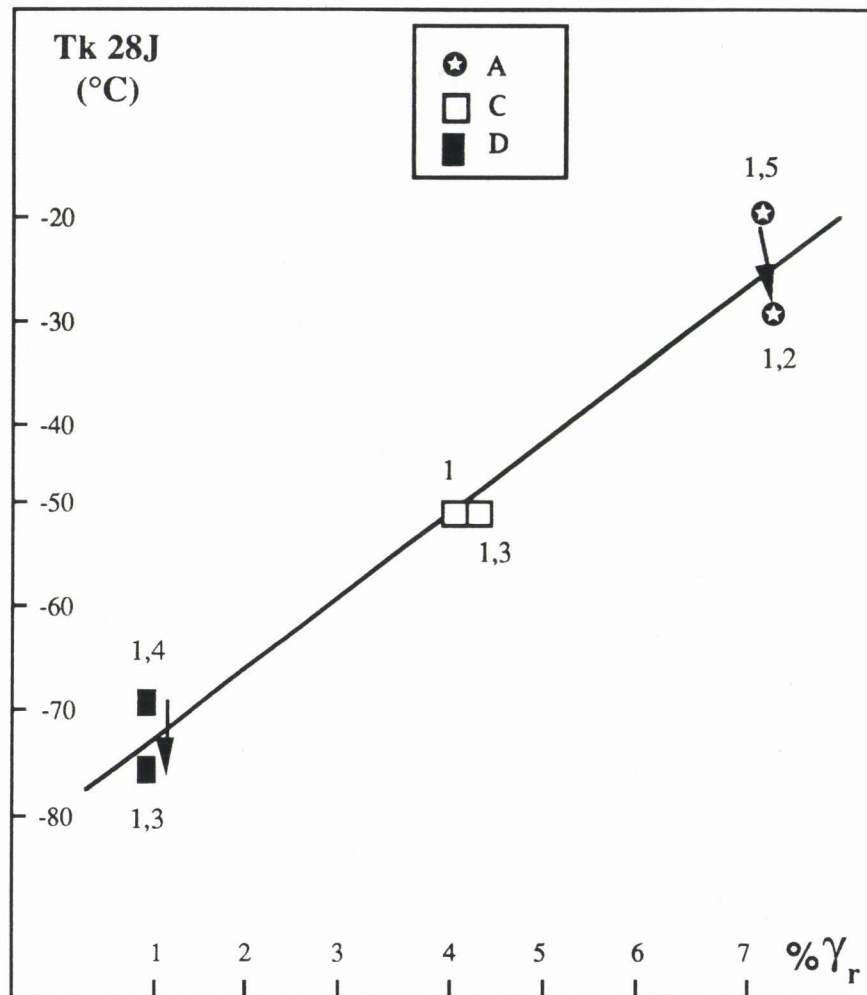
Cette différence de sensibilité s'explique par le changement de morphologie du "MA" (morphologie massive dans la ferrite aciculaire, morphologie allongée dans les structures en lattes) et par une différence d'accommodation plastique entre une structure en lattes et une structure équiaxe (ferrite aciculaire).

Ces observations sur l'influence de la taille de lattes expliquent l'effet bénéfique de la ferrite aciculaire sur la résilience de la Z.A.C.. Car l'augmentation de la teneur en ferrite aciculaire conduit à une diminution de la "taille de lattes" (cf figure 5.2).



Les flèches montrent l'effet de la taille de lattes
à teneur constante en austénite retenue

Figure 5.9 : influences comparées de la taille de lattes et de la fraction volumique d'austénite retenue sur la résilience de la ZAC, dans les structures en lattes



Les flèches montrent l'effet de la taille de lattes
à teneur constante en austénite retenue

Figure 5.10 : influences comparées de la taille de lattes de la fraction volumique d'austénite retenue sur la résilience de la ZAC, dans les structures ferritiques aciculaires

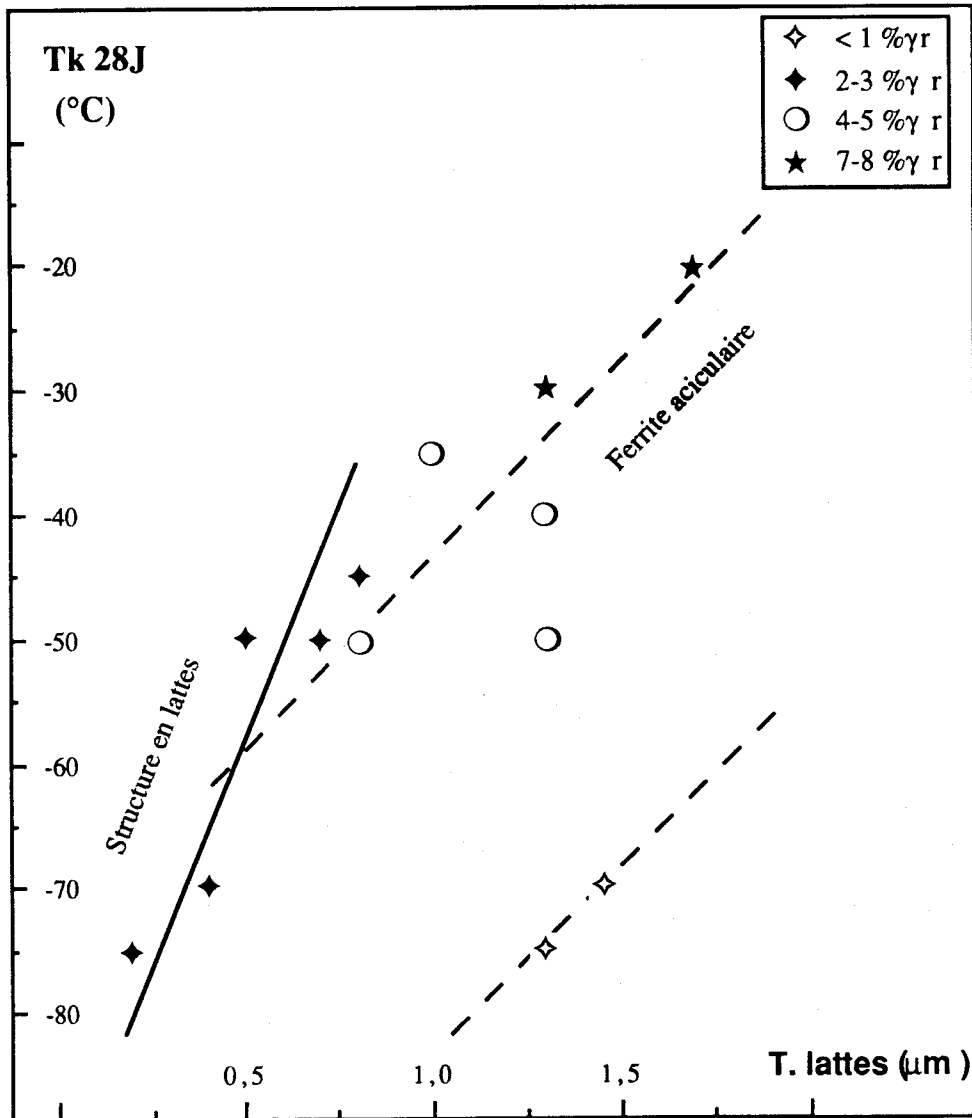


Figure 5.11 : influence de la taille de lattes sur le Tk28J à fraction volumique d'austénite retenue constante

5.6 Conclusion

Ce chapitre est relatif à l'étude du mécanisme de fragilisation induit par l'austénite retenue et à la détermination de l'influence de la taille de lattes sur la résilience.

L'étude en microscopie électronique en transmission des éprouvettes de traction rompues par choc montre qu'à -196°C l'austénite retenue se transforme totalement en martensite maclée ou massive, en fonction de sa teneur en carbone. Au contraire à -10°C , la possibilité de transformation en martensite de l'austénite retenue dépend de sa teneur en carbone, de la facilité d'accommodation des déformations liée au type de microstructure et de la dimension des particules. Ce phénomène est relié à l'intensité des concentrations de contraintes au voisinage de l'austénite.

Ce rôle de concentrateur de contraintes est révélé par les observations au microscope électronique à balayage de décohésions à l'interface "MA"/ferrite qui tendent à montrer que le "MA" constituant s'oppose à la déformation de la matrice ferritique. Cet effet est plus marqué pour une morphologie allongée, une dimension importante et pour une teneur élevée en carbone du constituant "MA".

Les corrélations entre la "taille de lattes" et la température de transition T_{k28J} établies à teneur en austénite constante montrent l'influence nocive de l'augmentation de la taille de lattes.

D'autres paramètres comme la taille de paquets restent toutefois à considérer afin de rendre compte plus entièrement de l'influence de la microstructure sur la fragilisation de la Z.A.C..

Références bibliographiques utilisées dans le chapitre 5

- **ANDREWS K.W.**
"Empirical formulae for the calculation of some transformation temperatures"
Journal of the Iron and Steel Institute, juillet 1965, pages 721 - 727

- **DESALOS Y., LAURENT R.**
"Microstructures et caractéristiques mécaniques d'aciers bainitiques à basse teneur en carbone"
Revue de métallurgie, février 1979, pages 73 - 107

- **EASTERLING K.E.**
"Introduction to the physical metallurgy of welding"
Butterworth Edt, 1983

- **KOO J.Y., OZEKCIN A.**
"Local brittle zone microstructure and toughness in structural steel weldments"
Proceeding du congrès "Welding metallurgy of structural steels", 1987, pages 119 - 135

- **MATSUDA F., LI Z., BERNASOUSKI P., ISHIHARA K., OKADA H.**
"An investigation on the behaviour of M.A. constituent in simulated HAZ of HSLA steels"
Osaka university report, doc. IX-B-1591, 1990

- **MAURICKX T.**
"Effets des éléments dispersoïdes (Ti, Nb) sur la microstructure de la zone affectée par la chaleur d'aciers microalliés et conséquences sur la résilience"
Thèse soutenue à Lille le 23 juin 1987

- **WAYMAM G.M.**
"Physical metallurgy II"
North Holland Physics Publishing, 1983, pages 1031 - 1074
Editeur CAHN R.W., HAASEN P.

CHAPITRE 6 : CONCLUSION GENERALE

La réalisation d'assemblages soudés avec un fort apport d'énergie est à l'origine de la mise au point de nouvelles nuances d'acier. L'analyse chimique et le mode d'élaboration permettent d'optimiser les alliages afin de répondre au cahier des charges du constructeur compte tenu du procédé de soudage disponible. La restriction la plus pénalisante consiste à assurer de bonnes propriétés de résilience dans la zone affectée par la chaleur sans diminuer les propriétés mécaniques du métal de base.

L'objectif de ce travail est de déterminer les influences de l'énergie de soudage et de l'analyse chimique des aciers sur la ténacité de la Z.A.C. en vue d'une optimisation du matériau. L'étude de la microstructure est un intermédiaire nécessaire à la compréhension métallurgique du problème.

L'étude préliminaire des Z.A.C. simulées de 3 nuances d'acier, à 0,1 % de carbone microalliés au titane et/ou au niobium, permet de considérer les influences de la taille de grains austénitiques, de la nature des phases, de l'azote en solution solide et de quantifier l'effet de l'austénite retenue sur la ténacité de la Z.A.C.. Les investigations sont conduites à partir des essais mécaniques Charpy V et CTOD. La caractérisation microstructurale est réalisée par microscopie optique, microscopie électronique en transmission, diffraction des rayons X et spectrométrie Mössbauer.

L'augmentation de l'énergie de soudage provoque une diminution de la dureté et de la ténacité dans la zone à gros grains austénitiques. Aux fortes énergies de soudage les plus faibles caractéristiques mécaniques sont obtenues pour l'acier microallié au niobium seul et les meilleures avec les nuances microalliées au titane. Dans le cas des aciers microalliés au titane, la microstructure évolue de la martensite à la ferrite aciculaire, en passant par les états bainitiques inférieurs et supérieurs en lattes. L'acier microallié au niobium reste entièrement bainitique supérieur en lattes à la plus forte énergie de soudage.

Les Z.A.C. simulées présentent une teneur non négligeable en austénite retenue qui augmente généralement avec l'énergie de soudage. Dans le cas particulier de l'acier au niobium cette teneur peut atteindre 8 %.

Les corrélations microstructure/propriétés mécaniques et l'interprétation microstructurale conduisent aux conclusions suivantes :

1. les variations de dureté dépendent des changements de phases.
2. la taille de l'ancien grain austénitique n'exerce pas une influence prépondérante sur la ténacité.
3. les variations des teneurs en azote en solution solide sont trop faibles et les modifications structurales trop importantes pour caractériser l'influence de cet élément sur la ténacité.
4. les plus mauvais comportements en résilience sont obtenus pour les structures bainitiques supérieures en lattes. Du fait de son effet trempant, le niobium privilégie la formation de cette structure avec pour conséquence une dégradation de la résilience.
5. la ferrite aciculaire est plus résiliente que la bainite supérieure en lattes. Cette étude montre que les précipités de nitrure de titane sont en relations d'orientation cristallographique de BAIN avec la ferrite et favorise la germination de la ferrite aciculaire.
6. l'austénite retenue a un effet prédominant et néfaste sur la résilience de la Z.A.C.. Cette influence se chiffre, pour le TK28J, à + 14°C et à + 8°C par pourcent d'austénite respectivement dans les structures en lattes et les structures à dominante ferritique aciculaire. Les essais CTOD et Charpy instrumenté permettent de cerner l'influence de l'austénite retenue qui favorise l'amorçage et la propagation de la fissure. La stabilisation de l'austénite retenue dans ce type d'acier résulte de la diffusion du carbone des zones ferritiques vers les plages austénitiques. Ainsi l'augmentation de la teneur en austénite retenu de la Z.A.C. avec l'énergie de soudage est consécutive à l'accroissement du temps de maintien dans le domaine biphasé austénite/ferrite. L'étude par dispersion d'énergie des rayons X sur lames minces ne décèle aucune autre variation en éléments d'addition (Mn, ...).

L'étude approfondie du mécanisme de fragilisation induit par l'austénite retenue est réalisée sur éprouvettes de traction rompues par choc aux températures de - 196°C et - 10°C. Les observations au microscope électrique en transmission montrent qu'à - 196°C l'austénite retenue se transforme totalement en martensite maclée ou massive, suivant sa teneur en carbone. A - 10°C seules les particules d'austénite de grande dimension et à teneur en carbone élevée (> 0,4 %) se transforment en martensite maclée. Ce phénomène s'explique par l'importance des concentrations de contraintes au voisinage de l'austénite.

Les observations au microscope électronique à balayage de décohésions à l'interface "MA"/ferrite vérifient le rôle de concentrateur de contraintes de ce microconstituent. Cette influence augmente pour une morphologie allongée et une teneur en carbone élevée du "MA".

La caractérisation de l'évolution de la taille de lattes avec l'énergie de soudage relie la croissance de la latte ferritique à l'augmentation du temps de maintien à haute température. Les corrélations entre "taille de lattes" et température de transition T_{k28J} établies à teneur en austénite constante concluent à l'influence nocive de l'augmentation de la taille de latte sur la résilience de la Z.A.C.. Le "MA" conserve toutefois une influence prépondérante.

A la lumière de cette étude, il reste à répondre à de nombreuses questions afin d'atteindre à la compréhension totale du comportement de ces nuances et de leur soudabilité.

Dans notre étude, les teneurs en azote en solution solide de la Z.A.C. sont faibles et varient peu avec l'énergie de soudage. De plus les modifications microstructurales importantes ne permettent pas de conclure sur l'influence de l'azote libre sur la ténacité. Toutefois la détermination de l'effet sur la résilience des très faibles teneurs en azote en solution solide, semble intéressante en vue d'une meilleure définition analytique des nuances.

Compte tenu de l'influence des nitrures de titane sur la germination de la ferrite aciculaire, il apparaît important de connaître l'influence de l'histoire thermo-mécanique de la tôle, sur la structure et la composition chimique des précipités. Il convient en particulier de déterminer l'effet de l'addition de niobium sur la germination de la ferrite aciculaire.

Ce mémoire montre que l'augmentation de la fraction volumique en austénite retenue et/ou de la taille de lattes conduit à une dégradation de la résilience de la Z.A.C.. Cependant il reste à considérer l'influence de la taille de paquets qui est généralement reconnue comme entité cristallographique ayant une influence importante sur la ténacité des structures bainitiques supérieures en lattes. Par suite, il paraît essentiel de déterminer l'incidence de l'analyse chimique des aciers (Ni, Mn, ...) sur la taille de paquets et la taille des lattes ferritiques.

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.

Ténacité de la soudure (métal fondu, Z.A.C)

La ténacité 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 ($\approx 600^{\circ}\text{C}$) 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 résistants 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 concentration de déformation plastique au niveau des joints de grains et ainsi une fissuration.

La corrosion

.....

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 sur oscilloscope par une courbe appelé "fractogramme".

La figure I.1 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 . Les observations de MAURICKX T. (1987) montrent 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).

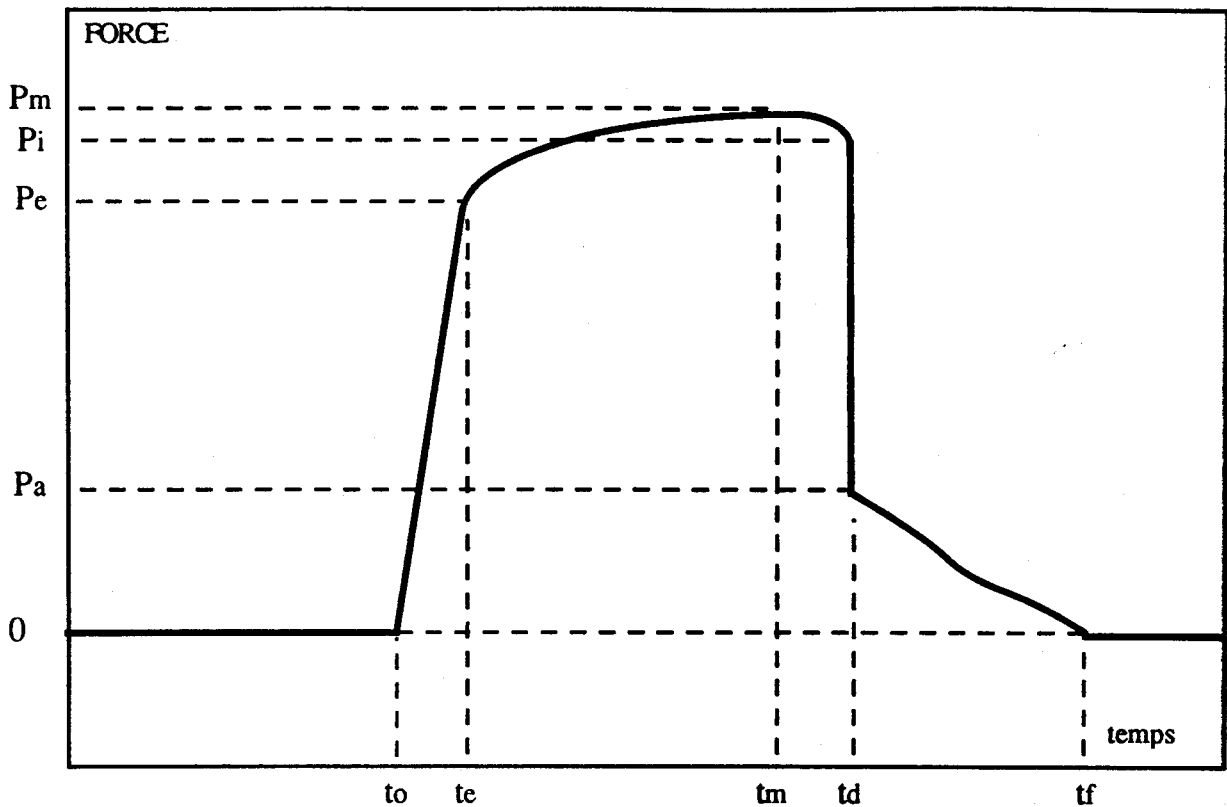


Figure II.1 : Fractogramme caractéristique d'un acier ferritique rompu dans la zone de transition

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 .

DEGRAEVE P. et TAILLARD R. (1985) ont montré que le passage de la courbe force-temps à la courbe force déplacement résulte de la modélisation de la vitesse de déplacement du couteau $V(t^*)$ en fonction du nombre t^* de périodes d'acquisition des données de l'oscilloscope. Ainsi le déplacement $X(t)$ se calcul à partir de l'intégrale suivante :

$$X(t) = T \int_{t_0}^t V(t^*) dt^* \quad (1)$$

$$\text{avec } T = \frac{1}{F} \quad \text{et } V(t^*) = 30,47 - 0,1015 \frac{K - S}{RU}$$

où

- . K : est l'énergie dissipée dans l'éprouvette au cours de la rupture
- . S : est la surface sous-tendue par la courbe force-temps jusqu'à l'instant t
- . RU : est la surface totale sous-tendue par la courbe force-temps
- . F : est la fréquence d'acquisition.

La connaissance du déplacement $x(t)$ permet la détermination de la courbe force-déplacement, qui permet le calcul des énergies d'amorçage (E_1) et de propagation de la fissure (E_2) par intégration (cf figure I2).

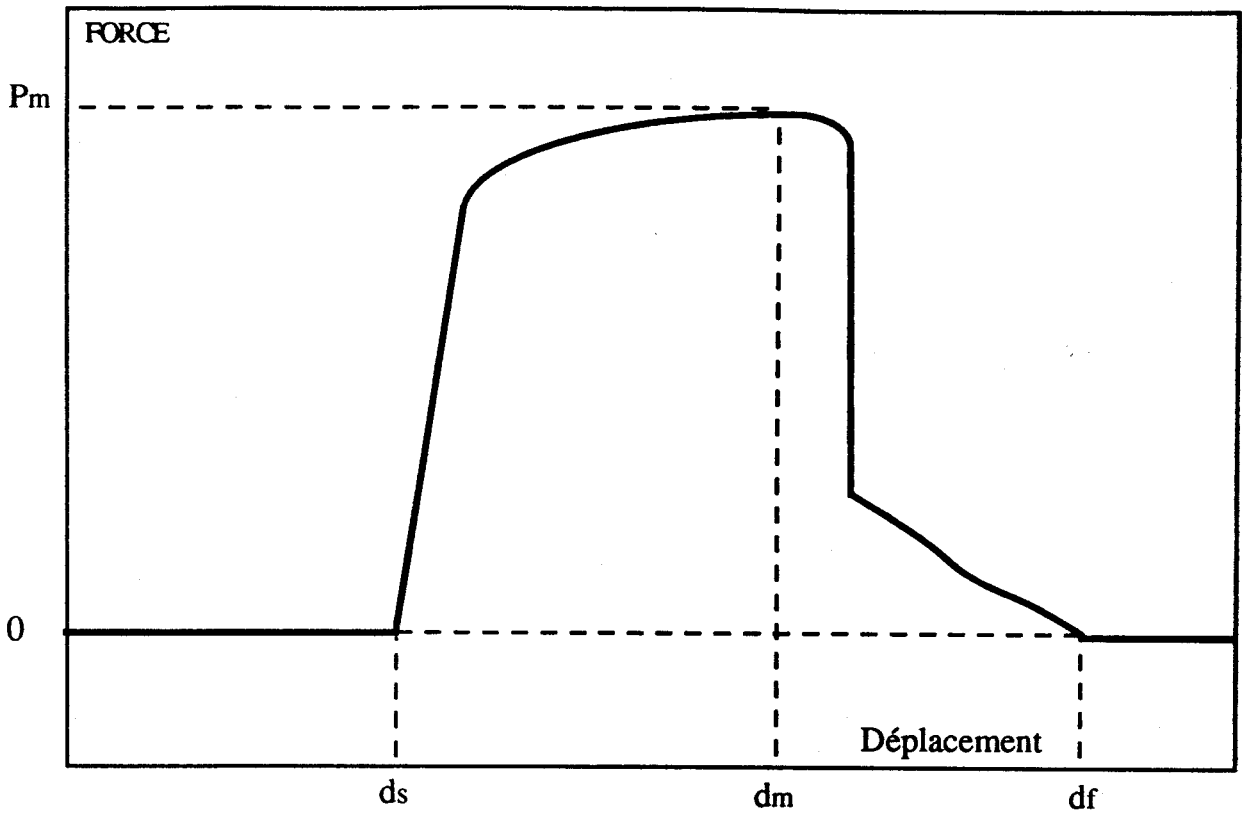


Figure II.2 : Fractogramme caractéristique d'un acier ferritique rompu dans la zone de transition

$$E1 = \frac{dm}{ds} P(x) dx$$

$$E2 = \frac{df}{dm} P(x) dx$$

Références bibliographiques utilisées dans l'annexe II
--

- **DEGRAEVE P., TAILLARD R.**

"Instrumentation d'un mouton-pendule de type Charpy conception et réalisation"
Rapport de contract "APIES" n° 85-04-018 N
Laboratoire de métallurgie, Villeneuve d'Ascq, 1985.

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

"Relation entre les caractéristiques microstructurale et la résilience des aciers de construction métallique"
Revue de métallurgie, 1977, pages 169 - 186

- **MAURICKX T.**

"Effets des éléments dispersoïdes (Ti, Nb) sur la microstructure de la Z.A.C d'aciers microalliés et conséquences sur la résilience"
Thèse de MAURICKX T. soutenue le 23 juin 1987 à Lille

- **SANZ G.**

"Propriété d'emploi des aciers - la rupture des aciers"
tome 1 : la rupture fragile
tome 2 : la mécanique de la rupture
Collection IRSID - OTUA

- **WULLAERT R.A.**

"Application of the instrumented Charpy impact test"
Impact testing of metals, ASTM STP 466, American Society for testing and Materials,
1970, pages 148 - 168

Microstructures de la zone affectée 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 III.1 et III.2 rassemblent les diverses structures, qui par similitude avec les phases mentionnées dans un diagramme T.R.C. se répartissent suivant 3 constituants principaux :

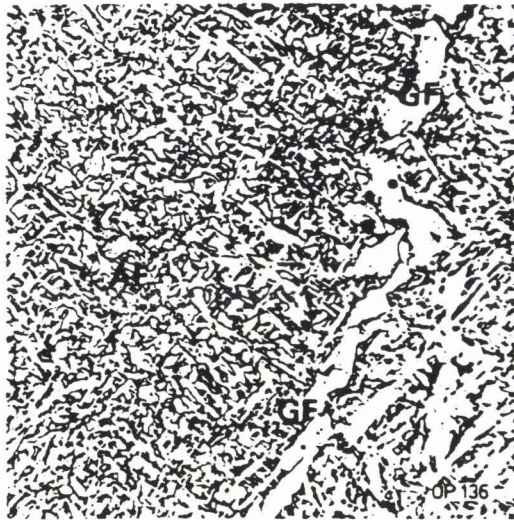
- la ferrite proeutectoïde
- la bainite
- la martensite

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



LEGENDE

20 μ mF = Ferrite
primaireGF = 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

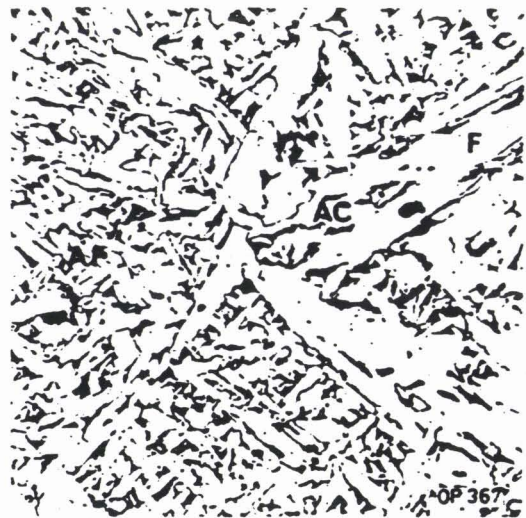
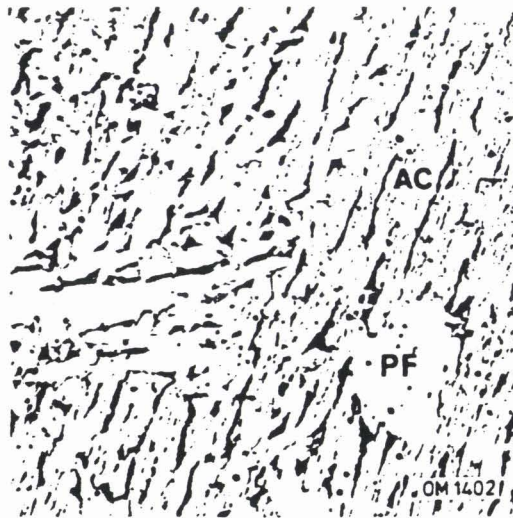
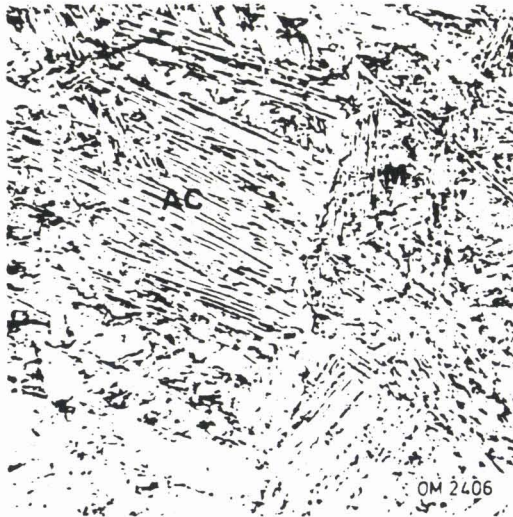
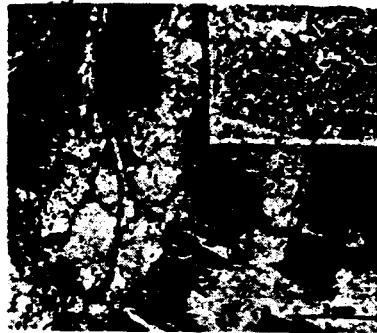


Figure III.1 : Exemple de constituants micrographiques (I.I.S 1985)
rencontrés dans le métal fondu



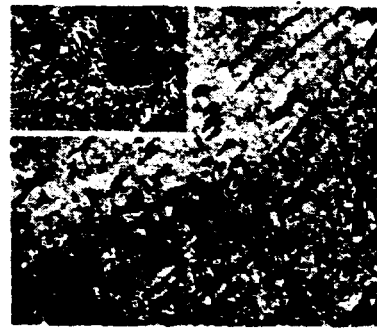
(a) ferrite and pearlite



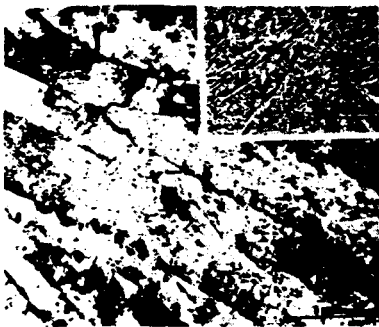
(b) Widmanstätten side plates and pearlite



(c) acicular ferrite (AF)



(d) periodic pearlite



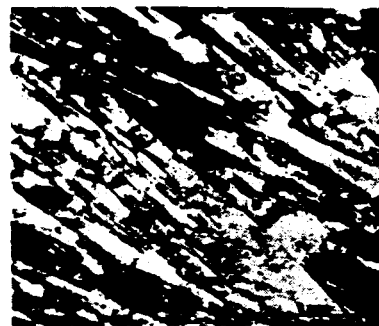
(e) upper bainite plus cementite



(f) upper bainite and retained austenite. (AC)



(g) lower bainite



(h) lath martensite (M)

Figure III.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 III.1, III.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 III.1, III.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 III.2 h)).

Références bibliographiques citées dans l'annexe III
--

- DUBE C.A., AARONSON H.I., MEHL R.F.

"La formation de la ferrite proeutectoïde dans les aciers au carbone"

Revue de Métallurgie, 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

Eléments de spectrométrie Mössbauer

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_0 tel que :

$$E_0 = E_e - E_i - E_r = h \frac{c}{\lambda} \quad (\text{IV.1})$$

où h est la constante de Planck, c la célérité de la lumière et λ la longueur d'onde du photon gamma. 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 Lamn-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 isométrique 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 isométrique

Le déplacement isométrique 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 IV.1.

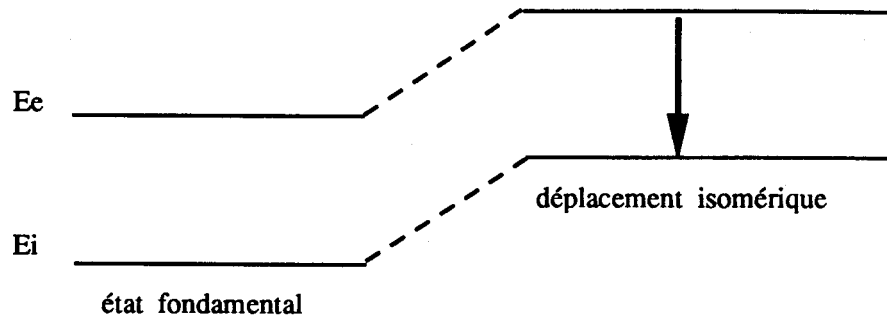


Figure IV.1 : Modification des niveaux d'énergie par le déplacement isométrique

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.

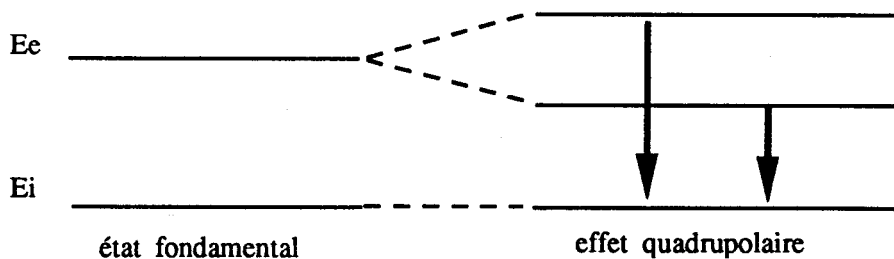


Figure IV.2 : Levée partielle de dégénérescence par l'effet quadrupolaire

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 IV.3 reproduit ce mécanisme dans le fer α .

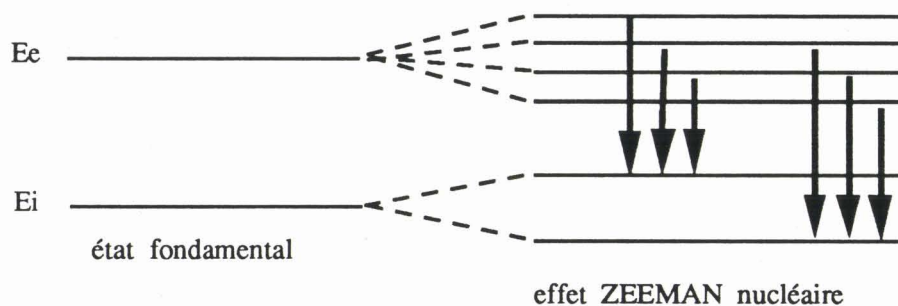


Figure IV.3 : Levée totale de dégénérescence par le champ magnétique pour le cas du ^{57}Fe .

Le respect des règles de transition autorise six 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 IV.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 :

$$\delta = \frac{V_1 + V_2 + V_5 + V_6}{4} \quad \text{mm.s}^{-1}$$

$$E_q = \frac{(V_6 - V_5) - (V_2 - V_1)}{4} \quad \text{mm.s}^{-1}$$

$$H = 31,13 (V_6 - V_1) \quad \text{kOe}$$

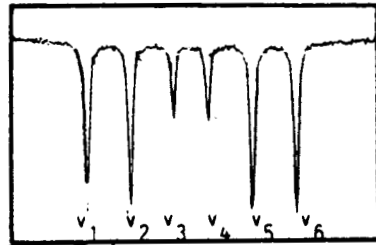


Figure IV.4 : Spectre Mössbauer du ^{57}Fe à température ambiante

Références bibliographiques utilisées dans l'annexe IV

- FOCT J., LE CAER G.

" Applications de la spectrométrie Mössbauer à la métallurgie"

Bulletin C.E.M., Vol. XIII, 1977, pages 381 - 429

- LE CAER G.

Communication privée

	Pages
1. INTRODUCTION.....	1
2. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....	5
2.1 Le cycle de soudage.....	5
2.1.1 L'apport d'énergie.....	5
2.1.2 Le transport de chaleur.....	6
2.1.3 Modifications structurales.....	9
2.2 Cycle thermique et métallurgique suivi le long de la ligne de fusion.....	10
2.2.1 Cas du soudage multipasses.....	12
2.2.2 Transformation de l'austénite au refroidissement.....	13
2.3 Influence de la microstructure sur la résistance à la rupture fragile de la Z.A.C.	16
2.3.1 Effet de la taille de grains efficace.....	17
2.3.2 Effet du "MAC"	21
2.3.2.1 Origine du "MAC"	21
2.3.2.2 Influence sur la résistance à la rupture fragile.....	25
2.4 Influence de l'analyse chimique sur la microstructure et la résistance à la rupture fragile de la Z.A.C.	28
2.4.1 Influence de l'azote.....	31
2.4.2 Influence du titane.....	33
2.4.3 Influence du niobium.....	39
2.5 Conclusion.....	44
Références bibliographiques citées dans le chapitre 2.....	45
3. MATERIAUX ET PROCEDURES EXPERIMENTALES	53
3.1 Métaux de base.....	53
3.1.1 Analyse chimique et élaboration.....	53
3.1.2 Caractéristiques mécaniques.....	54
3.1.3 Etude microstructurale des coulées industrielles.....	55

3.2 Modes opératoires.....	56
3.2.1 Simulation thermique.....	56
3.2.2 Essais mécaniques.....	57
3.2.3 Analyse structurale.....	61
Références bibliographiques citées dans le chapitre 3.....	63
4. INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE DE LA Z.A.C	64
4.1 Introduction.....	64
4.2 Comportement mécanique.....	64
4.2.1 Dureté.....	64
4.2.2 Essai Charpy classique et instrumenté.....	64
4.2.2.1 Températures de transition.....	64
4.2.2.2 Résultats propres à l'instrumentation.....	70
4.2.3 Essai C.T.O.D.....	70
4.2.4 Essais sur soudure réelle.....	73
4.3 Analyse microstructurale.....	74
4.3.1 Microscopie optique.....	74
4.3.2 Microscopie électronique en transmission.....	76
4.3.3 Etude de l'austénite retenue.....	81
4.3.3.1 Microscopie électronique en transmission.....	81
4.3.3.2 Diffraction des rayons X.....	82
4.3.3.3 Spectrométrie Mössbauer.....	82
4.3.4 Dosage en azote libre.....	88
4.3.5 Examen des faciès de rupture.....	89
4.4 Discussion des résultats.....	90
4.4.1 Croissance des grains et propriétés mécaniques.....	90
4.4.2 Relation dureté/microstructure.....	91
4.4.3 Influence de l'azote en solution solide sur la résilience de la Z.A.C.....	92
4.4.4 Fraction volumique d'austénite retenue/résilience.....	93
4.4.4.1 Stabilisation de l'austénite.....	93
4.4.4.2 Influence sur la résilience.....	94

4.4.5	Corrélation microstructure/résilience.....	96
4.4.5.1	La microstructure.....	96
4.4.5.2	Influence sur la résilience.....	101
4.5	Conclusion.....	103
Références bibliographiques citées dans le chapitre 4.....		105
5. INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE SUR LA FRAGILISATION DE LA Z.A.C.....		
5.1	Introduction.....	109
5.2	La taille de lattes.....	109
5.3	Stabilité thermique et mécanique de l'austénite retenue.....	112
5.3.1	Stabilité thermique.....	112
5.3.2	Stabilité mécanique.....	112
5.4	Observations au microscope électronique à balayage.....	112
5.5	Discussion des résultats.....	115
5.5.1	Microstructure.....	115
5.5.1.1	La taille de lattes.....	115
5.5.1.2	Stabilité de l'austénite retenue.....	115
5.5.2	Influence de la microstructure sur la fissuration.....	117
5.6	Conclusion.....	121
Références bibliographiques citées dans le chapitre 5.....		122
6. CONCLUSION GENERALE.....		
Annexes.....		127



RESUME

Dans les structures soudées avec un fort apport d'énergie, la zone affectée par la chaleur (Z.A.C.) présente généralement les plus faibles caractéristiques de résistance à la rupture fragile.

L'objectif de ce travail est de déterminer les influences de l'énergie de soudage et de l'analyse chimique des aciers sur la ténacité de la Z.A.C.. L'étude de la microstructure est un intermédiaire nécessaire à la compréhension métallurgique du problème.

L'évolution microstructurale avec l'énergie de soudage s'interprète à partir de l'analyse chimique des aciers et en particulier à partir des teneurs en titane, et niobium.

Les investigations en microscopie optique, microscopie électronique en transmission et spectrométrie Mössbauer, sur trois nuances d'aciers microalliés au titane et/ou au niobium, mettent en évidence l'effet prédominant et néfaste de l'austénite retenue sur la ténacité de la Z.A.C.. Nous démontrons que la stabilisation de ce microconstituant résulte de son enrichissement en carbone. La baisse de ténacité s'interprète par le rôle de concentrateur de contraintes du constituant "MA". La transformation martensitique, au cours du choc, de l'austénite retenue est reliée à sa morphologie, à sa teneur en carbone et à la plasticité de la matrice. L'augmentation de la taille de lattes a également une influence nocive sur la résilience de la Z.A.C.. Ces deux paramètres expliquent l'évolution de la résilience de la Z.A.C. avec la microstructure.

MOTS CLES: Acier faiblement allié - Austénite retenue - Microstructure - Titane - Niobium - Résilience - Soudage - Zone affectée par la chaleur