



Organisent une journée technique

La durabilité des alliages métalliques: influence des ségrégations, voies d'amélioration

Elle aura lieu à l'

Ecole des Mines de Saint-Etienne

le

Jeudi 16 novembre 2017

avec le soutien d'Auvergne-Rhône-Alpes Entreprises
et du Pôle de compétitivité VIAMECA



Objectifs de la journée

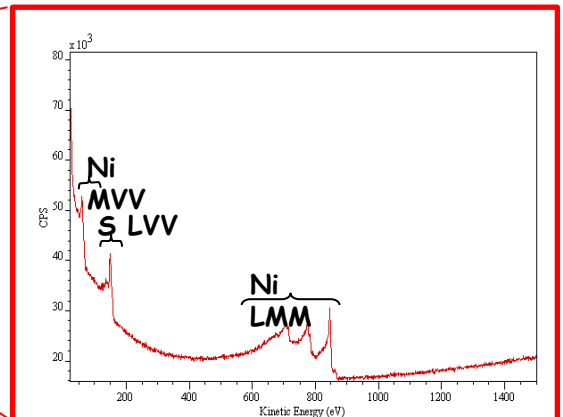
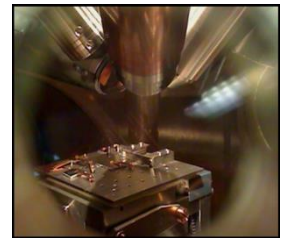
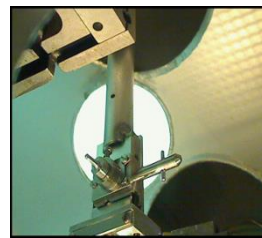
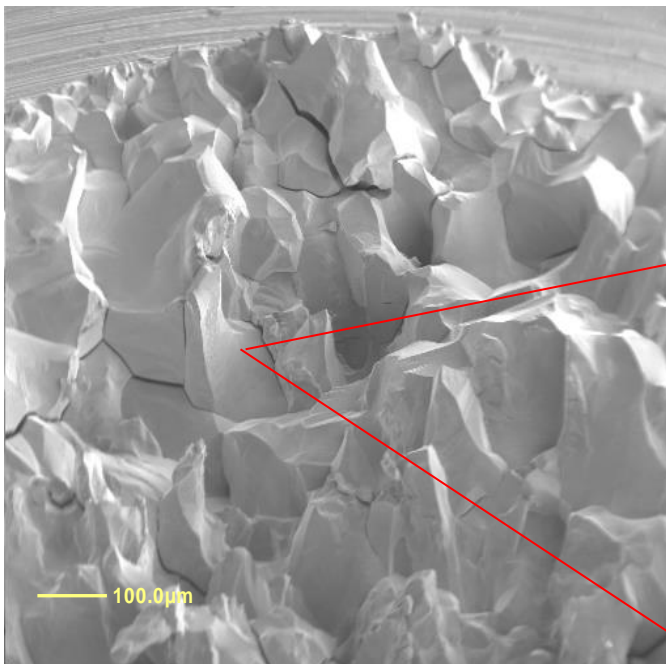
La durabilité des composants en alliages métalliques – aciers, aluminiums, bases nickel – dans le domaine des industries pétrolières et gazières, de la chimie, de la production d'énergie, peut être limitée par des facteurs :

- internes: ségrégations d'éléments d'alliage lors de la solidification, des traitements thermiques et de la mise en forme pendant la fabrication, ou suite au vieillissement thermique
- externes: fragilisation par l'hydrogène, corrosion sous contraintes, fatigue corrosion ...

Le Cercle d'Etudes des Métaux organise avec la SF2M à l'Ecole des Mines de Saint Etienne une journée sur cette thématique. Les trois thèmes suivants y seront abordés:

- ségrégations et micro-ségrégations d'éléments d'alliage et résiduels – carbone, phosphore, soufre, intermétalliques... - dans les tôles, pièces de forge et de fonderie,
- diminution de l'endommagement en service, par des élaborations, traitements thermiques, thermomécaniques et de surface appropriés,
- amélioration de la résistance à la fragilisation par l'hydrogène, à la fissuration par corrosion sous contraintes ou par fatigue corrosion, du fait des améliorations des connaissances et moyens d'investigation et, de ce fait, des progrès survenus dans les processus de fabrication.

14/12/2017 11:52



Un phénomène qui a des conséquences sur la durabilité des alliages de nickel:
la ségrégation du soufre aux joints de grains, mise en évidence par analyse Auger

PROGRAMME DE LA JOURNEE

9h30-9h45 : Ouverture de la journée par la direction de l'Ecole des Mines

9h45-10h00 : Krzysztof WOLSKI (Centre SMS, Ecole des Mines de Saint-Etienne et CEM) : Présentation de la thématique de la journée d'étude

Première séance de travail : Ségrégations majeures

10h00-10h30 : François ROCH (AREVA NP 92084 Paris La Défense): Phénomènes de ségrégation dans les grosses pièces forgées en acier faiblement allié pour l'industrie nucléaire : de la solidification au vieillissement

10h30-11h00 : Jean François CARTON (SAFE METAL, 42110, Feurs): Influence des traitements thermiques sur la micro-ségrégation d'aciers de fonderie

11h00-11h30 : Christophe SIGLI (Constellium R&D, 38341 Voreppe): Micro-Ségrégations lors de la coulée des alliages d'aluminium

11h30-12h00 : Introduction aux posters (Elia TOHME, Clément GAYTON, Michella ALNAJJAR, Thomas SCHULER, Ecole des Mines de Saint Etienne, Centre SMS)

Thomas SCHULER : Approches atomistiques des phénomènes de ségrégation: application à la co-ségrégation de H et P aux joints de grain ferritiques

12h00-12h30 : Pause apéritif et posters

12h20-13h30 : Déjeuner

Deuxième séance de travail : Ségrégations aux joints de grains

13h30-14h00 : Vincent DESCOTES (APERAM Imphy, 58160) : Ségrégations du soufre et ses conséquences sur la ductilité des alliages fer-nickel

14h30-15h00 : Frédéric CHRISTIEN (Ecole des Mines de Saint Etienne, Centre SMS) : les méthodes d'analyse de la ségrégation intergranulaire. Exemples d'application

15h00-15h30 : Bertrand RADIGUET (Groupe de Physique des Matériaux, Saint Etienne du Rouvray, 76800) Apport de la sonde atomique et de la microscopie électronique à l'étude des ségrégations intergranulaires

15h30-16h00 : Pause

Troisième séance de travail : Effets des ségrégations en environnement sévère

16h00-16h45 : Claude DURET-THUAL (Institut de la Corrosion, Saint Etienne), Patrice CASTAGNA (Bureau Veritas, Exploitation, 69530, Brignais) : Prise en compte de la corrosion dans la durabilité des alliages métalliques

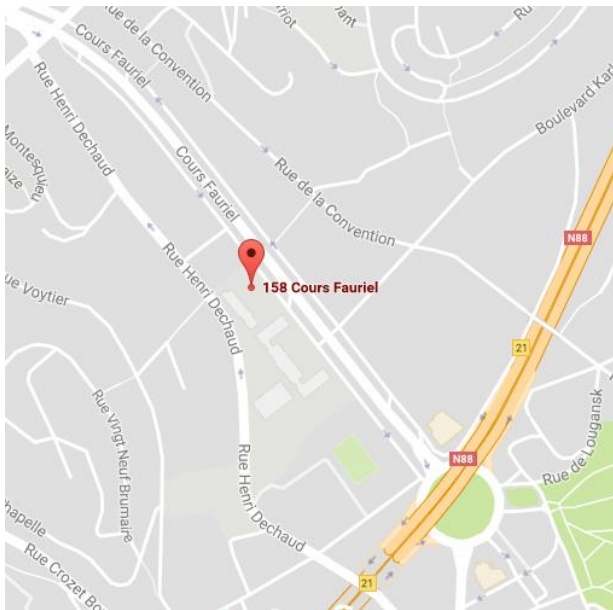
16h45-17h00 : Conclusion de la journée par les organisateurs

17h00-18h00 : Visite des labos SMS

- Laboratoire Analyses de Surface (Auger XPS) : Vincent BARNIER

- Laboratoire Mécanique Corrosion : Cédric BOSCH

BULLETIN D'INSCRIPTION



Ecole des Mines – 158 cours Fauriel 42023 Saint Etienne cedex 02
Ligne autobus n°6-arrêt « Ecole des Mines »

- Je m'inscris comme participant à la journée
- Je règle les frais correspondants par
- chèque bancaire ou postal à l'ordre du Cercle d'Etudes des Métaux,
 - virement bancaire
- IBAN FR 40 2004 1010 0700 2954 2J03 801
BIC PSSTFRPLYO

Nom..... Prénom.....
Fonction..... ; Société.....
Adresse.....
Code postal..... Ville..... Pays.....
Tél..... E-mail.....

Date et signature

Cachet de la Société

Frais d'inscription

Prix spécial membre : **130 € TTC** (CEM et SF2M)

Prix non membre : **180 € TTC**

Etudiant : 60 € TTC

Ces tarifs comprennent l'accès aux conférences, les pauses, le déjeuner, un recueil de résumés édité par le CEM et un recueil diffusé ultérieurement. Votre inscription sera définitive à réception de votre règlement.

En cas d'annulation moins de huit jours francs avant la manifestation, la somme reste due au CEM

Cette manifestation n'entre pas dans le cadre de la formation professionnelle au sens de la loi n°71-575 du 16 juillet 1971

Renseignements : Cercle d'Etudes des Métaux

Tél. : 04.77.42.02.36 Fax : 04 77 42 93 66 E.mail : cemetaux@emse.f

SYNTHESE

Cette journée organisée par le Cercle d'Etudes des Métaux et l'École des Mines de Saint Etienne avec le soutien d'Auvergne Rhône Alpes Entreprises et du Pôle de Compétitivité Viameca a rassemblé 57 personnes avec 53% d'industriels, 10% d'institutionnels et de consultants, et 27% d'universitaires. Le thème choisi était la durabilité des alliages métalliques, avec l'influence des différents types de ségrégations sur le comportement des matériaux en service et les voies possibles d'amélioration. Après une introduction du président Krzysztof WOLSKI sur des exemples de ruptures intergranulaires en service, trois séances de travail ont constitué la journée, les ségrégations majeures et leur caractérisation, les ségrégations intergranulaires et leurs moyens expérimentaux d'identification, enfin l'effet des ségrégations sur le comportement des matériaux en environnement sévère.

Dans son **introduction** sur les phénomènes conduisant à des ruptures intergranulaires, ségrégation d'éléments résiduels, décarburation près des joints de grains avec effet synergétique de l'hydrogène, Krzysztof WOLSKI a présenté un exemple relatif à l'acier inoxydable 16Cr-4Ni qui, après deux types de traitements thermiques, une trempe avec passage par le froid et le même traitement avec un double revenu facilitant la ségrégation du phosphore sur les joints de grains, donne après traction lente dans un milieu type H₂S des facies de rupture transgranulaire dans le premier cas et intergranulaire dans le second. Ainsi est montré l'effet fragilisant de l'hydrogène par synergie avec le phosphore.

La **première séance de travail** sur les ségrégations majeures a regroupé trois conférences sur les grosses pièces forgées en acier, les pièces moulées en acier et les alliages d'aluminium.

François ROCH d'AREVA a présenté le problème des ségrégations de carbone dans les grosses pièces forgées en acier, avec les ségrégations à l'échelle du grain et leur caractère fragilisant en synergie avec les résiduels comme le phosphore en particulier, les macroségrégations issues des conditions de solidification avec effet des éléments d'alliage, favorable pour le molybdène et défavorable pour le silicium, et les mésoségrégations liées au phénomène de convection du liquide résiduel dans le matériau poreux en cours de solidification conduisant à la formation de veines sombres fortement ségrégées. Des exemples d'interaction entre les différents types de ségrégations ont été montrés sur des tôles fortes en 18MnMo5 après vieillissement thermique accéléré, sous forme d'une augmentation de la température de transition et de la fraction de rupture intergranulaire avec plus de dispersion dans les résultats, tout cela cependant dans des limites acceptables.

Jean François CARTON et Ahmed YAKTITI, de SAFE Metal ont présenté l'effet des traitements thermiques de normalisation et d'homogénéisation sur les ségrégations des éléments d'alliage Mn, Cr, Mo et V dans des pièces moulées de fortes sections. Les moyens de caractérisation utilisés pour évaluer ces dernières, notamment l'EDS (spectrométrie à dispersion d'énergie) par maillage sur des échantillons représentatifs, permettent de corréliser le niveau de ségrégation des éléments d'alliage aux paramètres du traitement thermique, dans le but de l'optimiser. L'étude des éléments résiduels, en particulier sur des aciers peu alliés, nécessite toutefois des examens complémentaires par une analyse en volume du type WDS (microsonde).

Christophe SIGLI, de Constellium, a présenté les micro-ségrégations sur alliages d'aluminium et leur résorption lors des traitements d'homogénéisation. Une distinction a été faite entre les éléments péritectiques (Zr, Cr, Ti, Mn) très peu mobiles et présents en cœur de dendrites en

association avec des précipités primaires (Al_3Zr par exemple) et les éléments eutectiques (Ag, Zn) très mobiles et distribués plutôt dans les zones interdendritiques. Dans le premier cas, les ségrégations formées à la coulée perdurent après homogénéisation et induisent une précipitation hétérogène, dans le second cas, les ségrégations peuvent être résorbées par un traitement d'homogénéisation, les gradients de concentration correspondants aplanis, avec comme conséquence l'obtention d'une structure plus homogène.

La **deuxième séance de travail** sur les ségrégations aux joints de grains a regroupé quatre conférences relatives à l'influence du soufre dans les alliages fer nickel, à l'approche atomistique des phénomènes de ségrégation et à son application à quelques exemples parmi lesquels on peut citer les problèmes du chrome dans les aciers inoxydables par effet thermique ou irradiation, aux méthodes d'analyse de la ségrégation intergranulaire et à l'apport de la sonde atomique et de la microscopie électronique à l'étude des ségrégations intergranulaires.

Vincent DESCOTES d'APERAM a présenté l'effet du soufre sur la fragilité des alliages fer nickel dans le domaine de température 500-1000°C. La ségrégation aux joints de grains de cet élément dès une teneur de 10 ppm avec abaissement de la striction à des niveaux de 10% est un phénomène particulier caractérisé par des glissements intergranulaires. Au-delà de 1000°C, la restauration dynamique et la recristallisation entraînent une diminution du taux de ségrégation avant l'apparition du phénomène de brûlure au-delà de 1200°C. L'augmentation de la vitesse de déformation a un effet plutôt favorable, ainsi que le manganèse qui piège le soufre sous forme inclusionnaire et le bore soluble qui favoriserait la recristallisation dynamique. Par contre, l'aluminium entraîne des pertes de ductilité catastrophiques.

Thomas SCHULER, du centre SMS de l'Ecole des Mines de Saint Etienne, a présenté trois familles de méthodes atomistiques pour l'étude et la compréhension des phénomènes de ségrégation, les calculs d'énergie de configuration réalisés sur des systèmes contenant quelques centaines d'atomes et sans paramètres ajustables, relativement coûteux, la dynamique moléculaire qui prend en compte les distances interatomiques et les environnements locaux sur des systèmes plus importants jusqu'à un million d'atomes, et les méthodes de physique statistique à l'échelle atomique (simulation Monte Carlo) qui permettent d'atteindre des temps de simulation beaucoup plus longs que la dynamique moléculaire. Des exemples d'application empruntés à différents travaux ont été présentés, on peut citer notamment la conséquence des effets thermiques et d'irradiation sur l'appauvrissement en chrome des zones voisines des joints de grains dans les aciers inoxydables. Ces méthodes actuellement limitées au niveau du volume exploité en raison des temps de calcul pourront être plus attractives dans le futur en raison du progrès des capacités informatiques.

Frédéric CHRISTIEN, du centre SMS de l'Ecole des Mines de Saint Etienne, a évoqué un certain nombre de méthodes d'analyse de la ségrégation intergranulaire, la spectrométrie d'électrons Auger après rupture in situ, typiquement analyse de surface, la spectrométrie WDS ou microsonde électronique, analyse en volume ($\sim 1\mu\text{m}^3$) avec possibilité d'analyse de la chimie des joints de grains, l'analyse chimique des joints de grains par microscopie électronique en transmission couplée avec une spectroscopie dispersive en énergie et enfin la méthode SIMS, très sensible moyennant certaines précautions et susceptible de fournir des données quantitatives. Des exemples de résultats ont été montrés, notamment la spectrométrie Auger sur une rupture intergranulaire d'acier inoxydable martensitique liée à la ségrégation du phosphore et une cartographie SIMS sur un échantillon de nickel contenant 5 ppm de soufre après vieillissement à 550°C.

Bertrand RADIGUET, de l'université de Rouen, a abordé une technique particulière pour l'étude de la ségrégation intergranulaire du phosphore dans un alliage Fe-P-C : la sonde atomique tomographique. Il s'agit d'une technique d'analyse structurale susceptible de construire en 3D à l'échelle atomique un petit volume de matière de $50 \times 50 \times 200 \text{ nm}^3$. Elle fonctionne par évaporation de la matière au moyen d'une pointe de quelques nm de courbure qui, couplée avec la microscopie à balayage et la diffraction d'électrons rétrodiffusés, est susceptible de fournir des informations en 3D sur la ségrégation d'un soluté à un joint de grain contenu dans la pointe. Cette méthode a été appliquée à l'étude de la ségrégation de P dans un alliage Fe-P-C après vieillissement thermique et irradiation aux ions. Elle a montré la ségrégation induite par couplage des atomes de phosphore avec les défauts lacunaires.

La **troisième séance de travail** sur les effets des ségrégations en environnement sévère a pris en compte la corrosion dans la durabilité des alliages métalliques, avec une seule présentation réalisée par Claude DURET-THUAL, de l'Institut de la Corrosion, établissement de Saint Etienne et Patrice CASTAGNA, du Bureau Veritas de Lyon. La corrosion est le résultat du couplage galvanique entre zones de compositions chimiques différentes liées aux ségrégations d'éléments d'alliage (résiduels, précipités), ainsi qu'à la ségrégation de l'hydrogène généré par réaction cathodique. De nombreux exemples ont été donnés, certains positifs comme la couche passive dans les aciers inoxydables liée à la ségrégation en surface des éléments oxydables, mais la plupart ont des effets négatifs : sensibilisation des aciers inoxydables par traitement entre 450 et 900°C dans un cycle de soudage, dégradation des aciers duplex à l'azote par traitement à haute température (>1100°C) avec précipitation de Cr_2N au moment de la trempe dans les joints de grains et les grains de ferrite, déformation de la plasticité à rupture des joints de grains dans les alliages base nickel par effet conjoint des précipités et du chargement en hydrogène, fissuration interne des aciers au carbone sous chargement en hydrogène par piégeage de ce dernier sur les alignements de sulfures et les bandes liées aux ségrégations d'éléments d'alliage...

Quelques posters présentés par les doctorants de l'Ecole des Mines de Saint Etienne au moment de la pause matinale ont permis d'illustrer ces différents points, notamment les effets de synergie entre l'hydrogène et le phosphore pour la fragilisation des joints de grains des aciers inoxydables martensitiques au cours du traitement thermique de revenu.