



HAL
open science

**Couplage de techniques de microscopies électroniques,
mesures de champs et calculs pour l'étude de l'influence
des paramètres microstructuraux sur l'amorçage de
fissures en corrosion sous contrainte.**

E. Chaumon, E. Heripré, M. Sennour, C. Duhamel, C. Guerre, I. de Curières,
J. Crépin

► **To cite this version:**

E. Chaumon, E. Heripré, M. Sennour, C. Duhamel, C. Guerre, et al.. Couplage de techniques de microscopies électroniques, mesures de champs et calculs pour l'étude de l'influence des paramètres microstructuraux sur l'amorçage de fissures en corrosion sous contrainte.. Colloque ' La métallurgie, quel avenir!' bicentenaire de l'Ecole des Mines de Saint Etienne, Jun 2016, Saint Etienne, France. cea-02442295

HAL Id: cea-02442295

<https://cea.hal.science/cea-02442295>

Submitted on 16 Jan 2020

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

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

Couplage de techniques de microscopies électroniques, mesures de champs et calculs pour l'étude de l'influence des paramètres microstructuraux sur l'amorçage de fissures en corrosion sous contrainte.

E. Chaumon^{1,2,3}, E. Héripré^{3,*}, M. Sennour², C. Duhamel²,
C. Guerre¹, I. de Curières⁴, J. Crépin²

¹ CEA, DEN, DPC, SCCME, Laboratoire d'Etude de la Corrosion Aqueuse, 91191 Gif-sur-Yvette

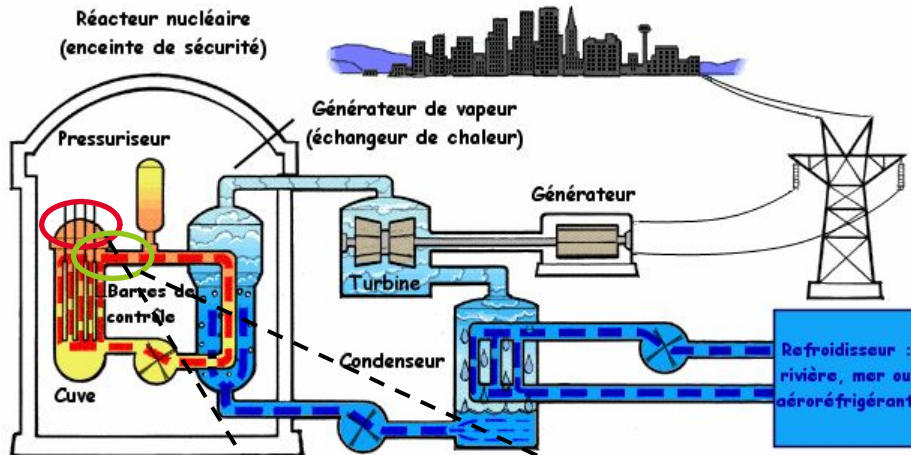
² Centre des Matériaux, MINES Paris Tech, CNRS UMR 7633, BP 87, 91003 Evry

³ LMS, Ecole Polytechnique, CNRS, Université Paris-Saclay, 91128 Palaiseau

⁴ IRSN, Institut de Radioprotection et de Sûreté Nucléaire, BP 17, 92262 Fontenay-aux-Roses

*maintenant à : MSSMat, CentraleSupélec, CNRS, Université Paris-Saclay, 92290 Châtenay-Malabry

Contexte général



[IRSN]

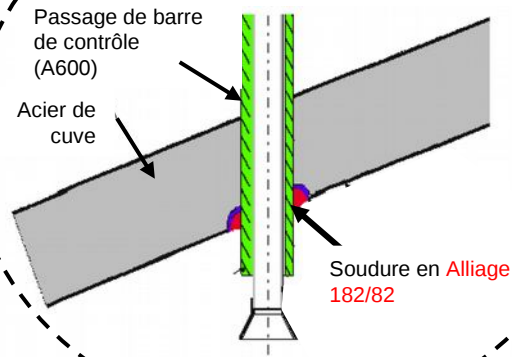
- Prolongation de la durée d'exploitation des Réacteurs à Eau Pressurisée (REP)

- Composants assemblés par soudage

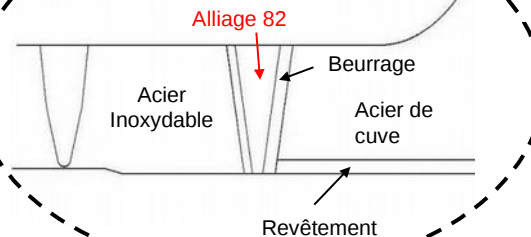
- Circuit primaire

- Soudures en alliage à base de nickel pour les liaisons bi-métalliques (bonne résistance à la corrosion à haute température, bonne soudabilité, coefficient de dilatation thermique compatible avec métaux de base)

Représentation d'une liaison bi-métallique de sortie de couvercle de cuve [Duisabeau2010]



Représentation d'une liaison bi-métallique de sortie de cuve



La CSC de l'Alliage 82 : ce que l'on sait.

Retour d'expérience établi en 2007 sur la fissuration en CSC dans les soudures en alliages à base de nickel [EPRI2007] :

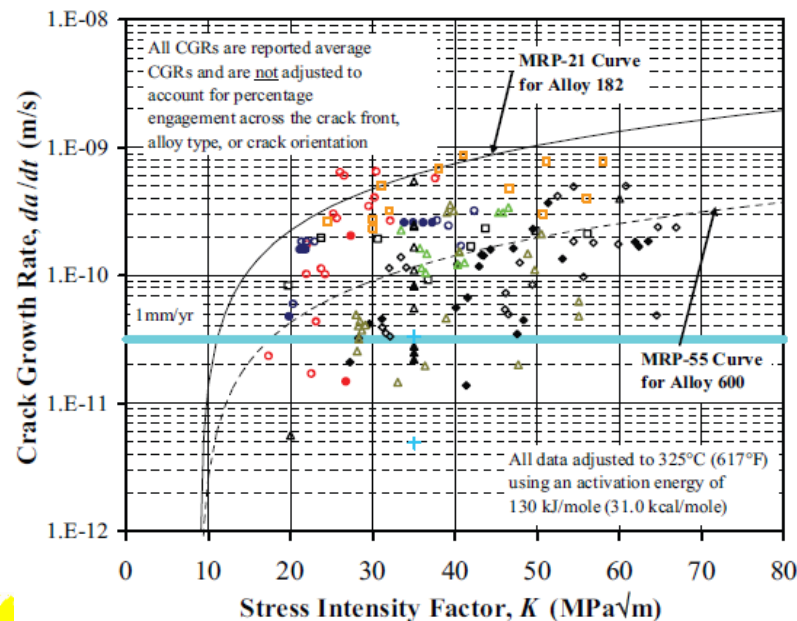
3 cas sur 300 concernent l'Alliage 82 (NiCr20Mn3Nb) sur des soudures non traitées thermiquement.

■ Fissuration intergranulaire observée en milieu primaire [Scott2005] et en milieu vapeur d'eau hydrogénée [Buisine1994]

■ Etudes d'amorçage

- Temps à l'amorçage en milieu primaire : de 1600 h à >6500 h à 360 °C en fonction de la nuance d'A82 et des conditions d'essai [Buisine1994][Vaillant2007]
- Energie d'activation apparente d'amorçage : 185 kJ/mol [Amzallag2001][Pathania2002]

■ Etudes sur la propagation



[White2005]
d'après
[EPRI2007]

➔ Dispersion des résultats

La CSC de l'Alliage 82 : les questions qui se posent

Quels sont les joints
de grains qui fissurent ?

Quels sont les paramètres
les plus critiques dans la
corrosion sous contrainte
de l'A82 ? La chimie ?
La mécanique ?

Pourquoi une meilleure tenue
à la CSC avec un traitement
thermique ?

La CSC de l'Alliage 82 : les questions qui se posent

Quels sont les joints de grains qui fissurent ?

Quels sont les paramètres les plus critiques dans la corrosion sous contrainte de l'A82 ? La chimie ? La mécanique ?

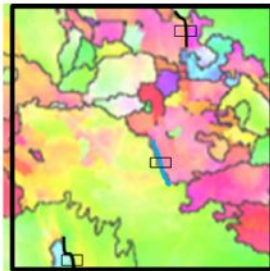
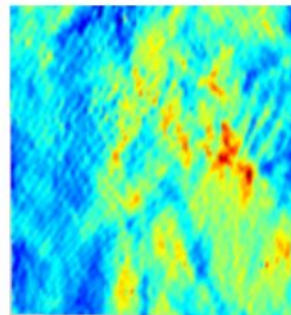
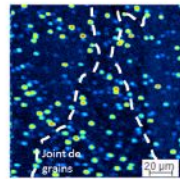
Pourquoi une meilleure tenue à la CSC avec un traitement thermique ?

cm²

0,01 – 1 mm²
(taille du champ)

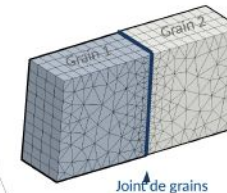


Essais d'amorçage en CSC



Mesures de champs cinématiques / chimiques / cristallographiques

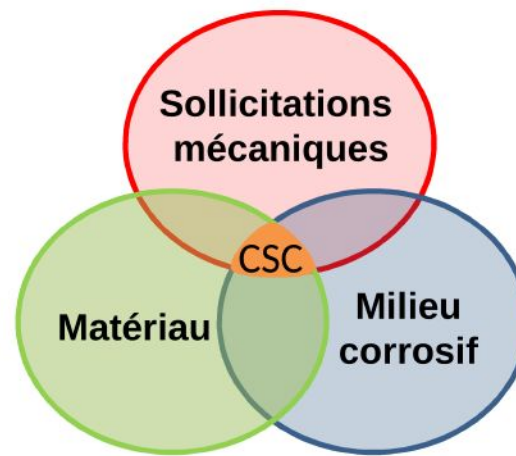
200 µm²



La CSC :

qu'est-ce que c'est ? Notre étude.

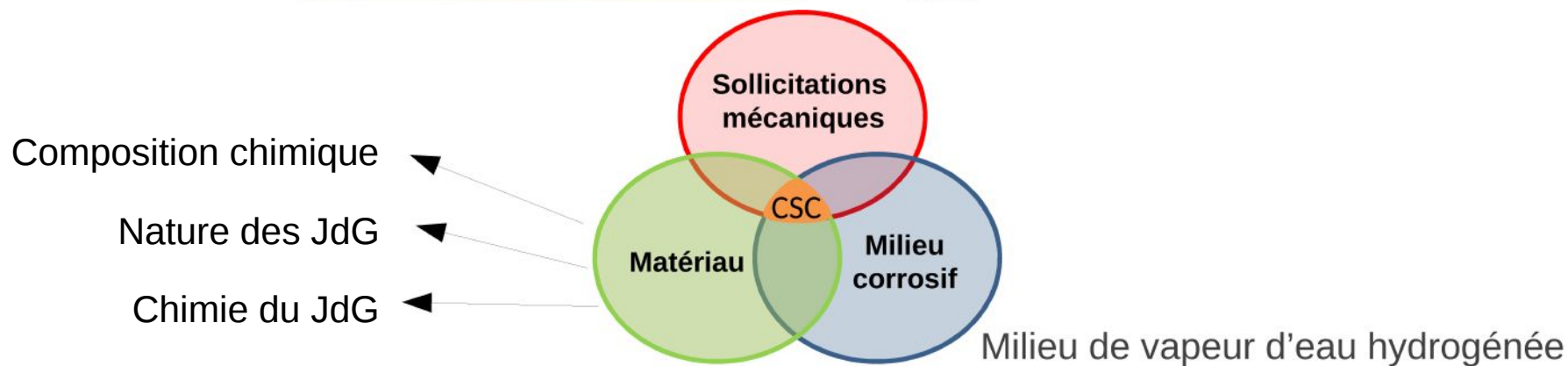
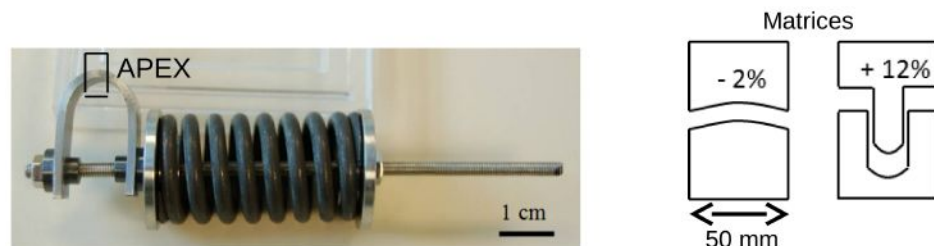
La Corrosion Sous Contrainte : mode principal de dégradation des composants dans les REP



La CSC :

qu'est-ce que c'est ? Notre étude.

La Corrosion Sous Contrainte : mode principal de dégradation des composants dans les REP



→ 26 éprouvettes :

- Composition chimique (A/B)
- Etat métallurgique (BS/TT)
- Plan de prélèvement (TL/TS)
- Trajet de chargement (direct/complexe)
- Etat de surface (1µm/OPS/grenailé)

Conditions	
Température	400 °C
Pression totale	188 bar
Pression partielle d'hydrogène	0,7 bar

Le matériau : A82

2 compositions chimiques

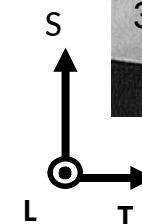
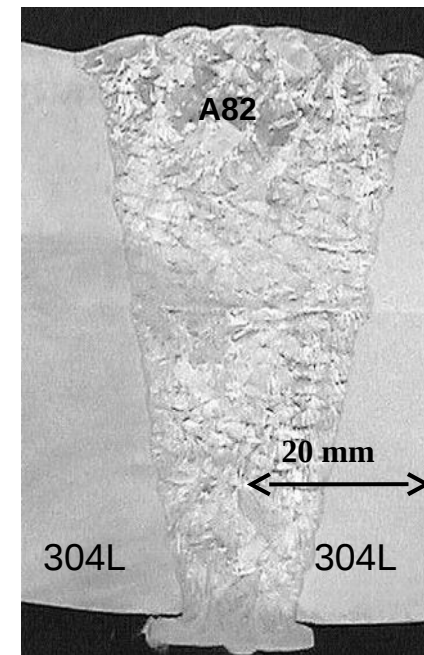
	C	Si	Mn	P	S	Cu	Mo	Ni	Cr	Co	Nb	Ti	Fe
RCC-M	<0,1	<0,5	2,5/3,5	<0,03	<0,015	<0,5	-	>67	18/22	<0,1	2/3	<0,75	<3
Moule A	0,014	0,17	2,88	0,002	0,017	<0,01	0,05	72,9	18,15	0,01	2,83	<0,01	2,3
Moule B	0,025	0,07	2,57	0,004	<0,001	<0,01	-	71,7	19,12	0,04	2,41	0,1	3,07

2 états métallurgiques :

Moule	Procédé de soudage	Etat métallurgique
Moule A	FCAW * MIG/MAG	Brut de soudage
Moule B	GTAW ** TIG	Brut de soudage
Moule B^{TT}		Traité thermiquement à 600 °C pendant 7 h

* Flux Cored Arc Welding, Metal Inert Gas /Metal Active Gas fil fourré)

** Gas Tungsten Arc Welding, Tungsten Inert Gas

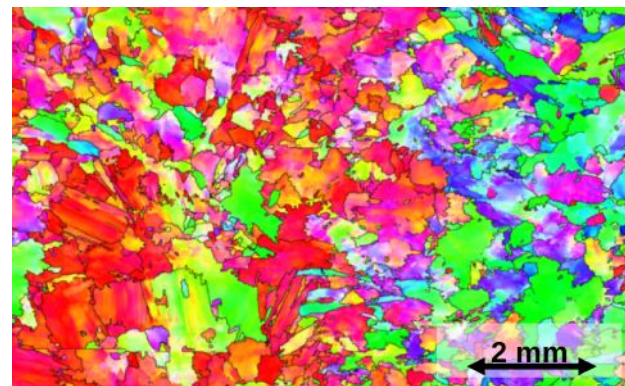
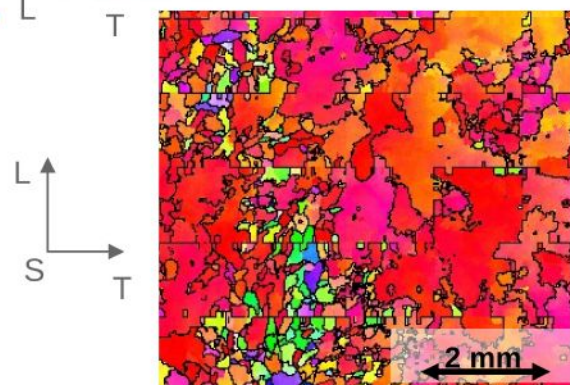
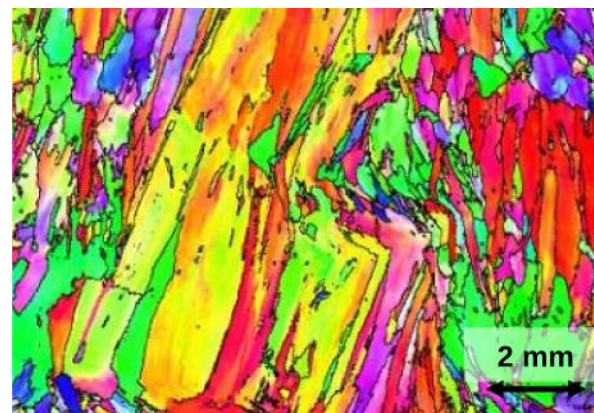
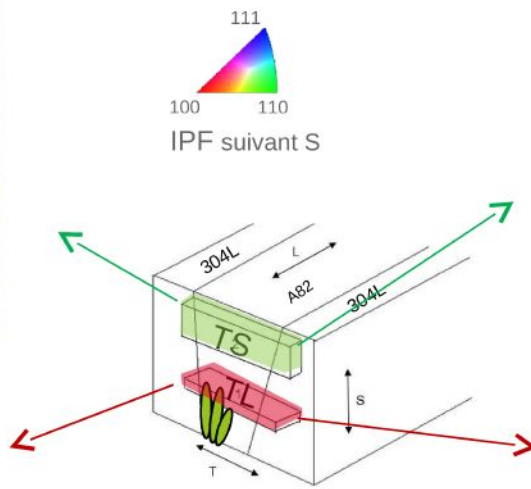
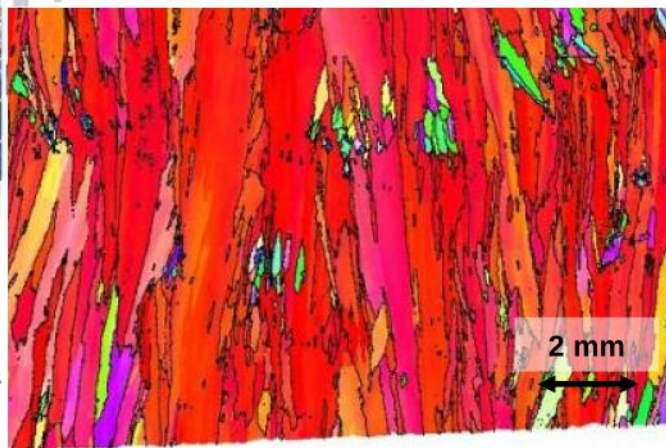


Soudure multipasses en V

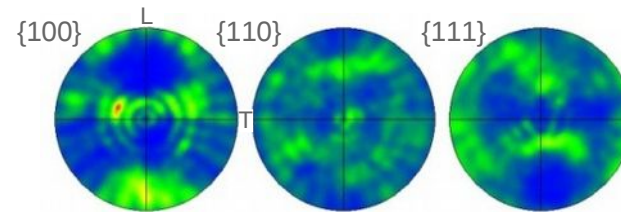
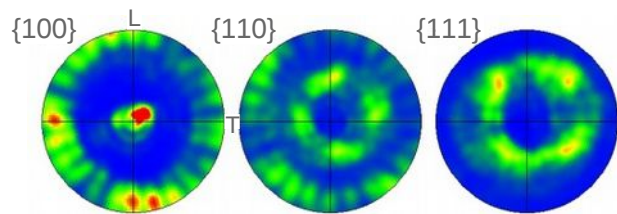
Moule A : 18 % chrome, FCAW

Le matériau

Moule B : 19 % chrome, GTAW

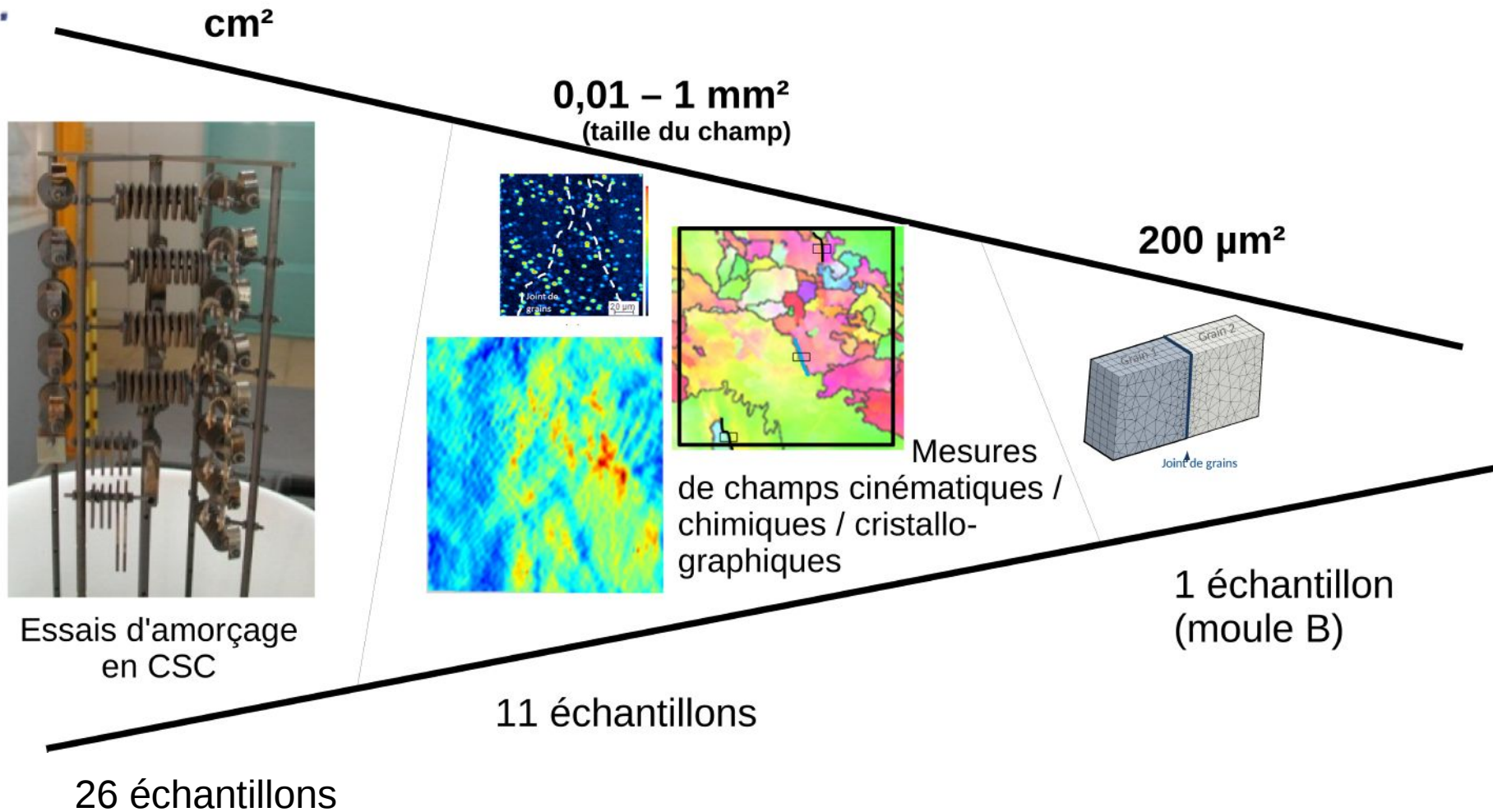


	Moule A	Moule B
Joints de grains généraux (HAGB)	≈90 %	≈88 %
Joints de grains spéciaux (CSL)	≈10 %	≈12 %

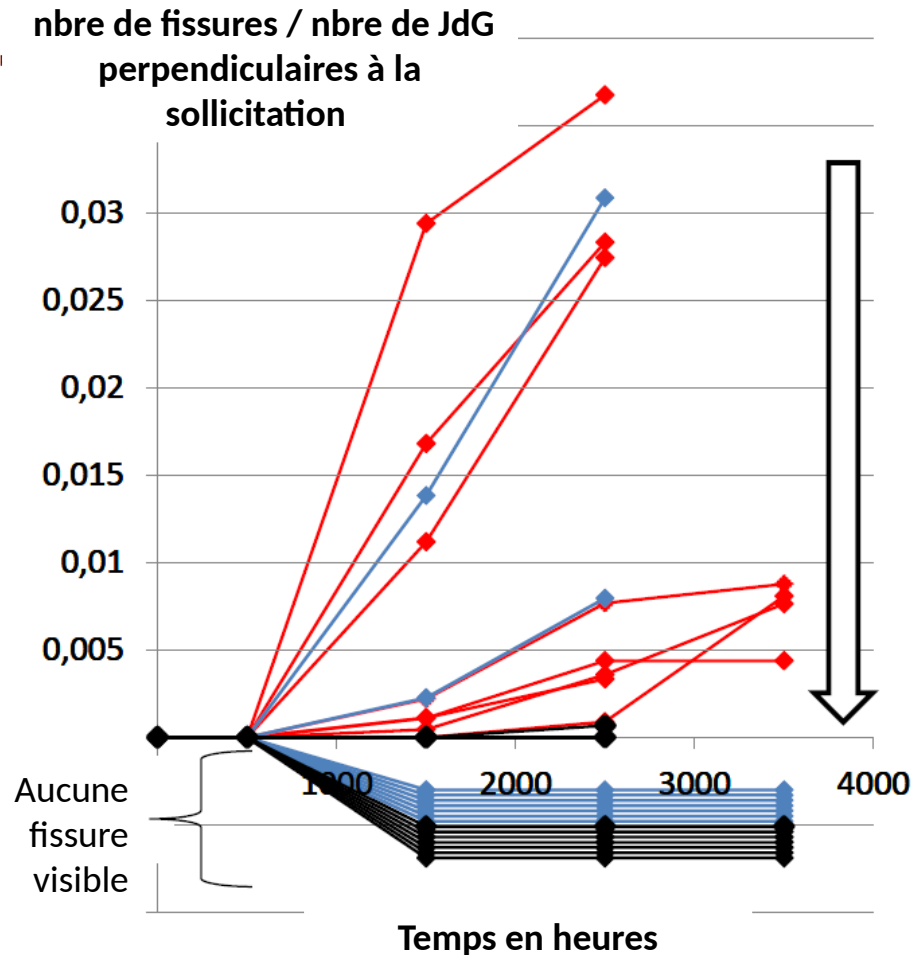


- Morphologie : **taille de grain hétérogène** + les grains sont allongés suivant la direction S
- Texture cristallographique plus marquée pour le Moule A que pour le Moule B
- Volume élémentaire représentatif → cm³

La CSC de l'Alliage 82 : Démarche



Les résultats des essais “macro”



- Moule A : A82 18 %Cr, FCAW, brut de soudage
- Moule B : A82 19 %Cr, GTAW, brut de soudage
- Moule B^{TT} : A82 19 %Cr, GTAW, détensionné 7 h à 600 °C

- **Moule A** plus sensible à l’amorçage de fissures de CSC que le **Moule B**

- **Moule B** plus sensible à l’amorçage de fissures de CSC que le **Moule B^{TT}**

Quelques observations :

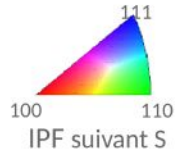
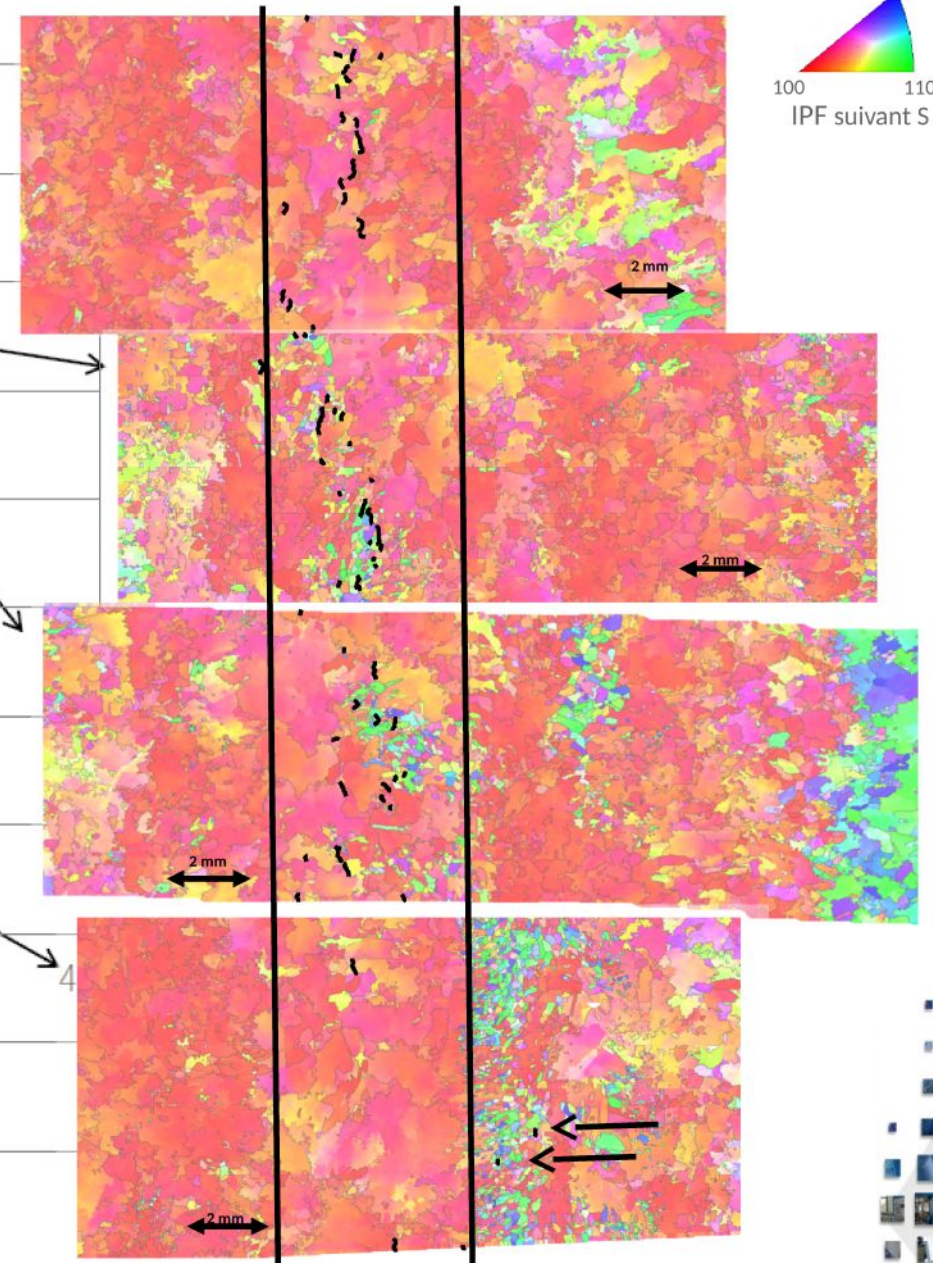
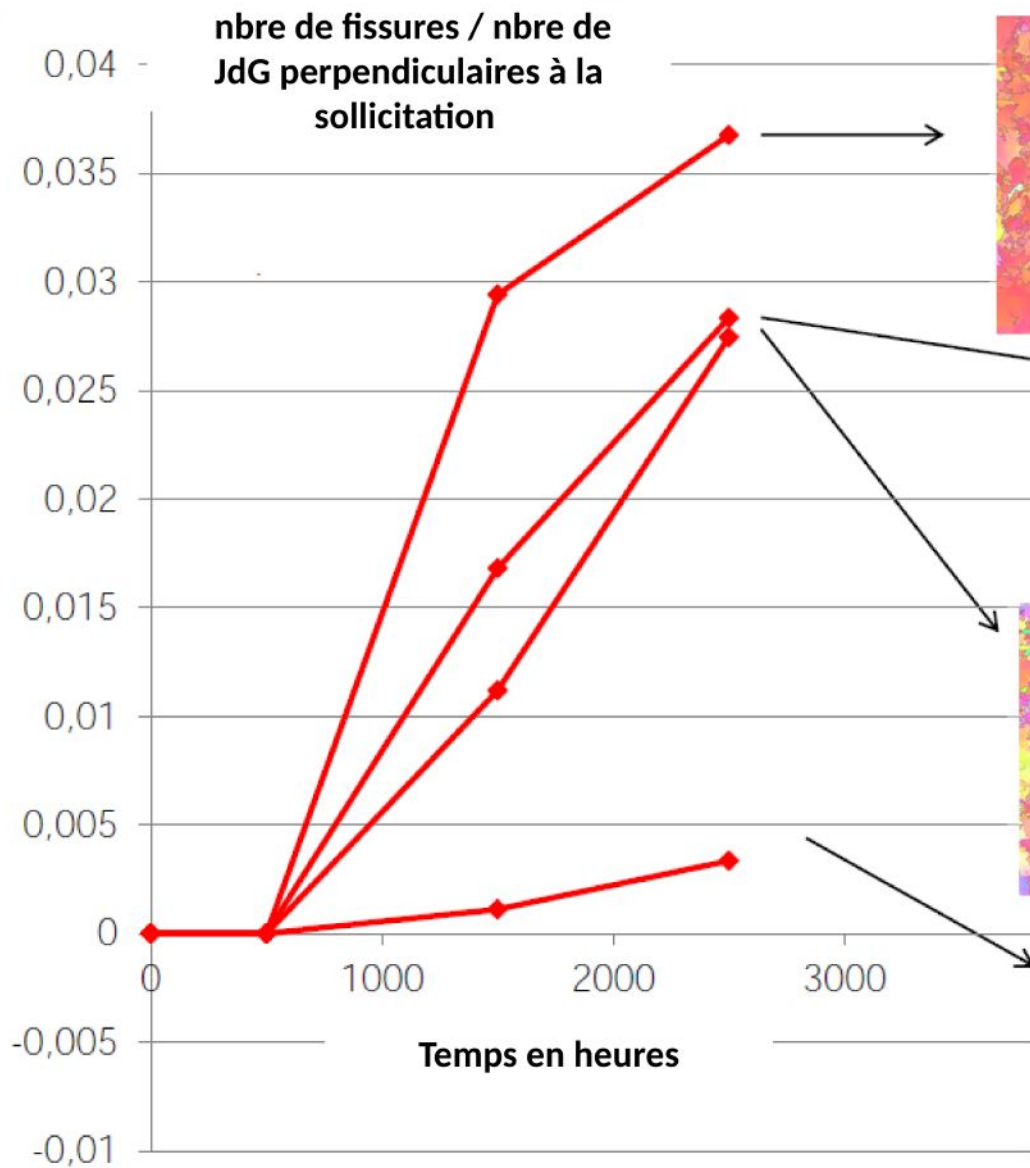
- Différence entre les deux moules (pas la même composition chimique ni le même procédé de soudage)

- Effet bénéfique du traitement thermique probablement dû à la précipitation de carbures de chrome intergranulaires dans le Moule B^{TT} [Sennour2013]

- Très grande variation pour un même moule → Effet du VER ?

[Sennour2013] M. Sennour et al., JNM, 2013

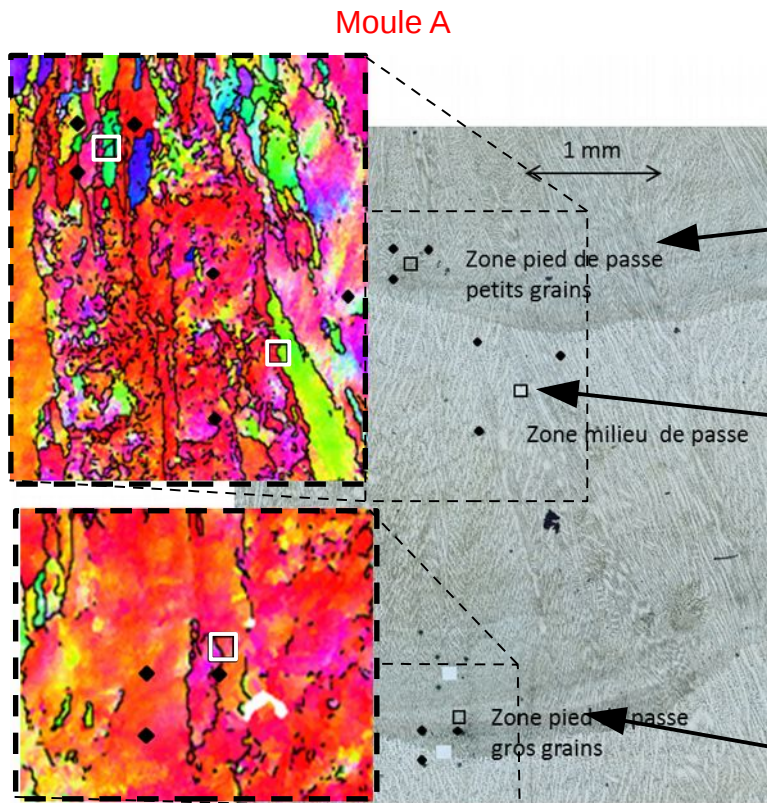
Analyse "mésoscopique"



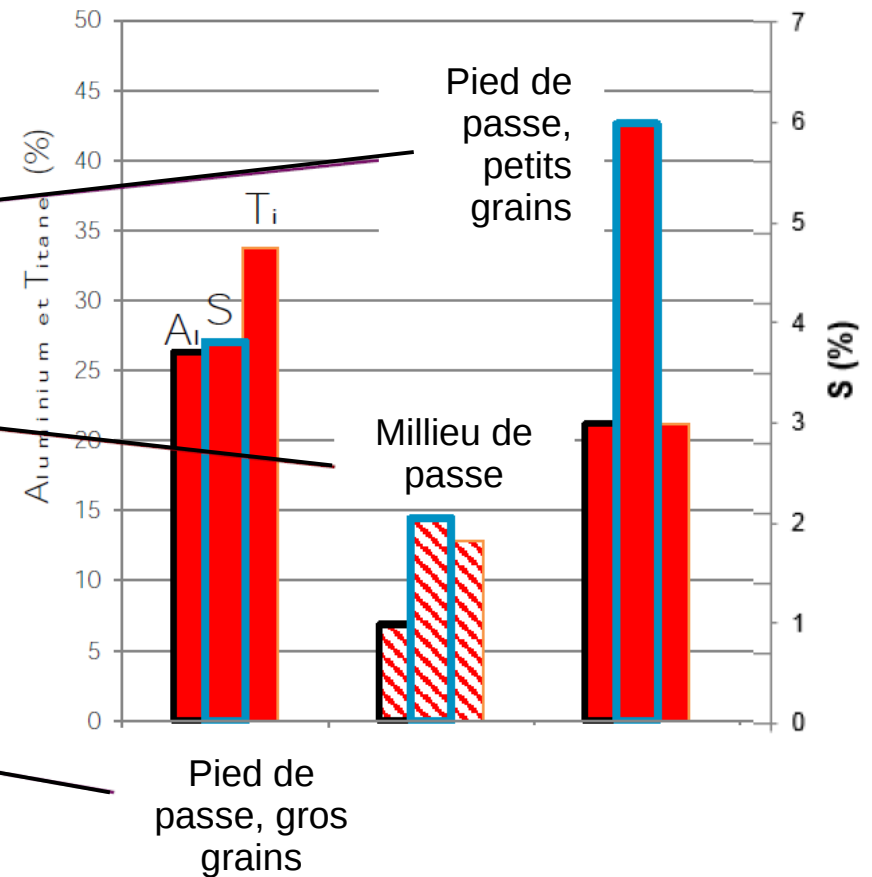
Moule A : A82 18 %Cr, FCAW, brut de soudage
prélèvement TL

Analyse "mésoscopique"

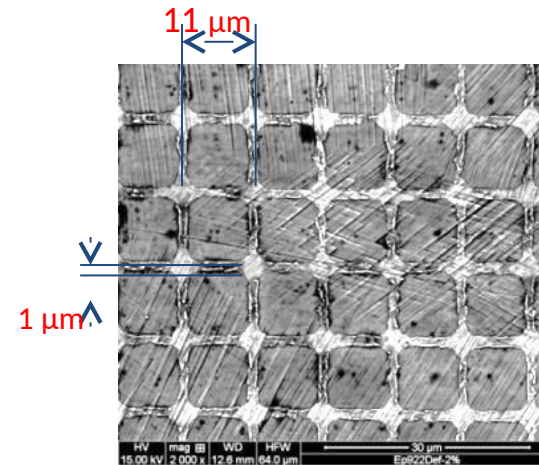
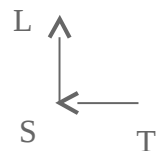
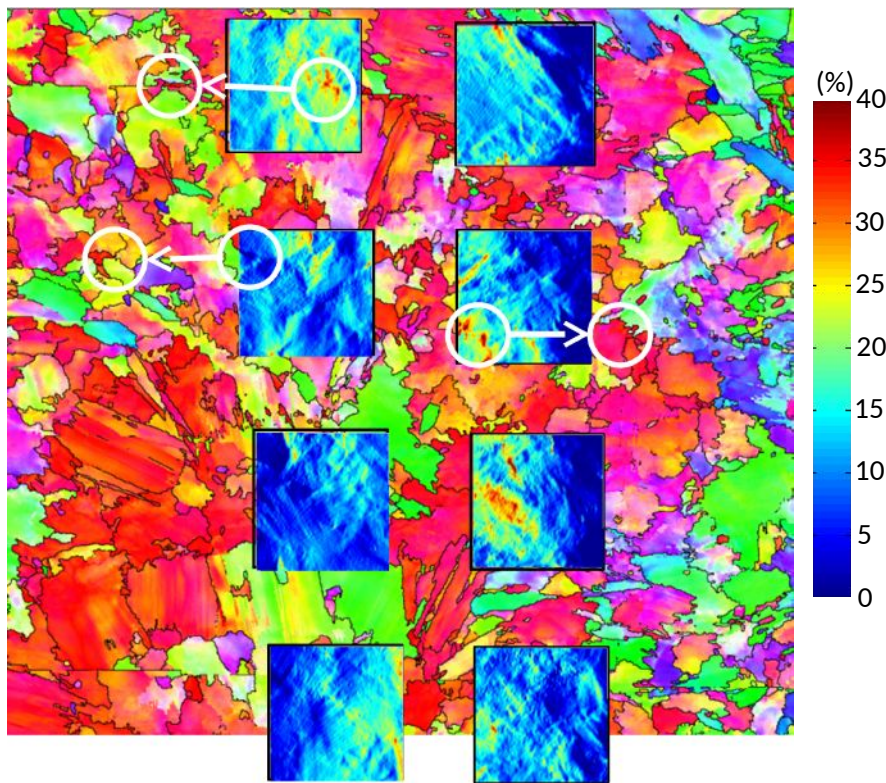
- Analyses chimiques de surface en pied et en milieu de passes de soudage sur les moules A, A^{TT}, B et B^{TT}
- Microsonde de Castaing et SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry)



Fraction surfacique de phases contenant de l'Al, Ti ou S



Analyse "mésoscopique" : 1mm²



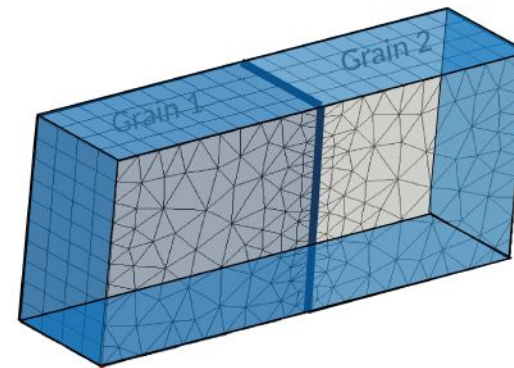
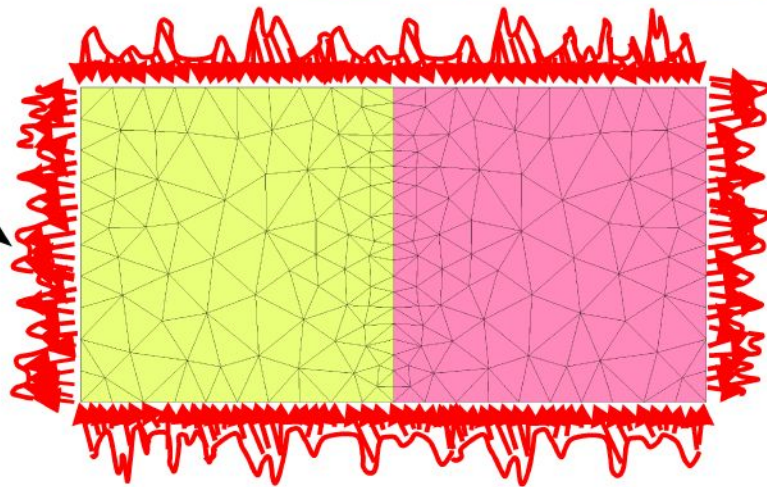
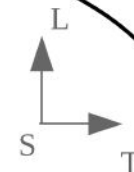
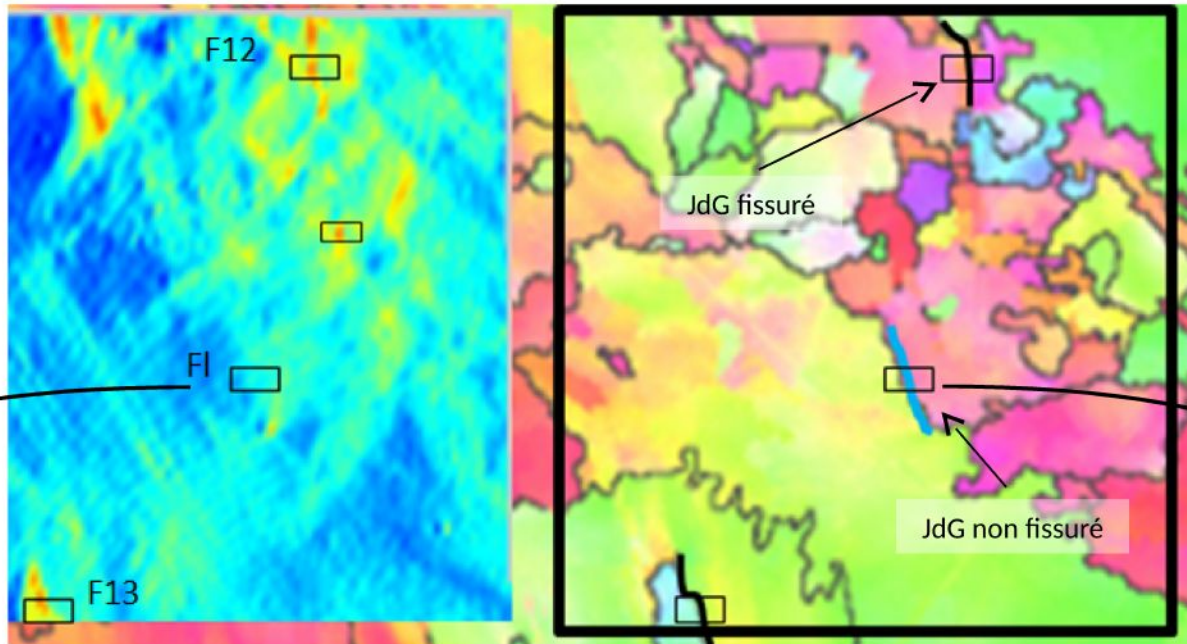
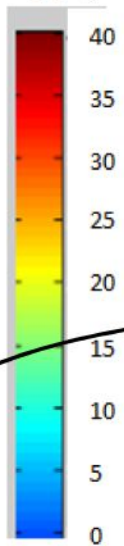
- ≈ 60% des fissures dans des zones de déformation >12%
- La localisation de la déformation ne conduit pas systématiquement à l'amorçage de fissures
- Investigations plus approfondies pour compléter l'analyse du comportement mécanique local
 - étude des contraintes aux joints de grains

Base de mesure : 20μm

Analyse "microscopique" : le JdG



$\epsilon_{TT}(\%)$

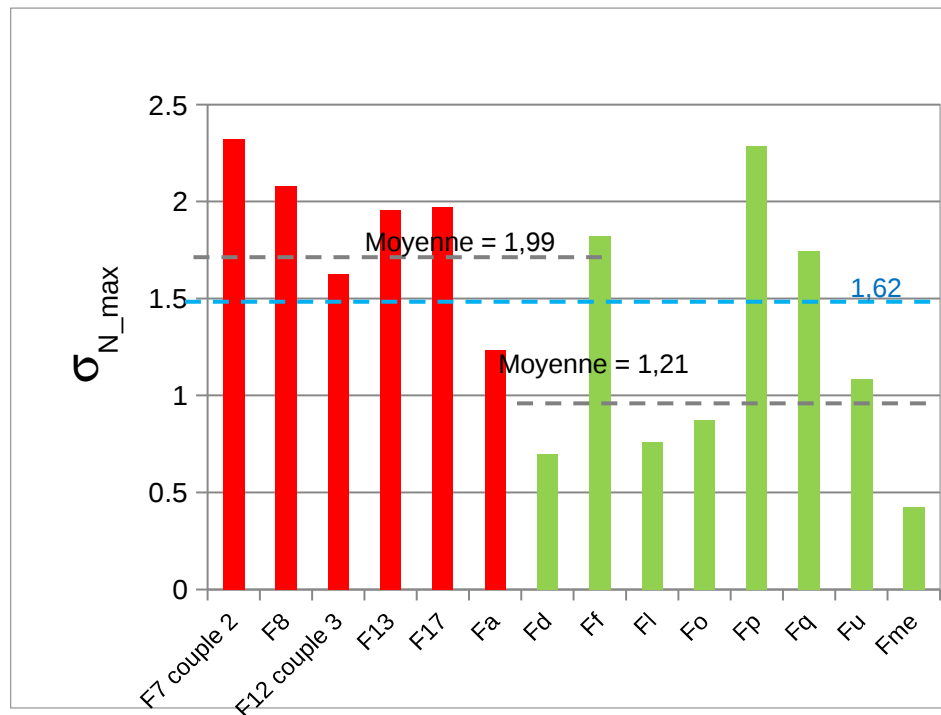


Conditions aux limites expérimentales

Maillage d'un bi-cristal en 3D
Loi de comportement elasto-plastique cristalline

Analyse "microscopique" : Résultats des premiers calculs

- 5 joints de grains fissurés et 9 joints de grains non fissurés (d'après les observations en surface au MEB)



Contraintes locales normalisées par la contrainte moyenne à 12 % de déformation.

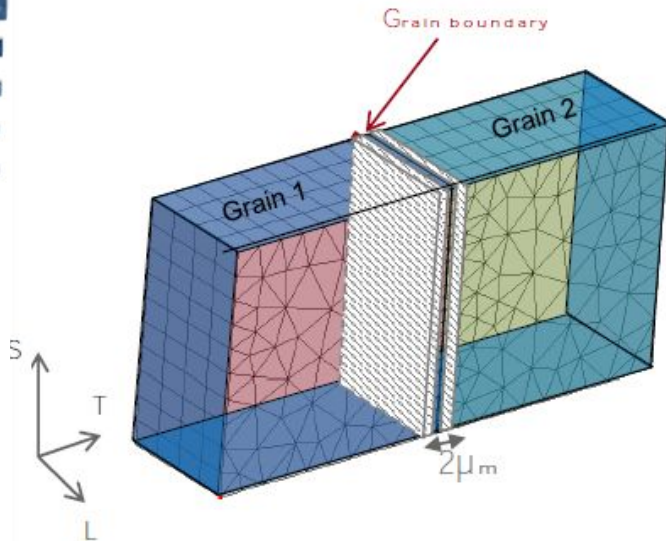
— Non fissurés
— Fissurés

- La moyenne des σ_{N_max} fissurés > moyenne of σ_{N_max} non fissurés
- Tous les cas fissurés ont $\sigma_{N_max} \geq 1,62$ fois la contrainte moyenne

Observation 3D des jdjg



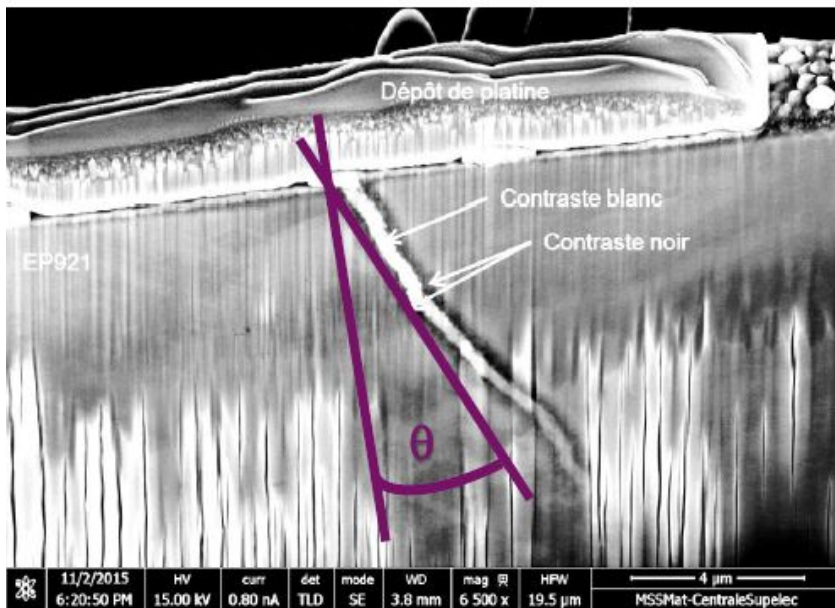
Analyses des joints de grains sélectionnés par MEB-FIB (ANR-10-EQPX-37)



Deux observations majeures :

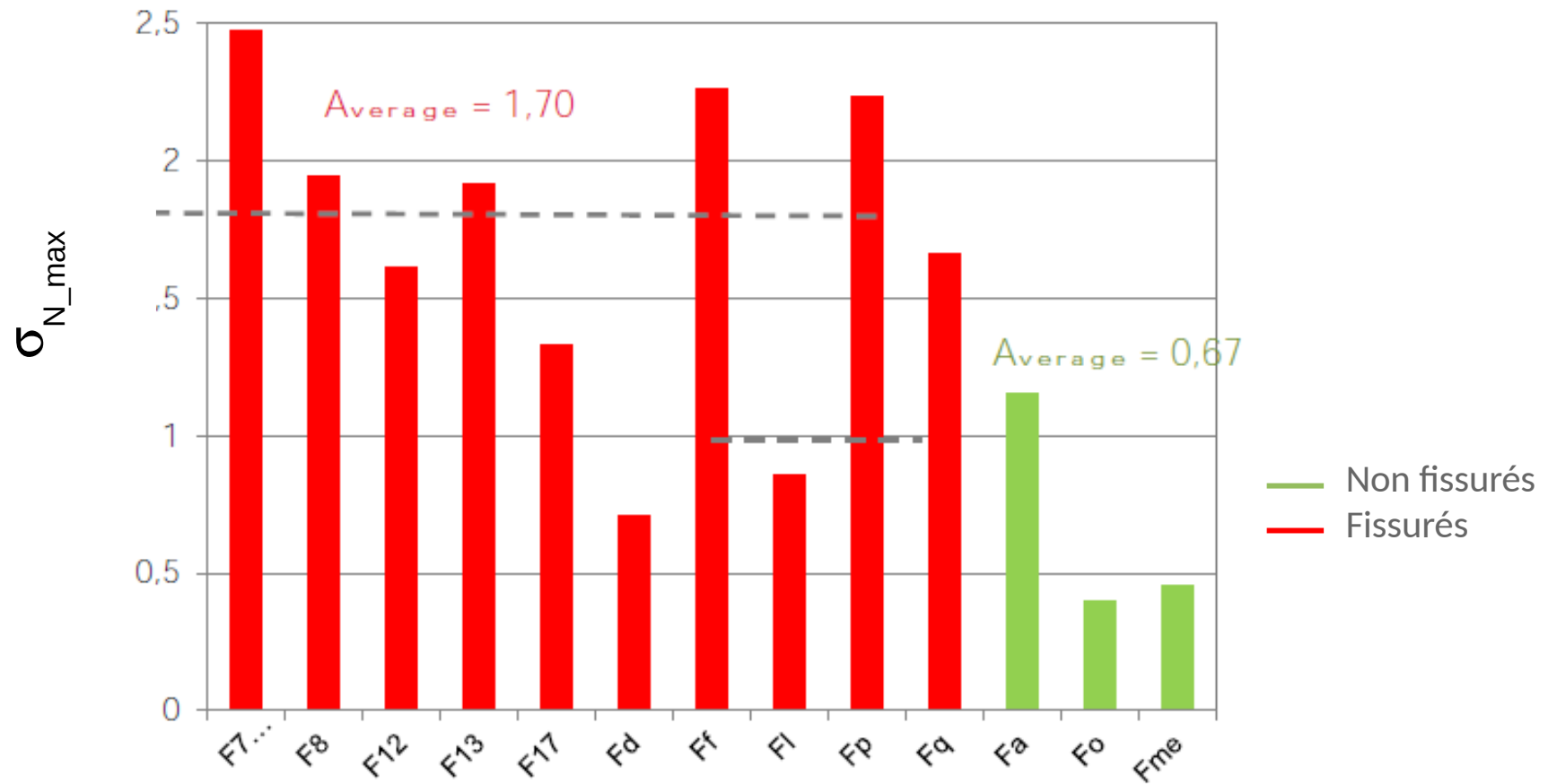
→ Mesure de l'orientation du joint de grains dans l'épaisseur pour prise en compte dans les calculs.

→ Observations d'ouvertures non visibles en surface !



Nouveaux résultats

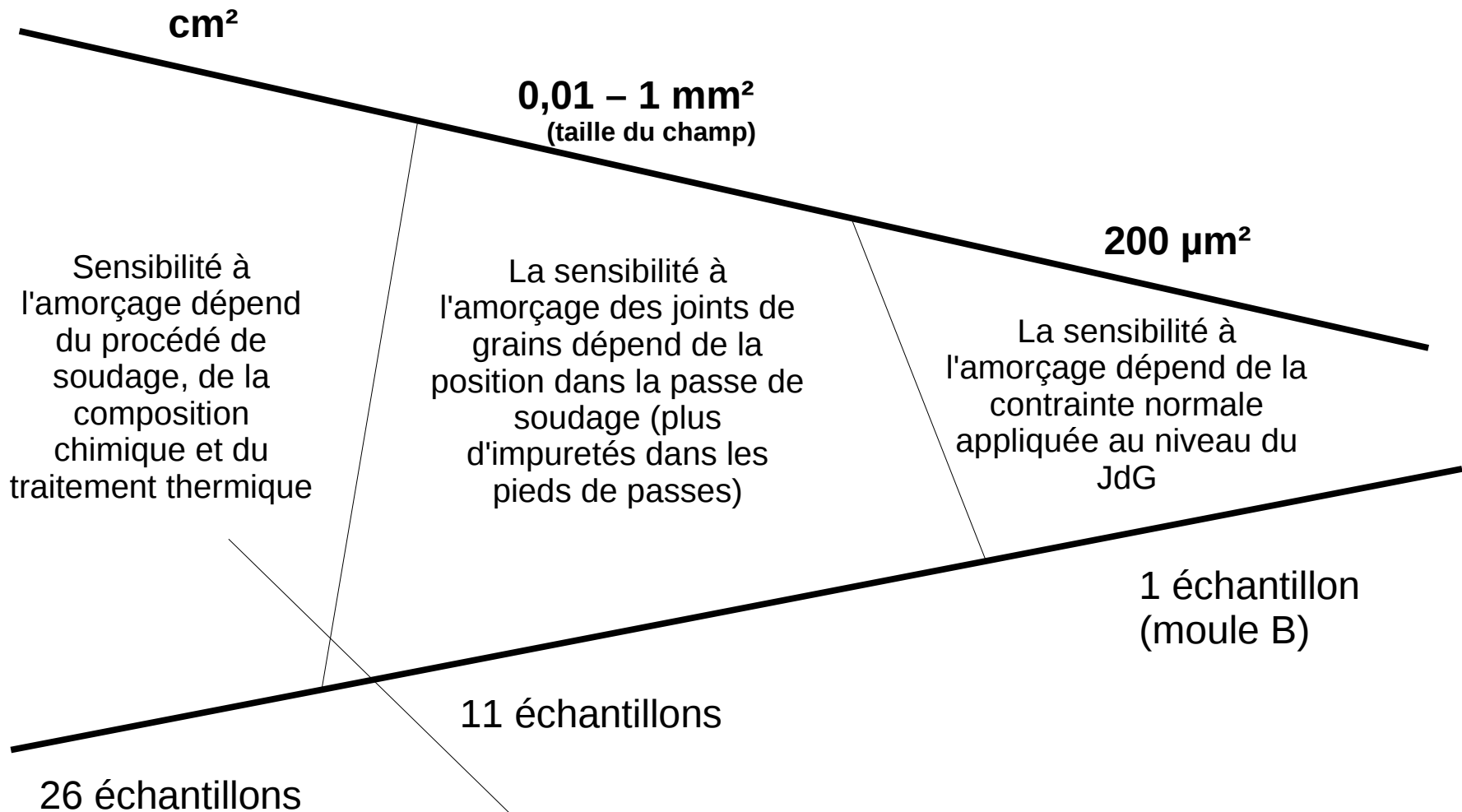
Contrainte normale au joint de grains.



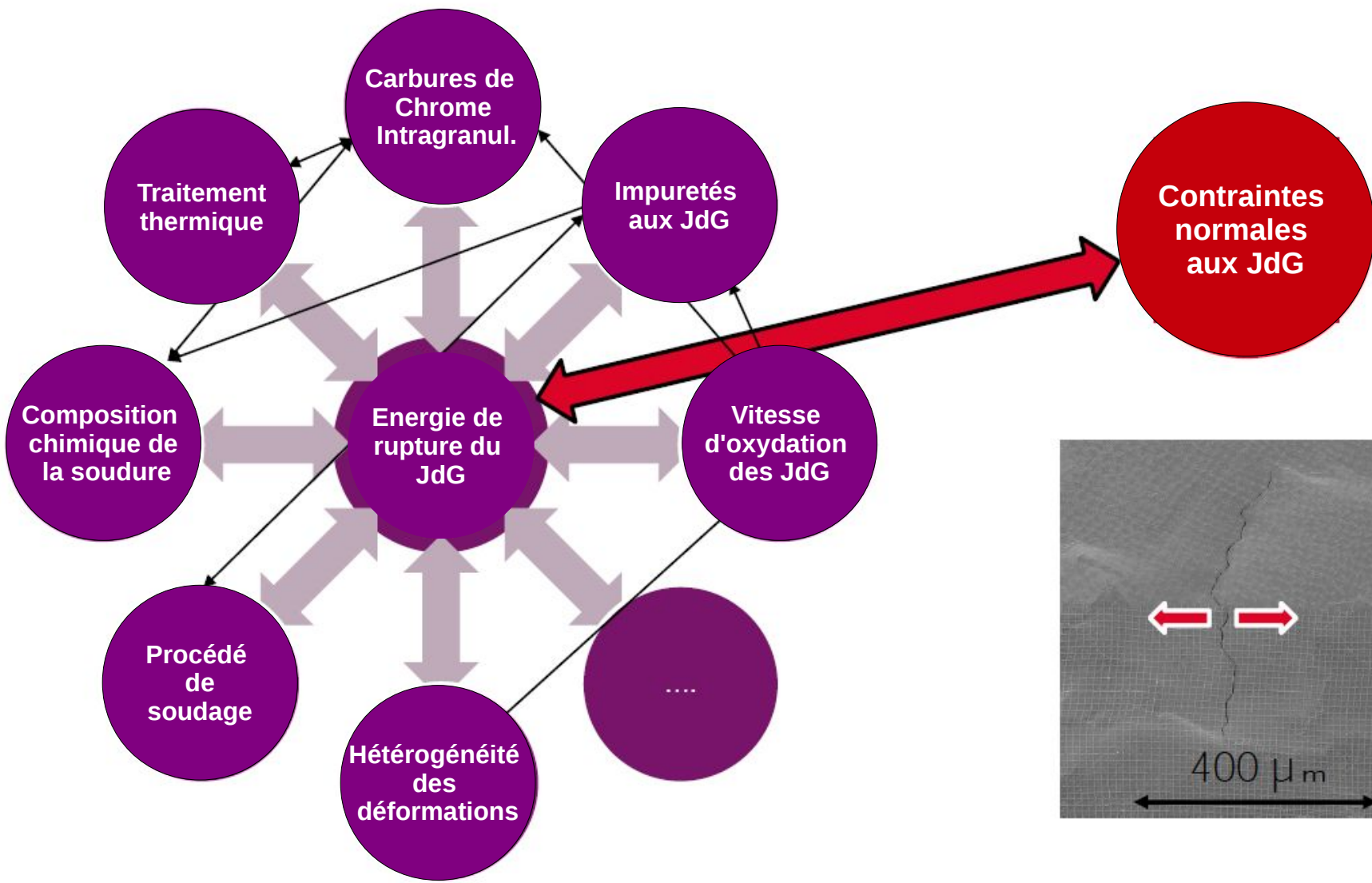
Conclusions

- Etude **multi-échelles** expérimentale et numérique
- Couplage de techniques expérimentales : Essais en autoclaves / MEB / EBSD / FIB / MET / μ sonde / SIMS
 - Compréhension générale avec une étude **macroscopique** de la sensibilité à la CSC fonction de la chimie et de l'état métallurgique
 - Compréhension de la dispersion de résultats avec une analyse moyenne (**mésoscopique**) de la chimie et des tailles de grains
 - Analyse de la sensibilité de JdG à l'échelle d'un bicristal (Echelle **microscopique**)
 - Echelle **nanoscopique** (TEM) pour l'analyse des précipités sur les JdG.

Conclusions



Analyses MET montrent qu'il y a formation de carbures de chrome qui semblent bénéfiques à la résistance à la CSC.



References

- E. Deneuvillers–Chaumon, *PhD thesis*, Mines-Paristech, 2016.
- E. Chaumon, J. Crépin, C. Duhamel, C. Guerre, E. Héripéré, M. Sennour and I. de Curières. SCC crack initiation in nickel-based alloy welds I hydrogenated steam at 400°C. *Env. Deg.*, 2015.
- C. Guerre, ICG-EAC meeting 2014-2015. I. de Curières, ICG-EAC 2016.
- M. Sennour, E. Chaumon, J. Crépin, C. Duhamel, F. Gaslain, C. Guerre, I. de Curières, TEM investigation on the effect of chromium content and of stress relief treatment on precipitation in Alloy 82, *Journal of Nuclear Materials*, 2013.