

# Vers la compréhension des mécanismes de l'évolution De la microstructure du tube T91 pendant l'exposition au fluage

"Chokri Boubahri"<sup>#1</sup>, Imed Mkaouer<sup>\*2</sup>, Jalel Briki<sup>#3</sup>

<sup>#</sup>*Laboratoire de la Mécanique Appliquée et Ingénierie, Ecole  
Nationale d'Ingénieurs de Tunis, Université de Tunis Elmanar, Tunisia*  
<sup>\*</sup>[chokriboubahri1@hotmail.fr](mailto:chokriboubahri1@hotmail.fr)

**Abstract**— " L'objectif de ce travail est de caractériser l'évolution de la microstructure de l'acier ASTM A213 T91, utilisé dans les installations de production de l'électricité sous forme de longues conduites de vapeur, pour des températures élevées qui peuvent atteindre 650°C afin d'optimiser les rendements des installations et réduire les émissions polluantes et à effet de serre. La température élevée ainsi que la pression exercée par la vapeur sur les parois des tubes, favorise une évolution microstructurale de la matrice martensitique du T91 par une augmentation des tailles des précipités en fonction de temps. La croissance de ces précipités est expliquée par l'absorption des éléments de la matrice, ce qui constituera un long terme un site favorable pour l'installation des microcavités ce qui accélère le phénomène de fluage.

Deux expériences pour des longues durées sont en cours de conduite. La première consiste à évaluer l'évolution de la microstructure de l'acier d'étude à une température de 550°C jusqu'à 3000 heures. Jusqu'à présent, 4 échantillons ont été prélevés du four pour des intervalles des temps étalés : 260 heures, 760 heures et 1260 heures. L'examen au Microscopie électronique à balayage de la matrice martensitique révèle une légère augmentation des tailles des précipités M23C6 et une stabilité pour les précipités MX. La deuxième expérience consiste à évaluer les changements microstructuraux en fonction du temps et avec l'application d'une charge."

## Introduction

La croissance potentielle de la consommation de l'énergie électrique à travers le monde, ainsi que les défis universels au terme de la protection de l'environnement des émissions toxiques et polluantes, constituent des contraintes majeures lors de la conception des installations de production d'électricité. En effet, ces installations devraient assurer des rendements élevés, une durée de vie satisfaisante et un respect à l'environnement. Ces défis ne peuvent pas être assurés sans le développement des aciers pouvant résister aux conditions avancées de température et de pression. Des grades d'aciers ont été développés lors des dernières décennies : les aciers à 2 % du chrome (grades 21 et 22), puis, et depuis les années 80, les aciers à 9% du chrome (tel que l'acier de notre étude) et récemment les aciers à 12% du chrome. Les grades 91 et 92

ont prouvé, depuis leur intégration dans les centrales thermiques des performances élevées. Leurs excellentes propriétés mécaniques, tel qu'un faible coefficient de dilatation et une conductivité élevée, laissent des aciers des candidats privilégiés pour travailler à hautes températures et pressions. L'acier T91 est doté de ces propriétés ce qui améliore sa résistance au fluage et l'oxydation.

Les performances élevées de cet acier sont fortement liées à sa microstructure constituée d'une matrice de martensite tempérée et riche en précipités : les M23C6 le long des joints des anciens grains austénitiques, les joints des sous grains et les joints de lattes, tandis que les précipités MX sont finement distribués entre les lattes. Néanmoins, il n'a fonctionné que dans un nombre limité de centrales dans le monde depuis son intégration. De ce fait, son comportement pour des longues durées est encore les sujets de multiples recherches. L'exposition au fluage pour des longues durées entraîne des changements dans la microstructure de cet acier, ce qui influe sur leur résistance au fluage et aussi à l'oxydation.

Afin de mieux caractériser le comportement de l'acier en fonction des conditions de service (température et pression) et en fonction du temps. On a choisi de commencer par la caractérisation du matériau en simulant son fonctionnement dans l'installation par nos moyens en laboratoire. On présume commencer à trouver des changements dans quelques milliers heures de mise sous température (qui doit être suffisamment élevée : entre 500 et 600°C).

En laboratoire, on dispose des fours pour faire exposer différents échantillons sous une température de 550°C (donc fluage sans charge) et pour le maximum du temps qu'on pourra faire : on a atteint 1300 heures jusqu'à présent et on cherche à atteindre des 10.000 heures, afin de pouvoir extrapoler des éventuels lois d'évolution de certains paramètres liés à la microstructure : évolution des tailles des précipités, taille des grains, orientation des lattes de martensites etc.

En second termes, des éprouvettes seront exposés au fluage (avec charge) dans la machine de fluage afin de déterminer l'impact de la charge sur l'évolution microstructurale.

Pour cela, une machine de fluage a été mise en place pour qu'on puisse dérouler des essais de fluage selon LES normes internationales. Pour la caractérisation du matériau, on a recours au moyens expérimentaux suivants : microscopie

optique, microscopie électronique à balayage, EDS (energy dispersive X-ray spectrometry) et microduromètre.

A. Les aciers utilisés dans les installations de production d'électricité

Dans cette partie, on va aborder les différentes familles des aciers utilisés dans les installations thermiques par ordre historique.

1) Classification des aciers résistants à chaud; Le choix du matériau dépend de la charge et la température maximale que doit supporter. Jusqu'au années 80, les aciers à 2% du chrome (2.25 % du chrome et 1% du molybdène) étaient fréquemment utilisés, ils résistaient à des températures de 400 à 500°C et des faibles charges 35 Mpa. Ces performances sont améliorées par l'ajout du vanadium, un élément qui contribue à une nette amélioration dans la résistance au fluage de l'acier ce qui fait de lever la pression de servie à 60 Mpa. Puis, le développement des aciers à 9% du chrome accroît d'une façon significative les paramètres de vapeur et de pression, mais la limite de 650°C reste infranchissable pour ces aciers. Des nouvelles générations d'aciers à 12 % du chrome ont été développés dans le but de dépasser cette barrière ce qui a une incidence directe sur la performance de la chaudière : sur les plans rendement et réduction des émissions polluantes. Néanmoins, ces aciers souffrent d'une sensibilité élevée à l'oxydation et la résistance de leurs joints soudés, en plus que leur teneur élevée en chrome pause des soucis au niveau de qualité des assemblages soudés.

La figure 1 illustre les différentes familles des aciers résistants à chaud.

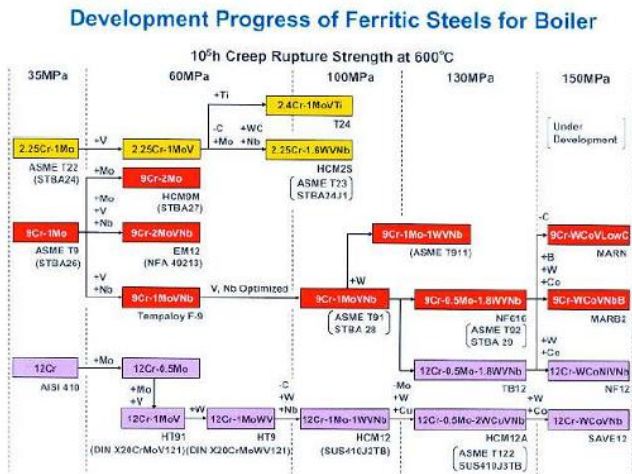


Fig. 1 Familles des aciers résistant à chaud [6]

2) Les aciers à 9% de chrome

Ces aciers sont utilisés dans la fabrication des turbines et des lignes de circulation de vapeur dans les installations thermiques. Ils permettent des températures de service élevées : jusqu'à 650°C mais cette valeur chute relativement dans le cas des installations nucléaires (environ 550° max). Pour l'acier de l'étude, son appellation est liée avec ses forts éléments d'alliage : le chrome à 9% du chrome et le molybdène à 1%. Cette combinaison magique confie à l'acier une bonne résistance au fluage et l'oxydation, et aussi une bonne soudabilité.

L'ECCC (European Creep Collaborative Committee) prévoit une durée de vie de 500.000 heures du T91 dans des conditions modérés de pression et de vapeur.

Une portion d'un tube a été fournie par la Société Tunisienne d'électricité et de gaz (STEG) afin d'élaborer cette recherche. Une grande attention a été faite à l'acier de livraison (non servi) afin de bien maîtriser les conditions initiales. Ainsi, dans les paragraphes suivants, on va illustrer les résultats de la caractérisation de l'acier (dans sa condition de livraison) par différents moyens expérimentaux.

B. Caractérisation expérimentale du matériau de livraison

Dans cette partie, on va aborder les différentes familles des aciers utilisés dans les installations thermiques par ordre historique.

1) Caractérisation par EDS;

Le signal EDS du matériau de livraison renvoie la composition chimique suivante :

TABEAU 1 : COMPOSITION CHIMIQUE DE L'ACIER DE LIVRAISON POUR LES ELEMENTS DONT LA TENEUR > 1%

Elément	Wt %	At %
Molybdène	0.64	0.37
Chrome	8.35	8.86
Fer	91.08	90.77
Total	100.00	100.00

Le MEB-EDAX ne peut pas détecter les éléments de teneur inférieure à 1%. Les éléments chrome et Molybdène contribuent à la formation des précipités M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> (M=Cr ou Mo) qui se situent aux alentours des différents types de joints et retardent le mouvement de dislocations mobiles. Il y a deux autres éléments très importants dans la microstructure du T91, puisqu'ils permettent la formation des précipités MX, qui constituent des obstacles contre les dislocations.

Un signal EDS a été enregistré pour l'acier T91 dans sa condition de livraison.

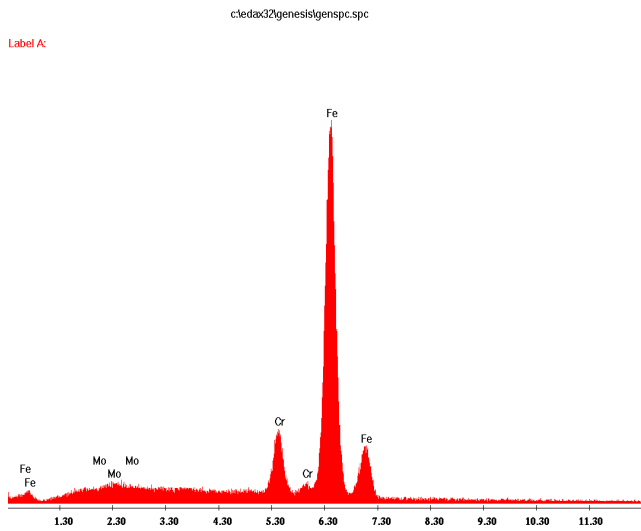


Fig. 2 Signal EDS de la matrice de l'acier d'étude

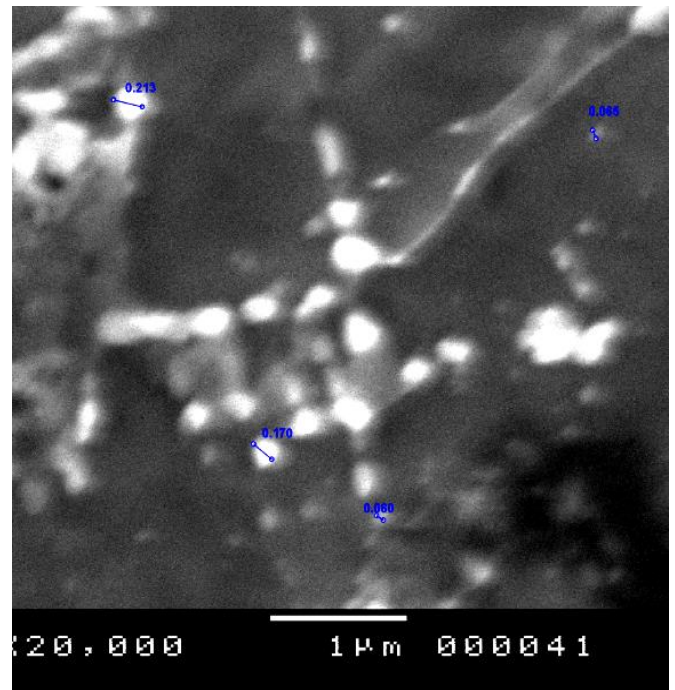


Figure 4. Illustration des précipités

Observation au MEB: La martensite du T91 est illustrée dans la figure 3. La taille de l'ancien joint austénitique (PAGB ou « Prior austenitic grain boundary » : contour en rouge) est d'environ 45 μm en diamètre équivalent. IL est subdivisé en paquets (contour orange), lui-même est scindé en bloc de lattes parallèles (contour en vert).

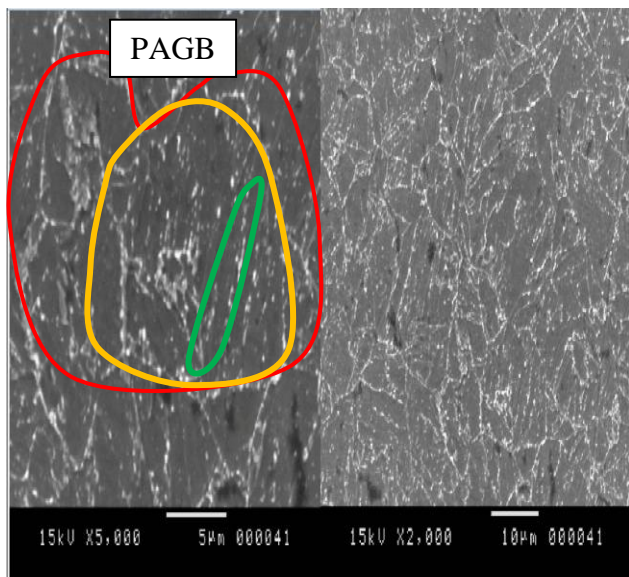


Figure 3. Observation au MEB de l'acier de livraison

On observe la distribution et la taille moyenne des précipités dans la figure 4. La taille des précipités varie de 20 nm jusqu'à 500 nm environ. Cette distribution sera clairement illustrée dans le paragraphe suivant.

### C. Caractérisation expérimentale du matériau de livraison

Quatre échantillons ont été analysés, les temps d'exposition à chaud sont illustrés dans le tableau suivant.

TABLEAU 2 : TEMPS D'EXPOSITION A CHAUD DES ECHANTILLONS

Echantillon	1	2	3	4
Temps d'exposition à 550°C (en heures)	0	260	760	1260

- 1) **Dureté:** La dureté de trois échantillons prélevés reste constante (224 Hv), ce qui confirme qu'il n'y a pas une ou des nouvelles phases qui ont lieu suite au fluage sans charge.
- 2) **Observation au MEB:** Les microstructures des 4 échantillons sont illustrées dans la figure 5. Même si la qualité d'attaque est médiocre pour les échantillons 3 et 4, on peut comme même constater que la microstructure n'a pas changé de morphologie. Mais il y a une légère augmentation des tailles des précipités à partir du troisième échantillon. Ce constat est un confirmer, ce qui sera l'objet de



**3). Analyse d'image:** Les images sont analysés par Imagej Analysis afin d'estimer la distribution des précipités selon leurs diamètre équivalent. Voir figure 6

Le diamètre équivalent des précipités dans la condition de livraison varie de 20 nm et 500 nm, avec une concentration autour de 30 nm et 150 nm ; ce résultat est prévisible puisqu'il y a deux morphologies de précipités.

Après un maintien à haute température, on constate une légère augmentation des précipités : de 200 nm maximale. Cette augmentation n'est pas négligeable, puisque les M23C6 vont augmenter au fur et au mesure jusqu'à coalescer entre eux, et dans ce cas des autres morphologies peuvent avoir lieu comme les phases des laves.

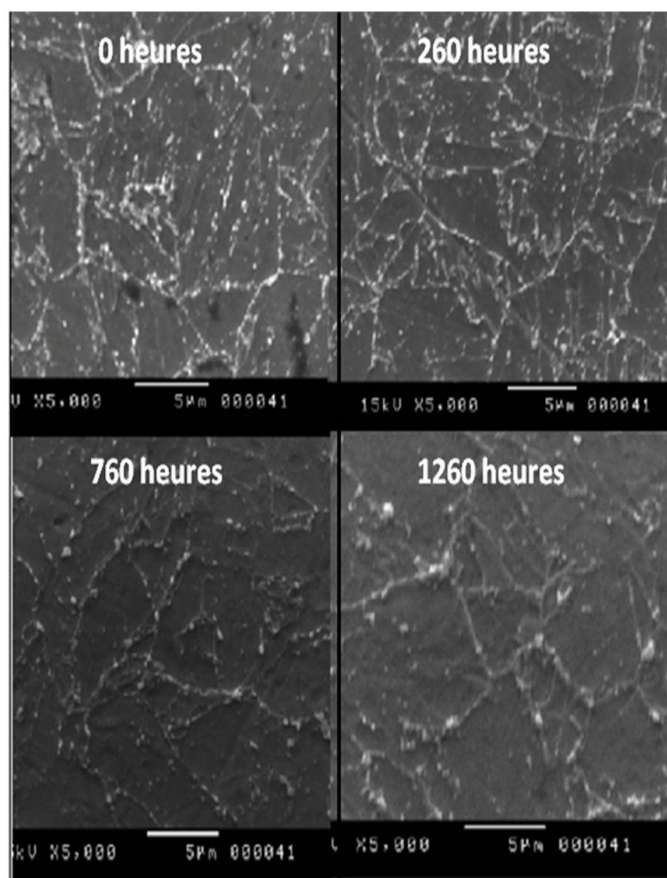
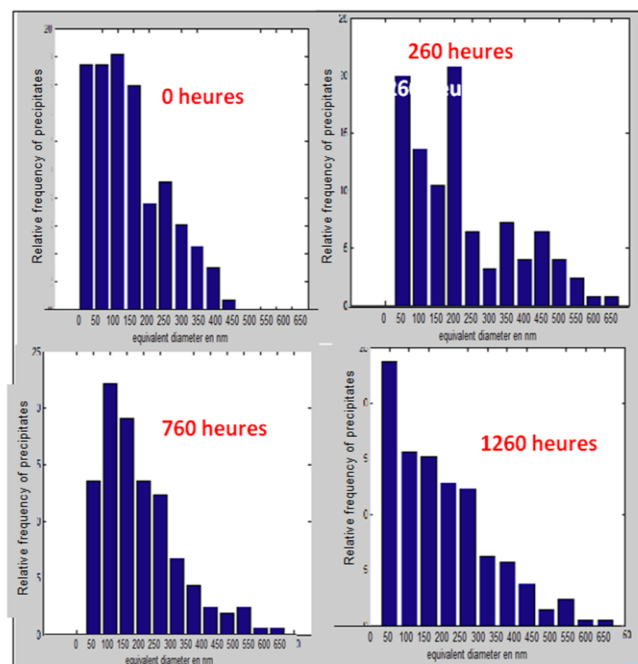


Figure 5. Illustration de différentes microstructures de l'acier T91 selon le temps d'exposition à 550°C



**D) . Conclusion :** Les informations collectées des échantillons prélevés du four indiquent un début de grossissement des précipités en fonction du temps. On doit suivre rigoureusement cette évolution afin de trouver l'éventuelle loi qu'elle suit ainsi que les mécanismes de grossissement. Le grossissement des précipités est la phase qui précède la coalescence et l'absorption des éléments de la matrice ce qui accélère le fluage de la matière probablement.

Des essais de fluage avec charge sont en cours de préparation, et qui seront présentés lors de la conférence, afin de déterminer la contribution de la charge dans l'évolution des mécanismes de dégradation du matériau.

#### REFERENCES

- [1] [1] Masuyama F., Matsui M. et Komai N., "Creep rupture behaviour of advanced 9-12%Cr steel weldment", Engineering materials, 2000, vols 171-174, pp99-108
- [2] [2] Clara Panait, Walter Bendick, A. Fuchsmann, Anne-Françoise Gourgues-Lorenzon, Jacques Besson. Study of the microstructure of the grade 91 steel after more than 100.000h of creep exposure at 600C
- [3] [3] ASTM A213 / A213M - 06a Standard Specification for Seamless Ferritic and Austenitic Alloy-Steel Boiler, Superheater, and Heat-Exchanger Tubes
- [4] [4] L. Cipolla, S. Caminada, D. Venditti, H. K. Danielsen, A. Di Gianfrancesco: Microstructural evolution of ASTM P91 after 100,000 hours exposure at 550°C and 600°C: 9th Conference on Materials for Advanced Power Engineering September 27th – 29th, (2010), Liège • Belgium
- [5] [5] Charlotte Kalck, Benjamin Fournier, Françoise Barcelo, Laurent Forest, Françoise Dalle, Pierre-François Giroux, Ivan Tournaire, Anne-Françoise Gourgues-Lorenzon, High temperature creep properties and microstructural

- [6] examinations of P92 welds
- [7] [6] Viswanathan R., Henri J.F., Tanzosh J. et al., "US Program on materials technology for Ultra-Supercritical coal power plants", *Journal of materials engineering et performance*, 2005, vol, 14, pp 281-292
- [8] [7] Vivier F., *Fluage à 500°C d'un joint soudé d'un acier 9Cr-1Mo modifié ; Evolution de la microstructure et comportement mécanique*, thèse de doctorat : ENSMP Centre des Matériaux, 2009, 287p
- [9] [8] ECCC datasheet (Ed.), European Creep Collaborative Committee, September 022005, 2005, pp. 51e52
- [10]