



**HAL**  
open science

# Etude micromécanique et caractérisation expérimentale du comportement et de l'endommagement de l'acier de cuve 16MND5 à basses températures

Raphaël Pesci

► **To cite this version:**

Raphaël Pesci. Etude micromécanique et caractérisation expérimentale du comportement et de l'endommagement de l'acier de cuve 16MND5 à basses températures. Sciences de l'ingénieur [physics]. Arts et Métiers ParisTech, 2004. Français. NNT : 2004ENAM0013 . pastel-00000980

**HAL Id: pastel-00000980**

**<https://pastel.hal.science/pastel-00000980>**

Submitted on 9 Sep 2010

**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.

Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers  
Centre de Metz

# THÈSE

présentée pour obtenir le titre de

**DOCTEUR**  
de  
**L'ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE**  
**D'ARTS ET MÉTIERS**

Spécialité : Mécanique et Matériaux

par

**Raphaël PESCI**

---

**ETUDE MICROMECHANIQUE ET CARACTERISATION EXPERIMENTALE**  
**DU COMPORTEMENT ET DE L'ENDOMMAGEMENT**  
**DE L'ACIER DE CUVE 16MND5 A BASSES TEMPERATURES**

---

*soutenue le 10 juin 2004 devant le jury composé de*

MM.	M.	FRANCOIS	Professeur au LASMIS-UTT, Troyes	Rapporteur
	P.	BOMPARD	Professeur à l'Ecole Centrale de Paris, Châtenay-Malabry	Rapporteur
	M.	BORNERT	Enseignant-chercheur au LMS-Ecole Polytechnique, Palaiseau	Examineur
	R.	MASSON	Ingénieur de recherche à EDF-CEA, Saint-Paul Lez Durance	Examineur
	M.	BERVEILLER	Professeur à l'ENSAM, Metz	Examineur
	K.	INAL	Maître de Conférences-HDR à l'ENSAM, Metz	Examineur

---

# ***REMERCIEMENTS***

Cette thèse étant le fruit d'une coopération entre EDF (centre des Renardières) et le LPMM-ENSAM de Metz, je voudrais remercier tout particulièrement toutes les personnes qui ont donné naissance à ce projet et y ont contribué par leur engagement de tous les instants.

Au département Matériaux et Mécanique des Composants d'EDF dans son ensemble, je tiens à exprimer toute ma gratitude pour avoir donné vie à ma thèse et avoir mis à ma disposition les nombreuses ressources dont il dispose. Je remercie tout spécialement Mr G. Rousselier, Mr R. Masson et Mr O. Diard, pour avoir toujours suivi avec grand intérêt l'avancement de mes travaux, pour m'avoir fait profiter de leur culture scientifique et pour avoir été toujours disponibles.

Je remercie également Mr P. Todeschini, Mr M. François et Mr A. Galtier, qui m'ont accueilli dans leur laboratoire avec une gentillesse et une disponibilité irréprochables.

Au LPMM-ENSAM de Metz, je remercie tout d'abord mon directeur de thèse Mr M. Berveiller, pour tous ses conseils et ses connaissances scientifiques.

Je voudrais ensuite remercier tout particulièrement les deux personnes qui ont été les plus importantes durant ces années de thèse, car sans elles, je ne serai pas là aujourd'hui.

A Marc Wary, je dis un grand merci pour m'avoir formé, entre autres, à toutes les techniques expérimentales et surtout pour m'avoir apporté toute l'aide dont j'avais besoin. Ensemble, nous avons pu résoudre tous les problèmes que nous avons rencontrés. Sans toi, beaucoup de choses n'auraient pas été possibles. Merci également pour ton amitié. Mes pensées se tournent plus précisément vers Mr K. Inal, qui a encadré mon travail au quotidien. Bien sûr, je le remercie pour m'avoir proposé une thèse aussi passionnante et novatrice, pour son soutien permanent, pour sa confiance et sa disponibilité irréprochables, son investissement personnel, son travail à mes côtés, ses innombrables conseils, ...

Mais je tiens surtout à souligner que je suis très fier d'avoir été l'un de ses premiers thésards, car il a le soucis constant de partager son savoir avec ceux qui l'entourent, et il fait un travail incroyable avec une passion inébranlable, passion pour la recherche qu'il m'a transmise. En un mot, Karim, merci pour tout.

Je souhaite maintenant associer dans un même remerciement Mr E. Patoor et Mme S. Berveiller, qui malgré leur travail et les nombreuses responsabilités qui leur incombent, ont toujours été disponibles pour me prodiguer de précieux conseils, tant sur la partie scientifique de ma thèse que sur ma vie de tous les jours au sein du LPMM-ENSAM de Metz.

Je remercie aussi Mr J.R. Klepaczko et Mr A. Rusinek, pour avoir été les premiers à me faire confiance dans le monde de la recherche, pour m'avoir fait profiter de leur culture scientifique et pour leur amitié.

Merci également à tous les membres du jury, pour avoir accepté de juger mes travaux de thèse, ma formation par la recherche.

J'exprime enfin toute ma reconnaissance à l'ensemble du personnel du LPMM et de l'ENSAM, pour leur gentillesse et leur accueil, à tous les thésards, pour l'aide et les conseils qu'ils m'ont apportés, leur amitié et tous les bons moments que nous avons passés ensemble, ainsi qu'à toutes celles et ceux qui ont contribué de près ou de loin au bon déroulement de ma thèse, et que j'ai oubliés - bien malgré moi - de citer.

Merci à vous tous.

Raphaël Pesci



# SOMMAIRE

Introduction générale	7
<b><u>Chapitre I. Recherche bibliographique</u></b>	
A. Mécanismes de rupture dans les aciers et les principaux modèles associés	13
<b>A.1. La rupture ductile</b>	<b>13</b>
A.1.1. Les mécanismes de la rupture ductile	13
A.1.2. Modélisation de la rupture ductile	15
<b>A.2. La rupture fragile de type clivage</b>	<b>17</b>
A.2.1. Les mécanismes de la rupture par clivage	17
A.2.2. Modélisation de la rupture par clivage	19
<b>A.3. Rupture intergranulaire</b>	<b>26</b>
B. Rupture de l'acier de cuve bainitique 16MND5	27
<b>B.1. Points d'initiation</b>	<b>27</b>
<b>B.2. Influence de la température</b>	<b>29</b>
<b>B.3. Le rôle des inclusions de sulfure de manganèse</b>	<b>30</b>
Conclusion	35
Références	37
<b><u>Chapitre II. Matériaux étudiés et procédures expérimentales</u></b>	
A. Présentation du matériau	45
<b>A.1. L'acier de cuve bainitique 16MND5</b>	<b>45</b>
<b>A.2. Propriétés mécaniques</b>	<b>48</b>
B. Procédures expérimentales (essais de traction)	50
<b>B.1. Essais de traction séquencés à basses températures</b>	<b>50</b>
B.1.1. Présentation de la machine de traction MTS	50
B.1.2. Essais de traction à -60°C	51
<b>B.2. Essais de traction in-situ à basses températures</b>	<b>56</b>
B.2.1. Présentation de la machine de traction in-situ	56
B.2.2. Essais réalisés (-150°C)	59

Conclusion	65
Références	67

### **Chapitre III. Analyse de contraintes par diffraction des rayons X**

A. Introduction : pourquoi la DRX ? Définition des différentes échelles	73
B. Méthodes de détermination des contraintes par DRX	76
<b>B.1. La méthode des <math>\sin^2 \psi</math></b>	<b>76</b>
<b>B.2. Analyse de contraintes par orientations cristallographiques</b>	<b>80</b>
C. DRX : contraintes interphases et déformations $e_{fy} = f(\sin^2 \psi)$	82
<b>C.1. Détermination des contraintes résiduelles après plusieurs pré-déformations</b>	<b>82</b>
C.1.1. Conditions expérimentales	82
C.1.2. Analyse des textures cristallographiques	83
C.1.3. Détermination des contraintes interphases	84
<b>C.2. Hétérogénéité des contraintes dans la ferrite</b>	<b>86</b>
<b>C.3. Détermination des contraintes par orientations cristallographiques</b>	<b>87</b>
D. Détermination des contraintes lors de la sollicitation de l'acier 16MND5	89
<b>D.1. Mise en place du système de mesure in-situ</b>	<b>89</b>
<b>D.2. Premiers essais in-situ réalisés à -150°C</b>	<b>92</b>
Conclusion	97
Références	99

### **Chapitre IV. Distribution des contraintes - Modélisation polycristalline**

A. Modélisation polycristalline avec transition d'échelle	105
<b>A.1. Comportement du monocristal ferritique</b>	<b>105</b>
A.1.1. Détermination des systèmes actifs	105
A.1.2. Etablissement de la loi de comportement	107
<b>A.2. Comportement du monocristal bainitique (ferrite/cémentite)</b>	<b>109</b>
A.2.1. Choix du modèle de Mori-Tanaka : pertinence de ce modèle	109
A.2.2. Contraintes et déformations dans chaque phase	110
A.2.3. Etude paramétrique	112
<b>A.3. Passage au polycristal : modèle autocohérent</b>	<b>116</b>
<b>A.4. Implémentation de la décharge dans le modèle</b>	<b>117</b>

B. Couplage modèle/expérience	118
<b>B.1. Identification des paramètres avec un essai de traction à -60°C</b>	<b>118</b>
<b>B.2. Etats de contrainte après décharge</b>	<b>119</b>
<b>B.3. Evolution des textures cristallographiques au cours du chargement</b>	<b>121</b>
<b>B.4. Simulation des courbes <math>e_{fy} = f(\sin^2 \gamma)</math></b>	<b>123</b>
Conclusion	129
Références	131

## **Chapitre V. Comportement et endommagement - Influence de la température**

A. Comportement et rupture de l'acier 16MND5 à basses températures	137
<b>A.1. Essais de traction</b>	<b>137</b>
A.1.1. Essais séquencés à -60°C et -80°C : mode de rupture ductile	137
A.1.2. Essais de traction séquencés à -120°C et -150°C	143
A.1.3. Essais de traction séquencés à -196°C	148
A.1.4. Analyse EBSD du faciès de l'essai in-situ à -150°C	151
<b>A.2. Analyse de contraintes par DRX</b>	<b>154</b>
B. Modélisation de l'endommagement et de la rupture	157
<b>B.1. Identification de la cission critique avec la température</b>	<b>157</b>
<b>B.2. Déformations intergranulaires <math>e_{fy} = f(\sin^2 \gamma)</math> calculées par le modèle polycristallin</b>	<b>159</b>
B.2.1. Evolution des $e_{fy} = f(\sin^2 \gamma)$ avec la déformation macroscopique	159
B.2.2. Influence de la température sur le niveau des déformations $e_{fy}$	161
<b>B.3. Critères de rupture introduits dans le modèle</b>	<b>163</b>
B.3.1. Rupture à contrainte macroscopique constante	163
B.3.2. Critère cristallographique de rupture par clivage	164
Conclusion	167
Références	169
Conclusion générale	171

## **Annexes**

<b>Annexe A : les différents types de MnS dans l'acier de cuve 16MND5</b>	<b>177</b>
<b>Annexe B : méthode d'analyse monocristalline (Ortner)</b>	<b>179</b>
<b>Annexe C : la matrice d'écroissage <math>H^{sq}</math></b>	<b>183</b>
<b>Annexe D : les champs de déformation locaux</b>	<b>185</b>
<b>Annexe E : les modèles de Mori-Tanaka, autocohérent et de Hashin-Strikman</b>	<b>189</b>
<b>Annexe F : influence de la texture initiale sur les déformations <math>e_{fy}</math></b>	<b>193</b>
<b>Annexe G : influence de la déformation macroscopique et de la température sur le niveau des déformations <math>e_{fy}</math></b>	<b>197</b>
<b>Annexe H : influence de la texture initiale sur le critère de rupture par clivage</b>	<b>199</b>

---

## Introduction générale

---

En 1934, Frédéric et Irène Joliot-Curie décidèrent d'effectuer l'expérience suivante : ils bombardèrent des noyaux stables d'aluminium  ${}^{27}_{13}\text{Al}$ , formés de 13 protons et 14 neutrons, par des particules alpha de 5MeV. Ils montrèrent ainsi que ces noyaux étaient transmutés en noyaux d'un nouvel élément qui était radioactif, émettant des rayonnements constitués d'électrons, tout comme certains radioéléments naturels connus : la première pierre du vaste édifice de la chimie nucléaire était posée. Après deux décennies de recherches dont la fécondité n'était connue que de quelques initiés, l'humanité prit conscience de son entrée dans une ère nouvelle, l'ère nucléaire, et des formidables quantités d'énergie qu'elle était désormais capable de produire. Les applications directement liées à cette énergie atomique furent rapidement multiples, mais la plus importante, et de loin, reste la production d'électricité à très grande échelle.

Cette technologie fait appel à de nombreux domaines d'étude pour pouvoir fonctionner : la métallurgie, la physique des particules, la thermique, ..., ainsi que la mécanique des matériaux. Pour provoquer des changements au sein des noyaux (fission, fusion), les énergies à mettre en jeu sont considérables et les variations de température qui en résultent très importantes. De plus, bien que l'industrie nucléaire soit considérée comme l'une des plus sûres, les craintes soulevées dans l'opinion par le risque d'accidents potentiels graves (comme celui survenu, hélas, à Tchernobyl en 1986) imposent des conditions de sécurité draconiennes. La protection contre les risques propres à cette activité (réalisation intempestive d'une chaîne divergente, irradiation externe et contamination provenant d'accidents sur les réacteurs) fait donc l'objet d'une attention toute particulière : doublement des organes de

sécurité, interposition de barrières étanches successives entre le combustible radioactif et les populations, ... La première de ces barrières est la gaine du combustible, la seconde étant constituée par les parois du circuit primaire (cuve, tuyauteries, pompes) : enfin, l'ensemble du réacteur et du circuit primaire est placé dans un bâtiment étanche servant d'enceinte de confinement et calculé pour contenir la radioactivité dans le cas extrême d'un accident très sérieux. D'où la nécessité de mettre au point des matériaux toujours plus performants ...

### **Contexte et objectifs**

La production d'énergie nucléaire s'est donc considérablement développée ces cinquante dernières années, grâce en partie à l'amélioration des conditions de sécurité, et tout particulièrement celles des structures, rendue possible par les progrès réalisés dans le domaine des systèmes de contrôle et de mesure ainsi que ceux de la mécanique des matériaux. Elle constitue aujourd'hui la principale source d'énergie de notre pays, ce qui nécessite une attention de tous les instants, et notamment en ce qui concerne le vieillissement des composants des réacteurs en service. Alors que la plupart de ces réacteurs vont devoir être remplacés autour de 2010 (leur durée maximale d'exploitation étant atteinte), les aciers de cuve représentent un enjeu très important, car se pose aujourd'hui la question de leur remplacement par de nouveaux matériaux. Dans ce contexte bien particulier, EDF a lancé de vastes programmes de recherche expérimentaux et numériques, afin d'analyser et de prédire le comportement et les mécanismes de rupture de l'acier de cuve de Réacteur à Eau Pressurisée (REP) 16MND5, et ceci en fonction de la température : c'est le cas de REVE, CENTENAIRE, PERFECT et Ma\_MiE.

Les développements numériques (éléments finis, micromécanique, ...) et les avancées technologiques récentes (nature, précision et qualité des mesures) offrent la possibilité de réaliser des analyses multi-échelles sur des matériaux de plus en plus complexes et performants : ils permettent de mettre en évidence les différentes hétérogénéités, que ce soit à l'échelle macroscopique ou cristallographique, et peuvent donc conduire à une meilleure prise en compte des mécanismes physiques dans les modélisations. Le travail de recherche visé durant la thèse s'inscrit justement dans une démarche où la caractérisation expérimentale est menée parallèlement à la construction d'une modélisation polycristalline, afin d'établir le comportement et l'endommagement du matériau à l'échelle cristallographique, aux points bas de la transition fragile-ductile mais surtout aux basses températures  $[-196^{\circ}\text{C}; -60^{\circ}\text{C}]$  : cet intervalle d'étude (domaine fragile) permet de caractériser les propriétés mécaniques de cet acier dans des conditions d'utilisation assez particulières (refroidissement du réacteur

nucléaire, perte de réfrigérant primaire, ...), car sous l'effet de l'irradiation, sa courbe de résilience est décalée vers les hautes températures. Des outils très performants et parfaitement adaptés au type de microstructure rencontré sont utilisés pour mener des approches de plus en plus locales, afin d'identifier les mécanismes qui s'activent à l'échelle microscopique, pour mieux comprendre et prédire le comportement du matériau à l'échelle macroscopique. Ce couplage modèle/expérience permet d'identifier directement des critères locaux pertinents, tout en testant la sensibilité et la validité du modèle.

### **Démarche adoptée**

Pour mieux définir les objectifs de la thèse et faire le point sur les recherches qui ont déjà été entreprises, une synthèse bibliographique a tout d'abord été réalisée sur les différents modes d'endommagement observés dans les métaux à basses températures (en mettant l'accent sur les mécanismes intervenant dans la rupture fragile de l'acier 16MND5), ainsi que sur les divers modèles existants (chapitre I).

La microstructure et les propriétés mécaniques du matériau d'étude sont ensuite caractérisées, et les différentes procédures expérimentales (essais de traction interrompus et in-situ entre -196°C et -60°C) qui ont permis de mettre en évidence son comportement et le type d'endommagement qu'il a subi (en particulier les différents modes de rupture) sont définies.

Le troisième chapitre est dédié aux différentes méthodes diffractométriques qui permettent de déterminer les états de contrainte (par phase ou par orientations cristallographiques) et d'analyser les textures cristallographiques. Le système d'analyse de contrainte in-situ instrumenté en température est également présenté, avec les premiers résultats obtenus à basses températures.

Le chapitre suivant est consacré à la modélisation polycristalline qui est développée parallèlement à la caractérisation expérimentale de l'acier 16MND5. La loi de comportement d'un monocristal bainitique (ferrite/cémentite) ainsi que le passage au polycristal sont d'abord présentés, puis les quelques paramètres du modèle sont identifiés avec les essais de traction réalisés.

Enfin, dans la dernière partie (chapitre V), l'effet de la température sur le comportement et la rupture par clivage sont étudiés : ils permettent de coupler l'observation du matériau (essais de traction et fractographie) avec les états de contrainte interne obtenus par DRX, afin d'établir des critères de comportement et d'endommagement pertinents. La rupture est

également introduite dans le modèle, par l'intermédiaire d'un critère de clivage cristallographique.

Je terminerai ce document par un petit bilan du travail effectué au cours de la thèse, et j'évoquerai également les suites qui vont y être apportées (valorisation des résultats, développements envisagés).

### **Mots-clés**

Microstructure ; matériau biphasé ; essais de traction in-situ ; microscopie électronique ; diffraction des rayons X ; comportement ; contraintes internes ; mécanismes d'endommagement ; influence de la température ; modélisation polycristalline.



# **Chapitre I**

## **Recherche bibliographique**



---

## Recherche bibliographique

---

Dans ce chapitre, nous allons présenter différents modèles de rupture existants, en mettant l'accent sur la rupture fragile et ses aspects cristallographiques. Puis, nous verrons plusieurs études de fractographie déjà réalisées sur l'acier de cuve 16MND5.

### A. Mécanismes de rupture dans les aciers et les principaux modèles associés

#### A.1. La rupture ductile

##### A.1.1. Les mécanismes de la rupture ductile

La déchirure ductile est le mode de rupture des aciers à « haute » température. Les paramètres mécaniques dont dépend la rupture ductile sont la déformation plastique et la triaxialité des contraintes. Dans le cas des aciers faiblement alliés, elle se déroule en trois étapes : l'amorçage de cavités sur des particules de seconde phase (inclusions ou précipités), la croissance de ces cavités lorsque la déformation plastique  $e^P$  augmente, et enfin leur coalescence qui provoque la rupture du matériau (cf figure I-1).

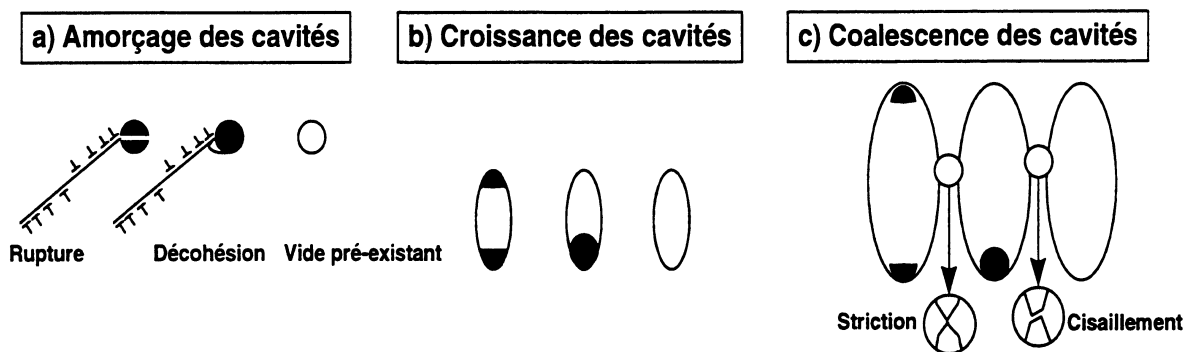


Figure I-1 : représentation schématique des trois stades de la rupture ductile ([1] Miannay)

## .. Amorçage

Les éléments mis en cause dans la formation de cavités sont les particules de seconde phase : elles s'amorcent soit par rupture de la particule, soit par décohésion de l'interface matrice-particule. Dans le cas des aciers de cuve REP, où les particules en cause sont généralement des inclusions de sulfure de manganèse, [2] Mudry a pu dégager un critère général de formation de cavités.

La contrainte critique de germination est définie par la relation :

$$\mathbf{s}_{cg} = \mathbf{s}_I + \mathbf{a} \cdot (\mathbf{s}_{eq} - \mathbf{s}_y),$$

avec  $\mathbf{s}_{cg}$  la contrainte critique de germination,  $\mathbf{a}$  le coefficient fonction de la forme des particules,  $\mathbf{s}_I$  la plus grande contrainte principale,  $\mathbf{s}_{eq}$  la contrainte équivalente de Von Mises et  $\mathbf{s}_y$  la limite d'élasticité.

D'une manière générale, plus la taille des inclusions est importante, plus la germination est aisée.

## .. Croissance

Les cavités ainsi formées croissent sous l'effet combiné de la déformation plastique et de la triaxialité des contraintes. Le cas d'une cavité sphérique isolée dans une matrice parfaitement plastique a été étudié notamment par [3] Rice et Tracey, qui proposent l'expression :

$$\frac{dR}{R_0} = 0,283 \cdot \exp\left(1,5 \cdot \frac{\mathbf{s}_m}{\mathbf{s}_y}\right) d\mathbf{e}_{eq}^P \quad (1)$$

avec  $R$  le rayon actuel moyen de la cavité,  $R_0$  le rayon initial de la cavité,  $\mathbf{e}_{eq}^P$  la déformation plastique équivalente et  $\mathbf{s}_m$  la contrainte hydrostatique.

## .. Coalescence

L'instabilité des ligaments entre les cavités provoque une rupture, soit par striction, soit par cisaillement. [4] Perrin et Leblond notent le rôle des cavités plus petites qui ont pour effet d'accélérer la croissance et la coalescence des cavités de plus grande taille.

On trouve principalement deux catégories d'approche proposées pour décrire la rupture (voir pour exemple [5] Benzerga *et al.*) : celles basées sur l'atteinte d'un chargement limite

local, et celles basées sur l'existence d'une localisation de la déformation. [6] Bauvineau présente une synthèse intéressante des modèles élaborés pour décrire la rupture ductile.

### A.1.2. Modélisation de la rupture ductile

#### **Modèle de rupture ductile de Beremin**

Un taux de croissance critique des cavités  $(R/R_0)_c$ , caractéristique du matériau, est proposé pour rendre compte de la rupture ([7] D'Escatha et Devaux, [8] Beremin). La loi de croissance est ici celle proposée par [3] Rice et Tracey : elle a ensuite été étendue au cas d'un matériau écrouissable, en remplaçant la limite d'élasticité  $\sigma_y$  par la contrainte équivalente de Von Mises  $\sigma_{eq}$  (cf (1)). La fraction volumique des cavités  $f_0$  n'intervient pas directement dans le critère, car le rayon initial des cavités  $R_0$  est arbitraire ; seul compte le taux de croissance critique  $(R/R_0)_c$  qui traduit (entre autres) l'effet de la porosité  $f$  (il est de l'ordre de deux pour les aciers ferritiques).

Il est à noter que ce modèle ne peut pas prendre en compte les interactions entre les cavités.

Un tel modèle est dit «découplé », car le calcul de l'endommagement est effectué après un calcul purement élastoplastique de la structure étudiée. De manière générale, pour ce genre de modèle, on suppose que le comportement global du matériau n'est pas affecté par l'endommagement. L'instabilité au moment de la rupture peut être décrite par une valeur critique d'un paramètre d'endommagement. Dans le modèle de Beremin, ce paramètre d'endommagement est le taux de croissance des cavités  $(R/R_0)$ .

#### **Modèles couplés**

Les modèles de description de la rupture ductile qui reposent sur la mécanique des milieux poreux sont dits «couplés », car l'endommagement est couplé au comportement plastique du matériau. Dans ces modèles, le stade de croissance des cavités est décrit par des potentiels plastiques dans lesquels interviennent la triaxialité des contraintes et la porosité du matériau.

#### **Modèle de Gurson-Tvergaard-Needleman (GTN)**

[9] Gurson a étudié différentes géométries de cavités et a défini pour chacune un potentiel plastique, à partir d'un modèle microstructural. La matrice est considérée comme rigide et

parfaitement plastique. Pour des cavités sphériques, [10] Tvergaard et Needleman montrent que le potentiel plastique  $\Phi$  a pour expression :

$$\Phi = \frac{\mathbf{s}_{eq}^2}{\mathbf{s}_0^2} + 2f^* \cdot q_1 \cdot \cosh\left(1,5 \cdot \frac{q_2 \cdot \mathbf{s}_m}{\mathbf{s}_0}\right) - (1 + q_3 f^{*2}) = 0$$

$f^*$  est la fraction volumique effective et décrit l'étape de la coalescence des cavités, pour des matériaux avec des fractions volumiques faibles ;  $q_1$ ,  $q_2$  et  $q_3$  sont des paramètres introduits afin d'éviter de surévaluer la ductilité (non prise en compte de l'interaction entre les cavités) {[11] Tvergaard}.

### Modèle de Rousselier

Rousselier ([12] et [13]) a élaboré ce modèle en se basant sur une approche thermodynamique des milieux continus. Il considère l'endommagement comme une variable interne et repose sur deux hypothèses :

- les variables d'écrouissage  $p$  et d'endommagement  $\mathbf{b}$  sont des scalaires (hypothèse d'isotropie).
- le potentiel plastique  $F$  est de la forme :

$$F = \frac{\mathbf{s}_{eq}}{\mathbf{r}} - R(p) + \frac{\mathbf{s}_1 \cdot f_0 \cdot \exp(\mathbf{b})}{1 - f_0 + f_0 \cdot \exp(\mathbf{b})} \cdot D \cdot \exp\left(\frac{\mathbf{s}_m}{\mathbf{r} \mathbf{s}_1}\right) = 0$$

$\mathbf{r}$  est le rapport de la densité actuelle sur la densité initiale,  $R(p)$  la contrainte d'écoulement du matériau non endommagé,  $\mathbf{b} = p \cdot \exp[\mathbf{s}_m / (\mathbf{r} \mathbf{s}_1)]$  le paramètre d'endommagement,  $D$  la constante d'intégration comprise entre 1,5 et 2 et indépendante du matériau, du moins pour une faible porosité initiale ( $f_0 < 10^{-3}$ ). Enfin,  $\mathbf{s}_1$  est la résistance de la matrice à la déchirure ductile : en général, cette contrainte a pour valeur  $\mathbf{s}_1 = (R_{p0,2} + R_m) / 3$ .

Il y a donc quatre paramètres dans ce modèle, qui peut être utilisé dans un code de calcul par éléments finis, pour décrire par exemple la déchirure stable d'éprouvettes fissurées. Il faut alors introduire un autre paramètre : la taille de maille. Elle est théoriquement choisie en fonction du volume élémentaire représentatif de la rupture, défini par exemple par la distance entre les inclusions.

Avec les modèles couplés, il n'est pas nécessaire de définir une valeur critique de la variable d'endommagement, pour obtenir l'amorçage et ensuite la propagation de fissure : ils se produisent naturellement, lorsque l'adoucissement dû à la croissance des cavités l'emporte sur l'écroutissage du matériau. Il en résulte une instabilité mécanique, qui se traduit notamment par un effondrement des contraintes transmises par la zone fortement endommagée.

Ces modèles sont néanmoins tous basés sur des approches phénoménologiques : il manque donc une approche plus «physique », qui prend en compte l'aspect polycristallin du matériau dans le couplage comportement/endommagement.

## **A.2. La rupture fragile de type clivage**

### **A.2.1. Les mécanismes de la rupture par clivage**

Le clivage est le principal mode de rupture des aciers à basses températures. Il se caractérise par une décohésion de deux plans cristallographiques parallèles sous l'action d'une contrainte de traction. Il est généralement considéré comme contrôlé par la contrainte, étant donné que la contrainte normale doit dépasser une valeur critique pour qu'il y ait clivage (voir [14] Curry et Knott, [15] M'cirdi). Le déclenchement d'une fracture de clivage nécessite la présence dans le matériau de défauts locaux ou de structures de dislocations, qui peuvent engendrer des concentrations de contraintes suffisamment grandes pour dépasser la résistance cohésive du matériau.

Le mécanisme de rupture par clivage peut être décomposé en trois étapes (cf figure I-2) :

#### **1- Création d'un germe de microfissure**

Un empilement de dislocations se crée sur un obstacle (macule, joint de grain, particule...) et exerce localement une contrainte de traction correspondant à la valeur critique de décohésion des plans cristallographiques (de l'ordre du dixième de module d'Young ( $\sim E/10$ ) : initiation de fissure ([1] Miannay).

#### **2- Amorçage d'une microfissure dans le grain**

Après rupture de l'obstacle en question, la microfissure s'amorce dans le grain.

### 3- Développement de la microfissure et franchissement des barrières microstructurales

Une contrainte normale critique  $s_g$  (de l'ordre du centième de module d'Young ( $\sim E/100$ ) : propagation de fissure) permet à la microfissure de se développer et de franchir les barrières microstructurales (joints de grain, de latte ...).

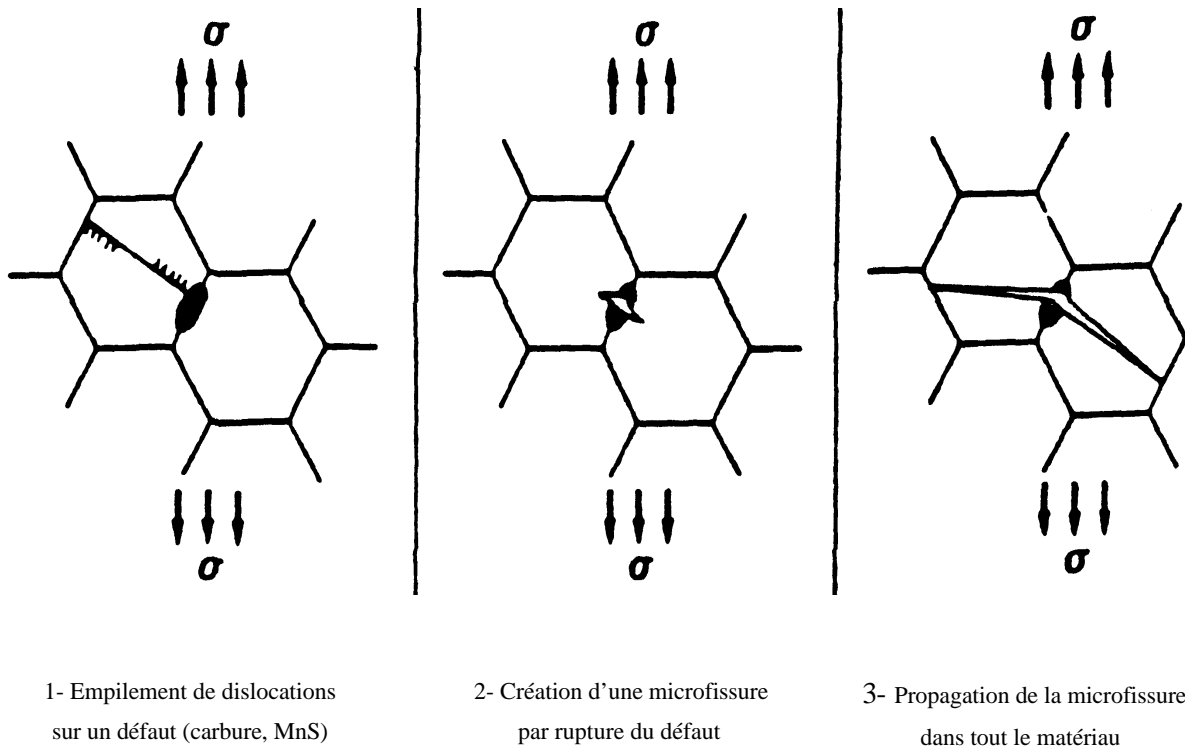


Figure I-2 : étapes de la rupture par clivage contrôlée par la propagation de microfissure dans le cas d'un précipité se situant au niveau d'un joint de grain ([16] Wallin *et al.*)

Toutefois, lorsque la rupture par clivage est contrôlée par la germination d'un défaut, les étapes 2 et 3 sont confondues.

La contrainte critique  $s_g$  peut être reliée à la longueur  $a_g$  de la microfissure créée sur un défaut et à l'énergie de surface effective  $g_p$  nécessaire à la propagation de la microfissure, par les équations de Griffith-Orowan ([17] Curry et Knott) :

$$s_g = \sqrt{a \cdot \frac{E g_p}{a_g}}$$



$E$  est le module d'Young,  $\alpha$  le coefficient fonction de la forme de la microfissure et  $g_p$  l'énergie de surface effective telle que  $g_p = g_s + W_p$ , où  $g_s$  est l'énergie de surface correspondant à la cohésion du réseau (considérée constante) et  $W_p$  le travail plastique permettant la propagation de la microfissure de demi-longueur  $a_g$ .

Les défauts susceptibles de provoquer une rupture par clivage sont de différentes natures. Les ruptures par clivage peuvent être causées par un empilement de dislocations sur une macule ([18] Zener, [19] Stroh), une combinaison de deux dislocations glissiles en une dislocation sessile ([20] Cottrell), et/ou une fissuration des particules de seconde phase, telles que les carbures ([21] Smith). Pour les aciers doux, ([22] Petch) a suggéré que la taille des grains et/ou des carbures est une caractéristique qui contrôle la rupture par clivage. Dans le cas de microstructures plus complexes, telles que celles des aciers bainitiques, la taille des paquets de lattes (qui résultent de la division d'anciens grains d'austénite ([23] Brozzo *et al.*)), ou la largeur des lattes ([24] Naylor) sont retenues comme facteurs contrôlant la rupture par clivage. Plus récemment, certains auteurs ont montré que des inclusions de sulfure de manganèse (MnS) pourraient être à l'origine de ruptures par clivage, dans les aciers bainitiques ([25] Rosenfield *et al.*, [26] Mäntylä *et al.*).

Ce mécanisme de rupture survient généralement après une déformation macroscopique faible, et est favorisé par une diminution de la température, une forte triaxialité des contraintes ou une augmentation de la vitesse de déformation.

### A.2.2. Modélisation de la rupture par clivage

Les modèles qui se basent uniquement sur le comportement purement élastique sont pris en défaut, car pour les fissures, la plasticité est nécessaire afin de déclencher une amorce de rupture par clivage qui conduira ensuite à la rupture totale de l'éprouvette.

Dans les polycristaux, les dislocations sont bloquées par les joints de grain et viennent s'empiler contre eux : elles forment alors des empilements confinés aux plans de glissement.

Pour un empilement de  $n$  dislocations, on intensifie la cission appliquée  $t_a$  en tête d'empilement :

$$t_{observée} = n.t_a$$

### Modèle de Zener-Stroh

Zener et Stroh proposent un premier mécanisme de microfissuration : dans ce modèle, un empilement unique de dislocations coin sur un joint de grain provoque une microfissure dans le grain adjacent (cf figure I-3).

La germination peut être obtenue soit par coalescence de deux dislocations en tête d'empilement (qui entraîne une amorce de microfissure), soit par l'atteinte de la valeur critique de décohésion par la contrainte normale en tête d'empilement.

Dans ce cas, la contrainte a pour expression :

$$s = t_{eff} \cdot (L/2r)^{1/2} \cdot f(q)$$

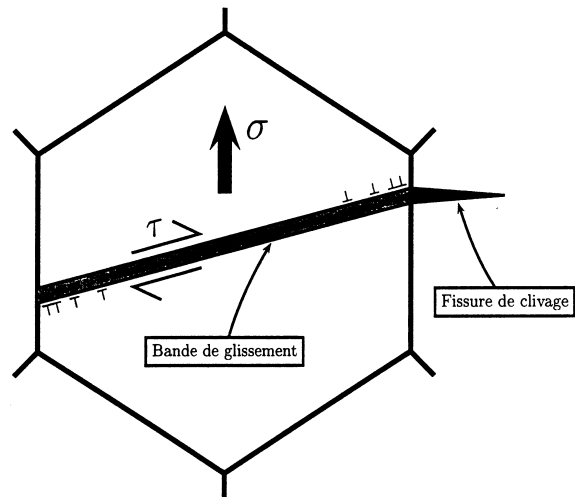


Figure I-3 : modèle de Zener-Stroh

$r$  et  $q$  sont les coordonnées cylindriques par rapport à l'extrémité d'empilement de longueur  $2L$  ;  $t_{eff} = (t - t_i)$ , où  $t$  est la cission résolue et  $t_i$  la friction de réseau.

Cette contrainte normale, maximale dans un plan situé approximativement à  $70^\circ$  du plan de glissement activé, atteint la valeur critique pour une valeur de la cission effective proportionnelle à  $(g_s/L)^{1/2}$ .

Pour ce modèle, l'amorçage est l'étape critique : une fois cette étape réalisée, la microfissure se propage obligatoirement dans le grain. Ce mécanisme de clivage est

contrôlé par la germination, et peut être régi par une valeur de cission critique proportionnelle à  $d^{-1/2}$ , où  $d$  est la taille du grain reliée directement à la taille  $2L$  des empilements.

## Effets des carbures

### Modèle de Smith

En 1966, Smith propose un nouveau mécanisme de germination par empilement de dislocations sur une particule fragile (généralement un carbure) située dans un joint de grain, provoquant la rupture et donc la création d'une microfissure dans cette particule (cf figure I-4). L'analyse de Smith prend en compte la contribution des dislocations de l'empilement dans l'effort, pour propager la fissure.

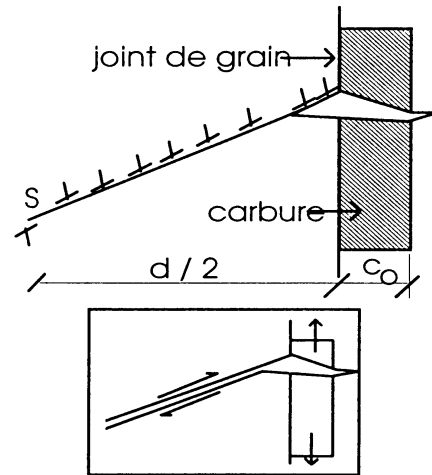


Figure I-4 : modèle de Smith

Le bilan énergétique conduit à la relation suivante :

$$\left(\frac{C_0}{d}\right) s_c^2 + (t_a - t_i)^2 \cdot \left[1 + \left(\frac{4}{p}\right) \left(\frac{C_0}{d}\right)^{1/2} \cdot \left(\frac{t_i}{t_a - t_i}\right)\right] = \frac{4E \cdot g_s}{p \cdot (1 - n^2) \cdot d},$$

où  $s_c$  est la contrainte de traction extérieure nécessaire à la propagation,  $C_0$  l'épaisseur du carbure,  $t_a$  la cission appliquée,  $t_i$  la cission interne et  $d$  la taille du grain.

Cette équation prédit que des carbures grossiers conduisent à des contraintes de clivage faibles, et que ces contraintes sont indépendantes de la taille du grain. En fait, ceci n'est pas en contradiction avec la dépendance de la contrainte de clivage avec la taille de grain observée expérimentalement, car l'épaisseur des carbures est directement liée à la taille du grain (le sens de variation est identique) : les grains fins ont ainsi une contrainte de clivage très élevée.

Le carbure étant un matériau intrinsèquement fragile, il se trouve rompu sur toute son épaisseur  $C_0$ . La fissure se propage ensuite dans le grain voisin sous l'action combinée de l'empilement et de la contrainte appliquée, et sous la cission :

$$t = k_y \cdot \sqrt{E \cdot g_s} \cdot d^{-1/2},$$

avec  $k_y$  : constante de Hall-Petch.

### Autres approches

Si l'on néglige le terme lié à l'empilement de dislocations, on trouve une relation analogue à celle de Griffith-Orowan ([17] Curry et Knott), qui correspond à la propagation instable d'une fissure dans le cadre de la mécanique linéaire de la rupture. La contrainte critique  $s_g$  est reliée à la longueur  $a_g$  de la microfissure créée sur un défaut et à l'énergie de surface effective  $g_p$  nécessaire à la propagation de la microfissure :

$$s_g = \sqrt{\mathbf{a} \cdot \frac{E' \cdot g_p}{\mathbf{p} \cdot a_g}},$$

où  $\mathbf{a}$  est le coefficient fonction de la forme de la microfissure ( $\mathbf{a} = \mathbf{p}/2$  pour une fissure circulaire, et  $2/\mathbf{p}$  pour une fissure traversante) et  $E' = E$  ou  $\frac{E}{1-\mathbf{n}^2}$ , pour un état respectivement de contraintes ou de déformations planes.

Cette expression a été utilisée avec succès ([17] Curry et Knott), pour expliquer la dépendance de la contrainte de clivage avec la taille des carbures, dans le cas d'aciers doux renfermant des carbures sphériques aux joints de grains.

Il est depuis reconnu que le clivage des aciers doux peut être piloté par la propagation instable dans la matrice ferritique, de défauts se comportant comme des fissures de Griffith. Ceux-ci apparaissent avec l'aide de la déformation plastique, sur des hétérogénéités microstructurales. Pour les microstructures simples, les carbures semblent être responsables de la rupture par clivage. En revanche, pour les microstructures plus complexes comme la bainite, si le caractère contrôlé par la propagation n'est pas remis en cause, la nature des sites

d'initiation du clivage diffère selon les auteurs : certains suggèrent les paquets de lattes comme défauts critiques ([23] Brozzo *et al.*, [27] Bouyne *et al.*), d'autres les carbures ([28] Saario *et al.*).

### Modèle de Cottrell

Cottrell a suggéré un autre mécanisme de germination en 1958 : la microfissure est amorcée par coalescence de dislocations sessiles à l'intersection de deux empilements de dislocations glissiles, qui conduit à la formation de super-dislocations formant une paroi (cf figure I-5).

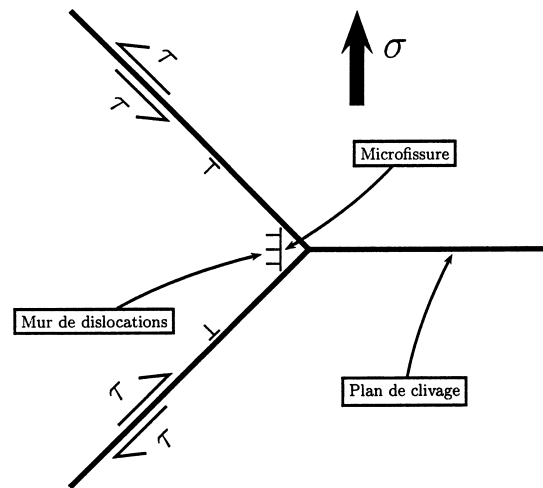


Figure I-5 : modèle de Cottrell

L'énergie potentielle liée à la propagation de cette microfissure est donnée pour une épaisseur unité par la relation :

$$U = \frac{m(n.b)^2}{4p.(1-n)} \cdot \ln\left(\frac{R}{a}\right) + 4g_s.a - \frac{s^2.(1-n^2)}{E} - s.n.b.a,$$

où  $b$  est le vecteur de Burgers,  $n$  le nombre de dislocations de chacun des deux empilements qui sont venues coalescer en des dislocations de vecteur de Burgers  $b$ ,  $s$  la sollicitation de traction exercée à une très grande distance,  $2a$  la longueur de la fissure,  $R$  le rayon d'influence,  $n$  le coefficient de Poisson et  $m$  le module de cisaillement.

Le premier terme représente l'énergie de la super-dislocation de vecteur de Burgers  $n.b$  ; le deuxième terme caractérise l'énergie de surface effective lors de la propagation ; le troisième terme désigne l'énergie de déformation de la fissure ; enfin, le dernier terme correspond au travail des forces extérieures, le déplacement moyen étant égal à  $n.b.a$ .

Cottrell a effectué un bilan énergétique d'avancée de fissure. Lorsque l'énergie passe par son maximum, la fissure se propage librement. Il vient alors la formule :

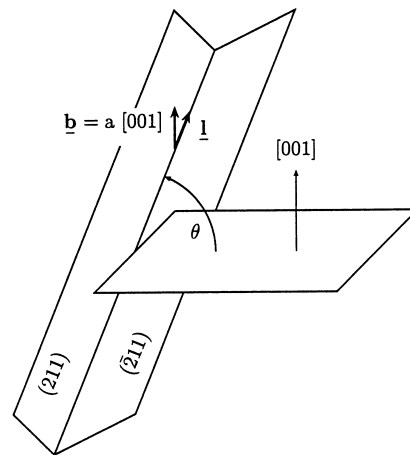
$$s_n \cdot n \cdot b = 2g_s,$$

avec  $s_n$  : contrainte normale aux plans de clivage

[29] Bugat a ensuite poursuivi ce calcul dans le cas du clivage dans un acier austéno-ferritique vieilli. Le critère modifié, afin de considérer également les plans de glissement  $\{211\}$ , s'écrit donc :

$$s_n \cdot n \cdot b \cdot \cos(q) = 2g_s,$$

avec  $q$  : angle entre la ligne de la super-dislocation et le plan de clivage (cf figure I-6).



**Figure I-6 : intersection de deux bandes de glissement conduisant à la formation d'une super-dislocation, de ligne faisant un angle  $q$  avec le plan de clivage**

### Modèle de Ritchie, Knott et Rice (RKR)

Le modèle RKR a été élaboré par [30] Ritchie *et al.*, lors d'une analyse visant à mettre en relation la contrainte de traction critique et la ténacité. C'est en fait la première tentative pour relier la ténacité (et donc son évolution en fonction de la température) à un critère local de rupture basé sur les mécanismes de germination détaillés plus haut (A.2.1.). Selon les auteurs, une rupture instable se produit lorsque la contrainte principale maximale  $s_y$  atteint la valeur critique de clivage  $s_c$  sur une distance caractéristique  $X_0$  de la pointe de la fissure (cf figure I7). On considère que la distance caractéristique  $X_0$ , comme la contrainte de clivage  $s_c$ , ne dépend pas de la température et que donc l'évolution de la ténacité avec la température est induite seulement par l'évolution de la limite d'élasticité.

A faible température (a), la limite d'élasticité  $s_y$  est élevée : une faible intensification suffit pour atteindre la contrainte critique de clivage  $s_c$ , à une distance  $X_0$  de la pointe de fissure.

A haute température (b),  $s_y$  est faible : une plus forte intensification est requise.

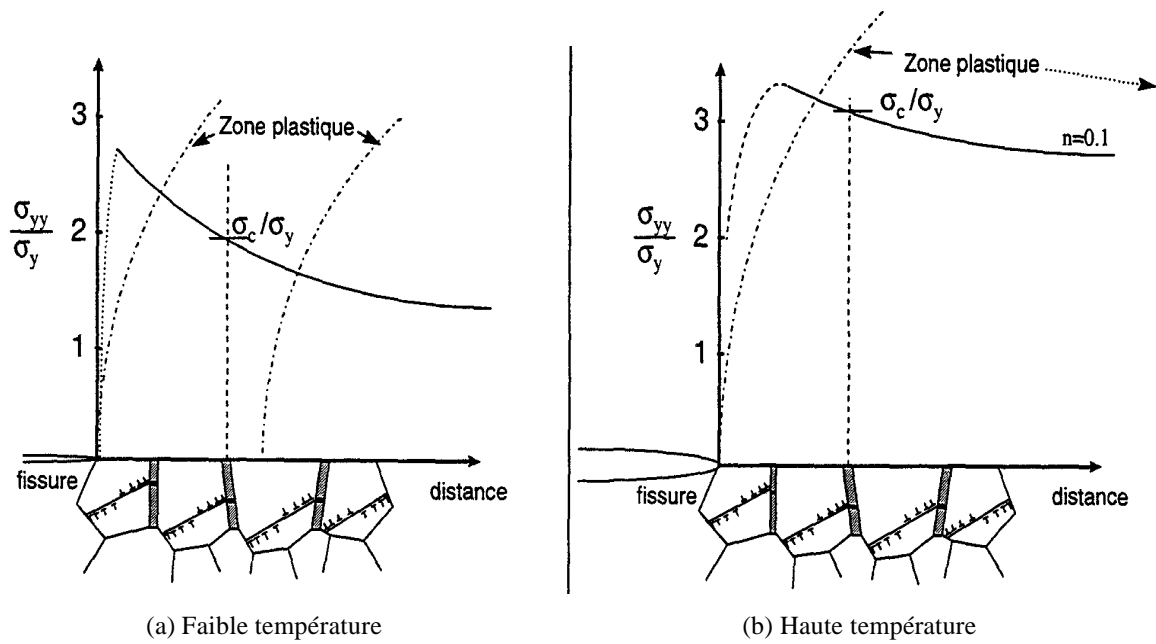


Figure I-7 : représentation schématique du modèle RKR

Dans le cadre de la plasticité confinée, l'expression générale du champ de contraintes en pointe de fissure, connu comme « champ HRR » ([31] Hutchinson, [32] Rice et Rosengren), est donnée par :

$$\frac{\mathbf{s}_{ij}}{s_y} = g_{ij}(\mathbf{q}) \cdot f\left(r / \left(\frac{K}{s_y}\right)^2\right),$$

avec  $\mathbf{s}_{ij}$ , le tenseur des contraintes,  $s_y$  la limite d'élasticité,  $r$  et  $\mathbf{q}$  les coordonnées polaires en avant de la pointe de fissure,  $g_{ij}$  et  $f$  des fonctions dépendant du coefficient d'écroutissage du matériau et  $K$  le facteur d'intensité de contrainte

Ainsi, lorsque la température augmente, la limite d'élasticité chute et une plus grande intensification des contraintes est requise pour obtenir la contrainte critique sur une distance suffisante en avant du front de fissure. La dépendance de la ténacité d'un acier doux avec la température, a été prédite de manière satisfaisante de  $-150^\circ\text{C}$  à  $-75^\circ\text{C}$ . On considère généralement que la distance  $X_0$  pour la rupture par clivage est de deux fois la taille d'un grain. Le modèle RKR permet de prévoir la dépendance de la ténacité avec la température (ainsi que l'influence d'autres facteurs, tels que la fragilisation induite par l'irradiation), comme n'étant qu'une conséquence de l'évolution de la limite d'élasticité et du coefficient

d'écrouissage. Cependant, la nature statistique des sites potentiels de rupture est négligée dans ce modèle : il ne peut donc pas traiter des fortes dispersions observées expérimentalement.

### **A.3. Rupture intergranulaire**

La rupture intergranulaire peut être décrite par des modèles analogues à ceux de la rupture transgranulaire. L'amorçage d'une microfissure dans un joint de grain se produit en tête d'un empilement de dislocations selon le modèle de Stroh, mais dans une direction imposée par le plan du joint de grain et pour une énergie de surface qui peut s'écrire :

$$2g = 2g_s - g_{gb},$$

avec  $g_{gb}$  : énergie de cohésion du grain.

La microfissure peut également apparaître selon le modèle de Smith, mais à l'interface de la matrice et du carbure ou du précipité au joint de grain. L'énergie  $g_{gb}$  est alors l'énergie de cohésion entre la matrice et l'inclusion. La propagation se poursuit ensuite le long du joint de grain sous l'action de la contrainte appliquée normale. Finalement, l'étape de franchissement du joint de grain est évidemment absente dans la rupture purement intergranulaire.

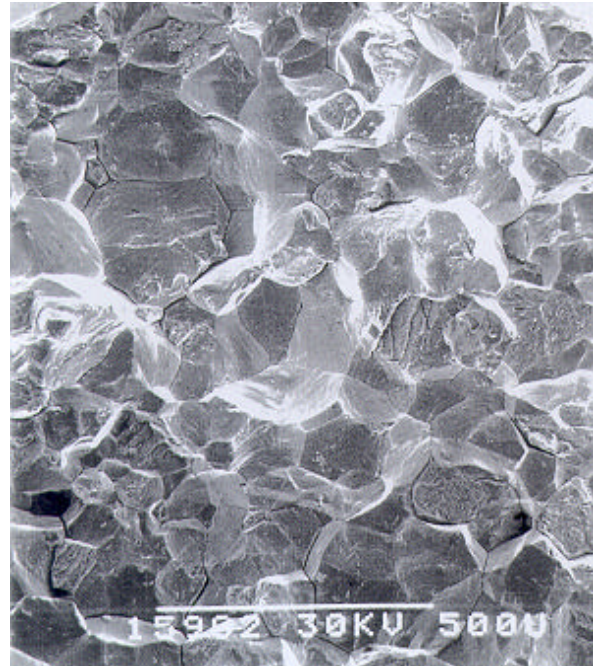
Dans un métal normalement sujet à la rupture transgranulaire, l'énergie du joint est supérieure à l'énergie de surface du grain. La rupture intergranulaire apparaît donc s'il y a une diminution suffisante de l'énergie de cohésion du joint de grain. Celle-ci peut être provoquée par la ségrégation au joint d'éléments solutés (métalloïdes S, P, As et Sb dans les aciers), pour certaines conditions de maintien ou certaines vitesses de refroidissement : c'est le phénomène de « fragilité de revenu ». Le plomb dans les alliages d'aluminium et l'hydrogène dans un grand nombre d'alliages structuraux entraînent également une rupture intergranulaire. La ségrégation est généralement faible et peut se mesurer en fraction de monocouche de recouvrement. Un élément seul peut être inoffensif, mais sa combinaison à un autre élément peut conduire à une fragilisation. C'est par exemple le cas de l'hydrogène dans le nickel : seul, il est sans effet, mais si du soufre existe au joint de grain, l'hydrogène a un rôle néfaste.

Sur le plan mécanique, la rupture intergranulaire est favorisée par tout phénomène de ségrégation qui conduit à une diminution de l'énergie de surface du joint. En se propageant le



long de joints affaiblis par les ségrégations, la fissure consomme moins d'énergie que lors d'une propagation transgranulaire. L'énergie de création de surface étant réduite, la contrainte critique de propagation intergranulaire peut devenir particulièrement faible.

A basses températures, il y a compétition entre ce mode de rupture et le clivage (cf figure I-8). La fragilité intergranulaire produit un décalage des courbes de transition de la résilience : entre l'état non fragilisé et l'état fragilisé, il y a un décalage vers les hautes températures. Plusieurs auteurs ont étudié ce mode de rupture, notamment [33] Yahya et [34] Maîtrejean. Ce dernier a caractérisé la rupture intergranulaire d'un acier Interstitial Free IF (acier doux sans durcissement par solution) à différentes températures.

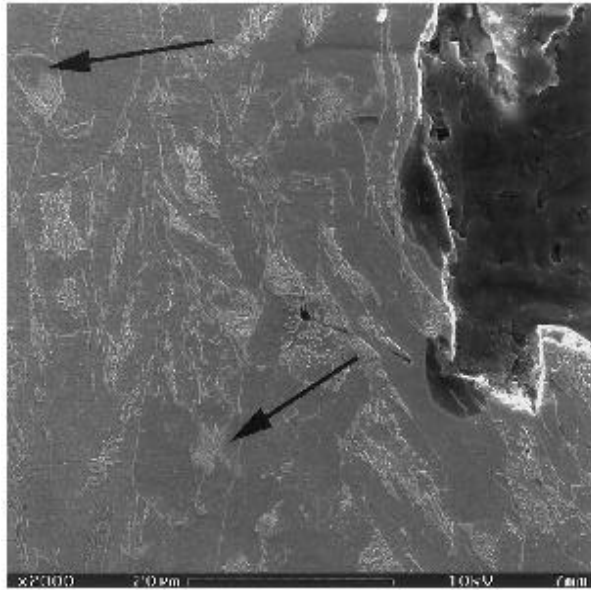


**Figure I-8 : rupture intergranulaire lors d'un essai de traction à  $-196^{\circ}\text{C}$  sur un acier 16MND5 soumis à un traitement de fragilisation ([33] Yahya)**

## B. Rupture de l'acier de cuve bainitique 16MND5

### B.1. Points d'initiation

La rupture par clivage dans l'acier de cuve REP 16MND5, ou dans son équivalent américain, l'acier A508, a fait l'objet, très récemment, de plusieurs recherches. La plupart visait à approfondir les connaissances sur la nature des sites d'amorçage de la rupture par clivage sur des éprouvettes post-mortem. Ainsi, [35] Narström et Isacson ont mené une étude microscopique sur des éprouvettes SEN(B) d'acier de cuve A508 Classe 3 (cf figure I-9), après avoir amené par un traitement thermique, la zone de transition (qui est normalement comprise dans un intervalle d'environ  $[-90^{\circ}\text{C};0^{\circ}\text{C}]$ ) de cet acier à un intervalle  $[10^{\circ}\text{C};80^{\circ}\text{C}]$ .

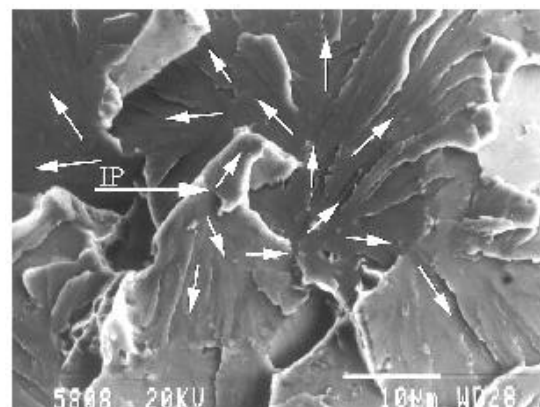


**Figure I-9 : microstructure de l'acier A508 Classe 3 traité ([35] Narström et Isacson)**

Leur but est de déterminer les points d'initiation des ruptures par clivage dans des éprouvettes SEN(B).

Dans un faciès à clivage transgranulaire, les plans de clivage montrent des motifs « en rivière » qui indiquent la direction microscopique de la rupture : ces motifs s'étendent comme les ailes d'un oiseau dans la direction de la rupture (cf figure I-10).

Depuis le point d'initiation marqué (IP), la fissure commence à se propager. La fissure peut se développer vers le bas sur tout le grain, ou encore initier une fissure de clivage dans un grain voisin. Certaines directions dans lesquelles la fissure s'est développée sont indiquées par des flèches. La petite facette de clivage au-dessus du point d'initiation présente une différence d'orientation avec la partie inférieure. Ceci indiquerait que le point d'initiation est sur un joint de grain. La zone de clivage au-dessus du point d'initiation est arrêtée et ne peut pas se propager. D'autres tests à 30°C présentent des caractéristiques similaires.



**Figure I-10 : point d'initiation d'une rupture par clivage transgranulaire à 30°C**

## B.2. Influence de la température

Lorsque la température augmente, le mode de rupture évolue. En effet, dans l'intervalle de température [30°C;60°C], la fissure progresse initialement par développement ductile, avant de provoquer une rupture par clivage : en haut de la figure I-11a, on peut nettement voir une zone d'arrêt entre la rupture par clivage et la rupture ductile.

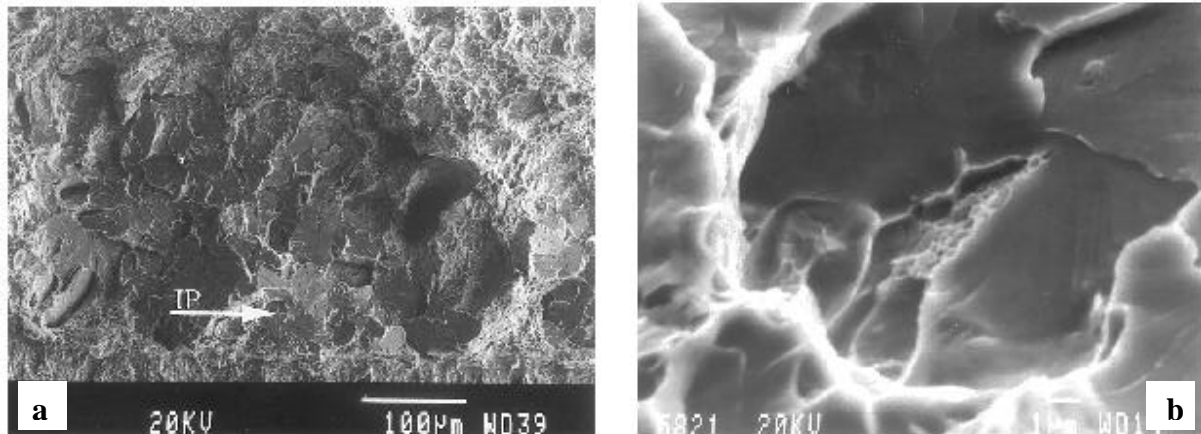


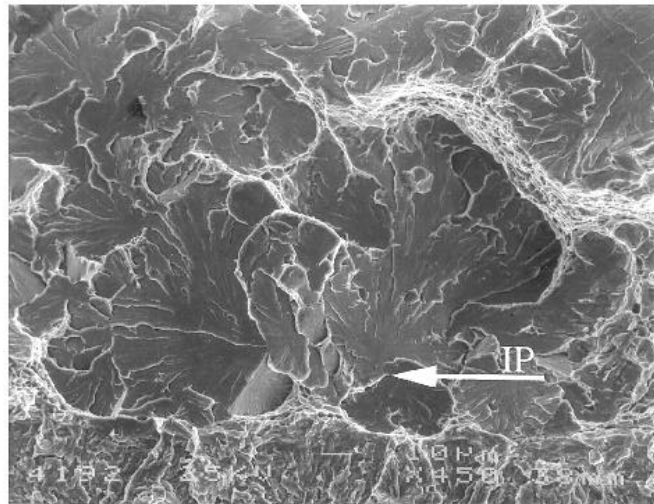
Figure I-11 : a) Rupture par clivage à 45°C - b) Eprouvette rompue à 70°C

Les sites d'initiation du clivage correspondent souvent à la localisation des contraintes principales maximales (proche du front de fissure). Au-delà de 60°C, les éprouvettes présentent un comportement globalement ductile : toutefois, les zones ductiles contiennent quelques petites zones de clivage qui ont été stoppées (cf figure I-11b).

[35] Narström et Isacson ont montré qu'en appliquant le modèle de Ritchie, Knott et Rice (modèle RKR, voir paragraphe A.2.2.), il est possible d'estimer l'augmentation de la ténacité avec la hausse de la température, et le résultat est généralement assez en accord avec le comportement observé près de la limite inférieure de la transition fragile-ductile. Ils ont également mis en évidence que ce modèle donnait une estimation trop « prudente » de la ténacité dans le haut de la zone de transition (voir aussi [36] Bowen *et al.*). Selon eux, la baisse de la contrainte de rupture ne suffit pas à expliquer le comportement de transition, et si la dépendance vis-à-vis de la température de durcissement du matériau est prise en compte, la capacité du modèle RKR à prévoir la transition s'en trouve encore amoindrie, comme l'a souligné [37] Wallin.

Ils avancent donc comme explication que la capacité de la matrice à arrêter les fissures de clivage, augmente avec la température : c'est peut-être le mécanisme le plus important pour la transition fragile-ductile. [38] Argon observe également qu'au-delà d'une certaine température, les fissures de clivage sont stoppées par émoussement : le matériau peut donc avoir un comportement globalement ductile, même si ces fissures se sont déclenchées.

[35] Narström et Isacson ont aussi remarqué que la principale localisation des sites d'amorçage du clivage étaient d'anciens joints de grain d'austénite (cf figure I-12).



**Figure I-12 : site d'initiation de clivage (IP) localisé dans un joint de grain**

Ils notent enfin la présence de facettes de clivage dans des éprouvettes testées à des températures supérieures à la zone de transition.

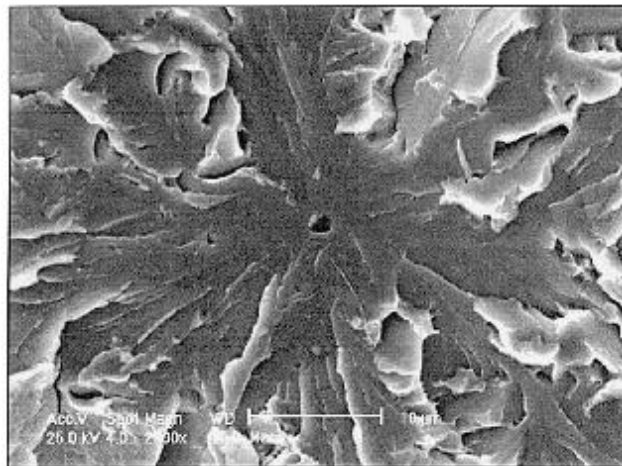
Plusieurs recherches ont mis en évidence d'autres sites d'initiation. Ainsi, [39] Heerens *et al.* ont découvert que les facettes et les inclusions peuvent également agir comme des sites d'initiation dans le même matériau, alors que [40] Zhang *et al.* ont montré le rôle des inclusions fracturées.

### **B.3. Le rôle des inclusions de sulfure de manganèse**

Une étude fractographique de [26] Mäntylä *et al.* sur l'amorçage des ruptures dans l'acier bainitique A508 (éprouvettes Charpy entaillées en V et éprouvettes CT), s'est aussi récemment intéressée aux éléments microstructuraux suspectés d'avoir déclenché ou du moins favorisé le clivage. Elle insiste notamment sur le rôle des inclusions, comme les

sulfures de manganèse, et dénombre principalement trois types de sites d'amorçage du clivage :

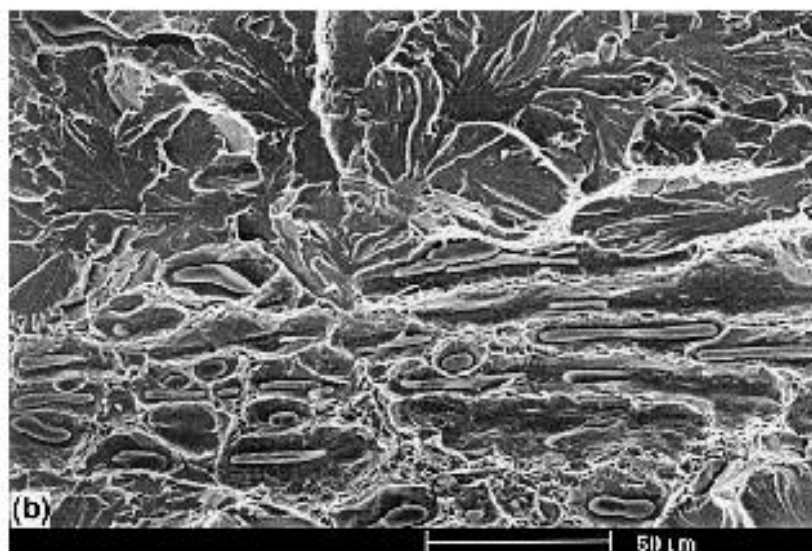
- de petites inclusions sphériques (d'un diamètre de l'ordre de 2 à 3  $\mu\text{m}$ ) composées de sulfure de manganèse et/ou d'oxyde (cf figure I-13).



**Figure I-13 : cavité au centre d'une facette de clivage.**

**Le clivage semble avoir été initié par une ancienne petite inclusion de MnS**

- de grandes inclusions allongées (d'une longueur de l'ordre de 100 $\mu\text{m}$ ) composées de sulfure de manganèse, ou d'amas de grandes inclusions (cf figure I-14).



**Figure I-14 : amas d'inclusions allongées de MnS ayant apparemment induit le clivage**

- d'autres éléments présents dans la zone d'amorçage du clivage ayant pu jouer un rôle dans l'amorce du clivage : joints de grains, regroupements de grandes facettes de clivage (indiquant des grains anormalement grands), interfaces ductile/clivage (sur les éprouvettes Charpy), carbures à l'intérieur d'un grain (éprouvettes CT), zones d'étirement, etc...

Lors de leurs recherches, [26] Mäntylä *et al.* ont constaté que les mêmes éléments microstructuraux sont à l'origine du clivage dans les deux types d'éprouvettes. Ils ont également découvert que les sites d'initiation sont plus nombreux dans les éprouvettes CT, ce qui semble être aussi dû à la plus grande largeur des éprouvettes.

La température influe sur le nombre de sites d'amorçage susceptible de provoquer le clivage, ainsi que sur leur nature. Ainsi, à  $-90^{\circ}\text{C}$ , les petites inclusions sphériques et les grandes inclusions allongées de sulfure de manganèse sont autant responsables d'amorces de clivage, alors qu'à  $-30^{\circ}\text{C}$ , les petites inclusions ne parviennent plus à en provoquer : seules les grandes inclusions, à cette température, peuvent induire du clivage. En effet, les petites inclusions de MnS peuvent initier du clivage si elles se trouvent au centre des éprouvettes (à la surface), là où les contraintes et les efforts sont les plus élevés : cela explique pourquoi ce type de site n'est plus observé à des températures plus importantes, à cause des contraintes plus faibles (cf tableau I-1).

Type	Number of occurrences		
	T = $-90^{\circ}\text{C}$	T = $-60^{\circ}\text{C}$	T = $-30^{\circ}\text{C}$
<b>Small spherical inclusion</b>	9 (31%)	9 (33%)	0
<b>Large elongated inclusion</b>	14 (48%)	17 (63%)	27 (96%)
<b>Other</b>	6 (21%)	1 (4%)	1 (4%)

**Tableau I-1 : effet de la température sur le type de site d'initiation de clivage ([26] Mäntylä *et al.*)**

La température semble également affecter les coordonnées des sites d'amorçage du clivage. Ainsi, à basses températures, les principaux sites sont répartis de façon assez homogène sur toute la largeur de l'éprouvette, alors que pour des températures plus hautes, les sites tendent à

se localiser de plus en plus vers le centre de l'éprouvette (cf figure I-15) et à être bien moins nombreux.

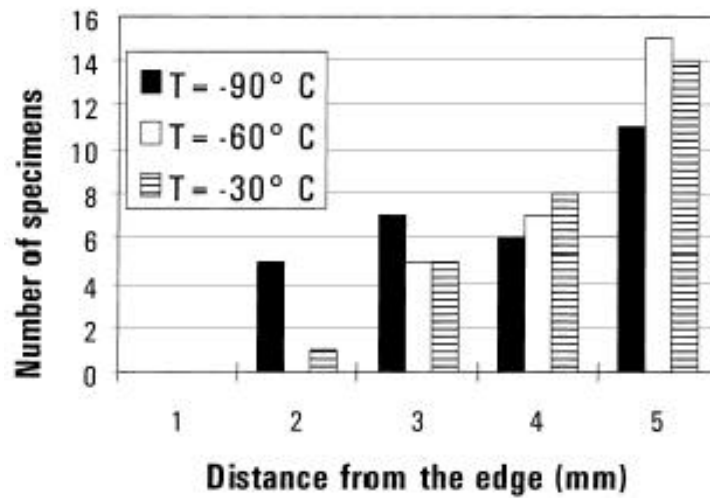


Figure I-15 : influence de la température sur les abscisses des sites d'initiation ([26] Mäntylä *et al.*)

Ainsi, dans 80% des éprouvettes testées, sur l'éventail des températures considéré, les sulfures de manganèse jouent un rôle déterminant dans la rupture par clivage. Ce rôle a d'ailleurs déjà été étudié dans plusieurs thèses lancées par EDF, c'est pourquoi nous essayerons de regarder les mécanismes de la rupture par clivage avec une autre approche.





# Conclusion

---

La compréhension du phénomène d'initiation et de propagation de fissures a été considérablement améliorée ces dernières années, mais il reste à explorer les nombreux mécanismes qui se cachent derrière les effets de la température. En effet, bien que de nombreuses observations aient été réalisées sur des échantillons post-mortem, peu d'auteurs se sont réellement penchés sur la rupture microscopique : même si certains modèles existent, de nombreux essais restent donc à réaliser (notamment in-situ). Dans la zone de transition, la ténacité des aciers ferritiques augmente bien plus rapidement avec la température que l'on pourrait s'y attendre. A basses températures, la rupture est fragile de type clivage, et est initiée par un défaut (ou tout autre non-conformité) situé dans une zone de fortes contraintes. Ces défauts peuvent être de petites fissures dans des particules fragiles de deuxième phase, telles que des carbures ou des sulfures. Etant donné que le clivage dépend de conditions locales, la ténacité globalement observée se révèle être d'une nature statistique.

Le comportement de transition affiche qualitativement la caractéristique suivante : au fur et à mesure que la température augmente, les défauts nécessaires pour causer une rupture par clivage doivent être de plus en plus grands. Plusieurs auteurs affirment que cela est dû à la baisse de la contrainte de rupture, mais il est probable que d'autres phénomènes jouent un rôle très important, au moins pour certains aciers. Cette caractéristique conduit à l'augmentation de la ténacité avec la température, ainsi qu'à la hausse des variations statistiques, souvent observée dans la zone de transition. A basses températures, les contraintes sont si élevées que les particules suffisamment grandes pour initier du clivage sont relativement nombreuses. Si l'on applique la théorie du maillon le plus faible, la résistance d'une éprouvette est déterminée par les défauts dont la taille est la plus répandue dans la distribution des défauts : la probabilité de trouver une particule de cette taille à proximité de la fissure est alors relativement élevée, et les résultats expérimentaux montrent moins de dispersion. D'un autre côté, la ténacité dans la zone de transition est déterminée par les moins nombreux des plus grands défauts, et est fortement dépendante de la situation du plus proche défaut suffisamment faible pour initier un clivage. Dans certains cas,

de hauts niveaux de charge et même un développement de fissure ductile sont nécessaires, pour qu'un tel défaut soit exposé à des contraintes suffisamment élevées. Un défaut de taille critique peut également être situé à proximité de la pointe d'origine d'une fissure, et dans ce cas le niveau de charge auquel la rupture se produit, est nettement plus bas.

Les sites de germination des microfissures demeurent donc encore assez mal connus, car peu de gens se sont intéressés aux mécanismes activés à l'échelle microscopique et peu d'études ont été réalisées à très basses températures. Si nous voulons comprendre le développement des fissures de clivage dans l'acier de cuve 16MND5, il est donc nécessaire de descendre le plus bas possible en température, afin de suivre l'évolution de l'endommagement au cours du chargement et établir ainsi des critères cristallographiques en contrainte, qui prennent en compte les mécanismes physiques propres à ces températures.

# Références

- [1] Miannay D., « *Monographie de matériologie : mécanique de la rupture* », Les Editions de Physique, 1995, p. 1 à 153.
- [2] Mudry F., « *Etude de la rupture ductile et de la rupture par clivage d'aciers faiblement alliés* », Rapport de thèse de l'Université de Technologie de Compiègne, 1982.
- [3] Rice J.R. et Tracey D.M., « *On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields* », Journal of Mechanics and Physics of Solids 17, 1969, p. 201-217.
- [4] Perrin G. et Leblond J.B., « *Analytical study of a hollow sphere made of plastic porous material and subjected to hydrostatic tension – Application to some problems in ductile fracture of metals* », International Journal of Plasticity 6, 1990, p. 677-699.
- [5] Benzerga A.A., Besson J. et Pineau A., « *Coalescence-controlled anisotropic ductile fracture* », Journal of Engineering Materials and Technology 121, 1999, p. 221-229.
- [6] Bauvineau L., « *Approche locale de la rupture ductile : application à un acier carbone-manganèse* », Rapport de thèse de l'Ecole des Mines de Paris, 1996.
- [7] D'Escatha Y. et Devaux J.C., « *Numerical study of initiation, stable crack growth, and maximum load, with a ductile criterion based on the growth of holes* », Elastic-Plastic Fracture, ASTM STP 668, 1979, p. 229-248.
- [8] Beremin F.M., « *Three dimensional constitutive relations and ductile fracture : experimental and numerical study of the different stages in ductile rupture. Application to crack initiation and stable crack growth* », North Holland Publishing Company, 1981, p. 185-205.
- [9] Gurson A.L., « *Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth : Part I - Yield criteria and flow rules for porous ductile media* », Journal of Engineering Materials and Technology, Transactions ASME 99, 1977, p. 2-15.
- [10] Tvergaard V. et Needleman A., « *Analysis of the cup-cone fracture in round tensile bar* », Acta Metallurgica 32, 1984, p. 157-169.
- [11] Tvergaard V., « *On localisation in ductile materials containing spherical voids* », International Journal of Fracture 18, 1982, p. 237-252.
- [12] Rousselier G., « *Three dimensional constitutive relations and ductile fracture : finite deformation constitutive relations including ductile fracture damage* », North Holland Publishing Company, 1981, p. 331-355.

- [13] Rousselier G., « *Ductile fracture models and their potential in local approach of fracture* », Nuclear Engineering and Design 105, 1987, p. 97-111.
- [14] Curry D.A. et Knott J.F., Metal Science 10, 1976.
- [15] M'cirdi L., « *Comportement et endommagement sous sollicitation mécanique d'un acier austéno-ferritique moulé vieilli* », Rapport de thèse de l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers de Paris, 2000.
- [16] Wallin K., Saario T. et Törrönen K., « *Statistical model for carbide induced brittle fracture in steel* », Metal Science 18, 1984, p. 13-16.
- [17] Curry D.A. et Knott J.F., « *Effects of microstructure on cleavage fracture stress in steel* », Metal Science, 1978, p. 511-514.
- [18] Zener C., ASM Seminar, Fracturing of Metals, 1948, p. 3.
- [19] Stroh A.N., « *The formation of cracks as a result of plastic flow* », Proceedings of the Royal Society A223, 1954, p. 404-414.
- [20] Cottrell A.H., « *Theory of brittle fracture of steel and similar metals* », Transaction of the Metallurgical Society of AIME, 1958, p. 192-203.
- [21] Smith E., International Journal of Fracture Mechanics 4, 1968.
- [22] Petch N.J., « *The influence of grain boundary carbide and grain size on the cleavage strength and impact transition temperature of steel* », Acta Metallurgica 34 (Issue 7), 1986, p. 1387-1393.
- [23] Brozzo P., Buzzichelli G., Mascanzoni A. et Mirabile M., « *Microstructure and cleavage resistance of low carbon bainitic steels* », Metal Science 11, 1977, p. 123-129.
- [24] Naylor J.P., Metallurgical Transitions 10A, 1979.
- [25] Rosenfield A.R., Shetty D.K. et Skidmore A.J., « *Fractographic observations of cleavage initiation in the ductile-brittle transition region of a reactor-pressure-vessel steel* », Metallurgical Transitions A 14A, 1983, p. 1934-1937.
- [26] Mäntylä M., Rossoll R., Nebdal I., Prioul C. et Marini B., « *Fractographic observations of cleavage fracture initiation in a bainitic A508 steel* », Journal of Nuclear Materials 264 (Issue 3), 1999, p. 257-262.
- [27] Bouyne E., Flower H.M., Lindley T.C. et Pineau A., « *Use of EBSD technique to examine microstructure and cracking in a bainitic steel* », Scripta Materialia 39, 1998, p. 295-300.
- [28] Saario T., Wallin K. et Törrönen K., « *On the microstructure basis of cleavage fracture initiation in ferritic and bainitic steels* », Journal of Engineering Materials and Technology 106, 1984, p. 173-177.

- [29] Bugat S., « *Comportement et endommagement des aciers austéno-ferritiques vieillis : une approche micromécanique* », Rapport de thèse de l'Ecole des Mines de Paris, 2000.
- [30] Ritchie R.O., Knott J.F. et Rice J.R., « *On the relationship between critical tensile stress and fracture toughness in mild stress* », Journal of Mechanics and Physics of Solids 21, 1973, p. 395-410.
- [31] Hutchinson J.W., « *Singular behavior at the end crack in a hardening material* », Journal of Mechanics and Physics of Solids 16, 1968, p. 13-31.
- [32] Rice J.R et Rosengren G.F., « *Plane strain deformation near a crack tip in a power-law hardening metal* », Journal of Mechanics and Physics of Solids 16, 1968, p. 1-12.
- [33] Yahya O.M.L., « *Approche locale de la rupture fragile intergranulaire de l'acier 16MND5* », Rapport de thèse de l'Ecole des Mines de Paris, 1997.
- [34] Maîtrejean S., « *Fragilité des tôles d'acier sans interstitiel : influence du changement de chemin de déformation* », Rapport de thèse de l'Institut National Polytechnique de Grenoble, 2000.
- [35] Narström T. et Isacson M., « *Microscopic investigation of cleavage initiation in modified A508B pressure vessel steel* », Materials Science and Engineering A271, 1999, p. 224-231.
- [36] Bowen P., Druce S.G. et Knott J.F., « *Micromechanical modelling of fracture toughness* », Acta Metallurgica 35 (Issue 7), 1987, p. 1735-1746.
- [37] Wallin K., « *Defects assessment in components-fundamentals and applications : statistical modelling of fracture in the ductile to brittle transition region* »,ESIS/EGF9, Mechanical Engineering Publications, 1991, p. 415-445.
- [38] Argon A.S., « *Mechanics and Physics of brittle to ductile transitions in fracture* », Journal of Engineering Materials and Technology 123, 2001, p. 1-11.
- [39] Heerens J., Read D.T., Cornec A. et Schwalbe K.H., « *Defect assessment in components-fundamentals and applications : interpretation of fracture toughness in the ductile-to-brittle transition region by fractographical observations* »,ESIS/EGF9, Mechanical Engineering Publications, 1991, p. 659-678.
- [40] Zhang X.J., Armstrong R.W., Irwin G.R. et Mater J., Science Letters 5, 1986.



# **Chapitre II**

## **Matériaux étudiés et procédures expérimentales**





---

## Matériaux étudiés et procédures expérimentales

---

Pour mettre en évidence le comportement et l'endommagement de l'acier de cuve 16MND5 étudié, il est nécessaire de bien connaître sa microstructure, car c'est elle qui lui confère ses différentes propriétés. Celle-ci a donc été observée aux microscopes optique et électronique à balayage, comme nous le verrons dans la première partie de ce chapitre. Plusieurs travaux ont déjà été menés pour essayer de caractériser les mécanismes à l'origine de l'amorçage et de la croissance des fissures dans ce type de matériau, mais seulement quelques-uns l'ont été à l'échelle microscopique, à partir d'observations d'éprouvettes post-mortem. Dans les différentes bainites, la désorientation et la taille des carbures sont des paramètres importants dont il faut tenir compte, car ils peuvent constituer un obstacle à la propagation de ces fissures. La nature exacte des sites d'amorçage et les conditions de déclenchement restent donc à déterminer expérimentalement (essais mécaniques à basses températures), tout comme l'influence de la température.

Plusieurs essais de traction ont par conséquent été effectués sur des éprouvettes plates à basses températures (entre  $-196^{\circ}\text{C}$  et  $-60^{\circ}\text{C}$ ), afin de caractériser l'endommagement à leur surface ainsi que le mode de rupture du matériau. Tout d'abord interrompus (succession de charges/décharges), ces essais ont pu être ensuite réalisés in-situ, grâce à une petite machine de traction/compression instrumentée en température et placée directement dans l'enceinte du Microscope Electronique à Balayage (MEB) : nous avons donc pu étudier en particulier l'initiation du clivage, sans effectuer de décharge préalable ...



## A. Présentation du matériau

### A.1. L'acier de cuve bainitique 16MND5

Le matériau étudié est un acier 16MND5 (appellation U.S. : acier A508 classe 3) élaboré et mis en forme par forgeage, dont la composition chimique est donnée dans le tableau II-1.

C	S	P	Mn	Si	Ni	Cr	Mo
0,159	0,008	0,005	1,37	0,24	0,7	0,17	0,5
V	Cu	Co	Al	N	O [ppm]	Sn [ppm]	As [ppm]
<0,01	0,06	<0,01	0,023	0,007	35-36	50	160

Tableau II-1 : composition chimique de l'acier 16MND5 (pourcentage massique)

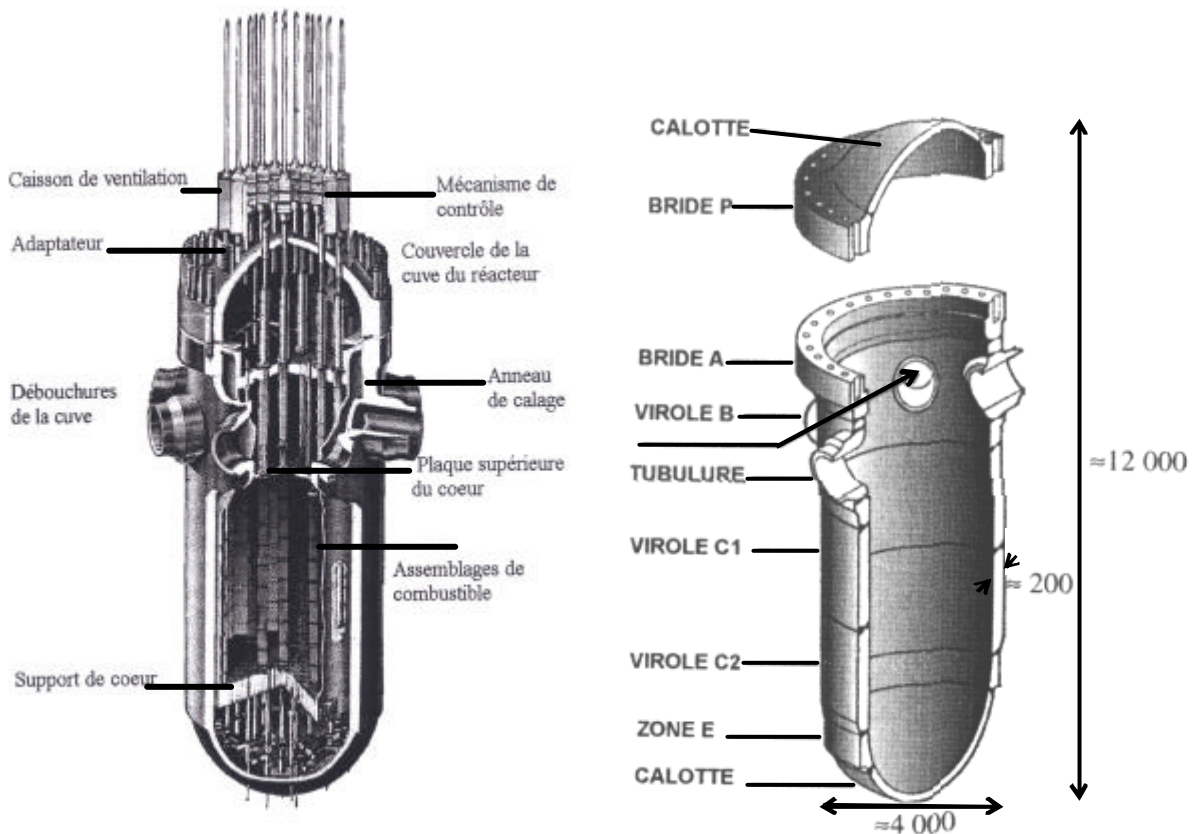


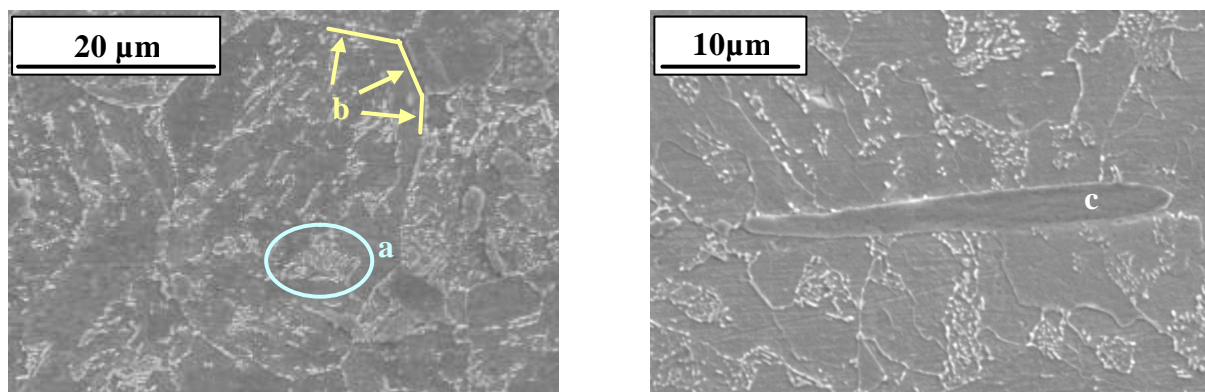
Figure II-1 : cuve d'un réacteur à eau pressurisée (dimensions en mm)

Deux nuances nous ont été fournies pour notre étude : un petit coupon provenant de la virole porte tubulure (virole B) de la cuve Q12 d'un Réacteur à Eau Pressurisée (REP)

de 1300MW (cf figure II-1) - nous l'appellerons « 16MND5 » -, ainsi qu'un bloc plus important, beaucoup moins riche en manganèse, que nous qualifierons de « matériau de mise au point » (il ne provient pas directement de la cuve d'un réacteur, car très peu de matière est disponible). Ce dernier sera utilisé tout au long de la thèse, tandis que le 16MND5 sera réservé à des essais expérimentaux parfaitement maîtrisés (lorsque toutes les techniques expérimentales seront au point).

Ces deux matériaux ont subi plusieurs traitements thermiques :

- deux austénisations à 865°C et 895°C pendant 4h40 suivies de trempe à l'eau (traitement de qualité),
- un revenu à 630°C/645°C pendant 7h30, pour améliorer la ténacité,
- un maintien en température à 610°C durant 8h (détensionnement), pour supprimer les contraintes résiduelles.

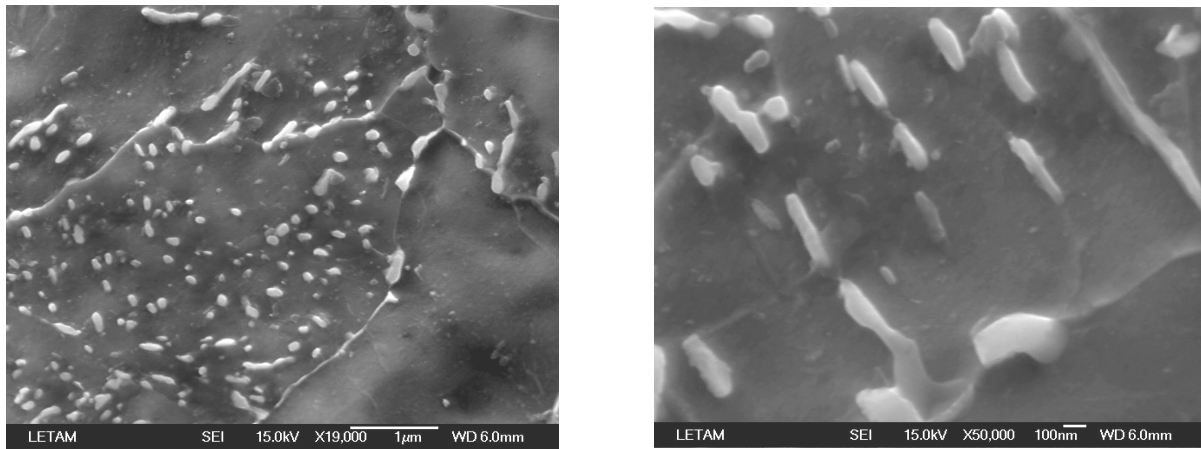


**Figure II-2 : micrographies au MEB montrant la microstructure de la bainite (16MND5)**

**a) Ferrite avec des précipités de cémentite - b) Ancien joint de grain austénitique - c) Inclusion de MnS**

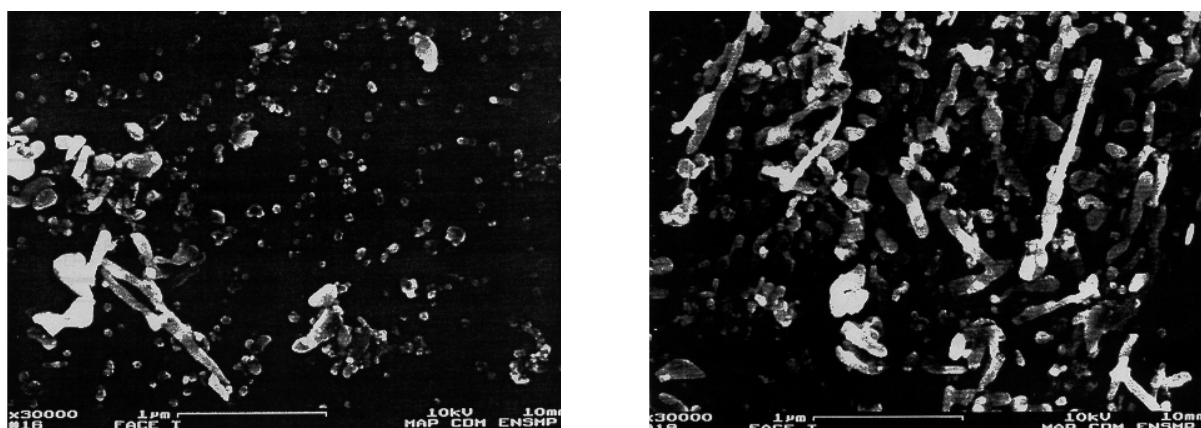
La microstructure ainsi obtenue est une bainite revenue de type granulaire (cf figure II-2), composée d'anciens grains austénitiques dont la taille moyenne est d'environ 50µm : ceux-ci sont constitués d'une matrice ferritique, qui peut être renforcée par de nombreux carbures intragranulaires (dans ce cas, ils forment des «paquets bainitiques », dont la taille excède rarement 10µm). Ces carbures, que l'on retrouve également aux anciens joints de grains austénitiques (cf figure II-3), sont principalement des précipités de cémentite de forme sphérique (diamètre d'environ 0,1µm) ou allongée (taille de l'ordre de 0,3\*0,1µm) :

la microstructure s'apparente donc à la fois à de la bainite «inférieure» et «supérieure» (cf figure II-4).



**Figure II-3 : micrographies obtenues au MEB-FEG (LETAM : Laboratoire d'Etude des Textures et Application aux Matériaux de Metz) montrant des carbures intragranulaires et aux anciens joints de grains austénitiques**

L'examen métallographique du 16MND5 révèle également la présence de plusieurs types d'inclusions de sulfure de manganèse MnS, dont la fraction volumique est inférieure à 1% : des inclusions allongées dont la taille est comprise entre 20µm et 100µm (certaines peuvent aller jusqu'à 350µm), des inclusions sphériques dont le diamètre n'excède pas 20µm (il ne dépasse pas 5µm dans le matériau de mise au point, qui ne contient d'ailleurs que ce type de MnS : d'où l'importance de bien séparer la microstructure des deux « nuances » de l'acier 16MND5), ainsi que des amas d'inclusions composés de 3 à 8 éléments (cf annexe A).



a) Ferrite + cémentite de forme sphérique

b) Ferrite + aiguilles de cémentite

**Figure II-4 : a) Bainite inférieure - b) Bainite supérieure ([1] Renevey)**

La représentation de la microstructure est donc assez complexe : elle peut être affinée grâce à l'EBSD, afin de déterminer l'orientation cristallographique des différents paquets présents dans l'ancien grain austénitique ([2] Lambert : acier bas carbone E450 TMCP, [3] Kim *et al.* : acier bas carbone Mn-Mo-Ni).

## A.2. Propriétés mécaniques

La courbe de résilience de cet acier (cf figure II-5) est présentée sur un large domaine de température [-196°C;300°C] : elle se caractérise par une grande dispersion des résultats dans la zone de transition fragile-ductile, qui se situe entre -100°C et 60°C.

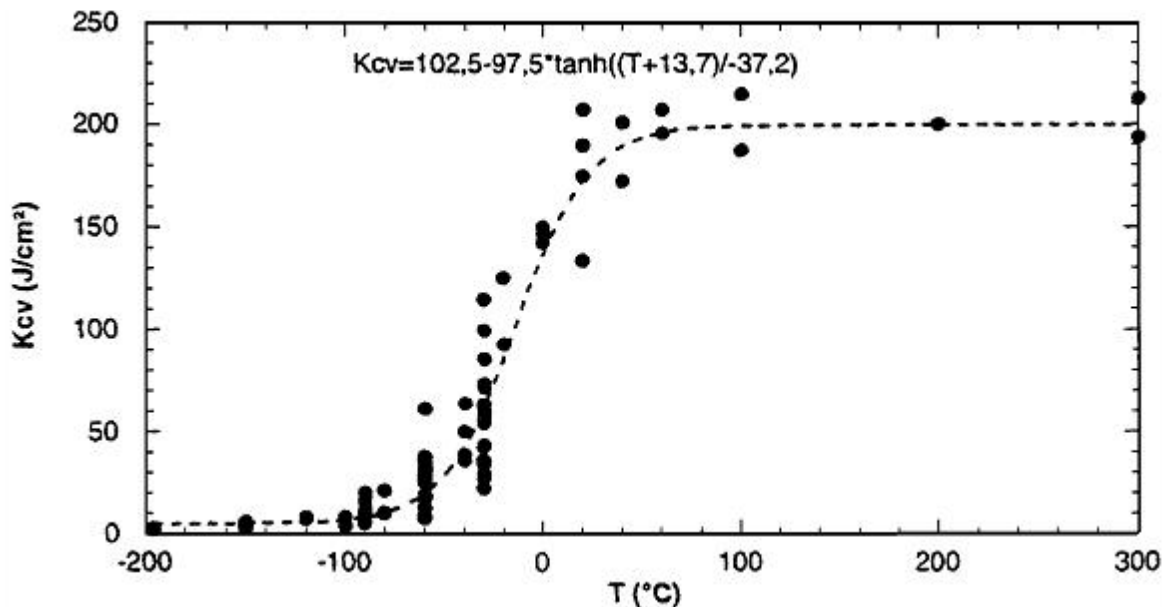


Figure II-5 : courbe de résilience ([1] Renevey)

L'objectif principal est de caractériser la rupture fragile de type clivage (germination et propagation des fissures) à basses températures ainsi qu'aux points bas de la transition fragile-ductile, car sous l'effet de l'irradiation, la courbe de résilience est décalée vers les hautes températures : cela permet ainsi de reproduire le comportement de cet acier dans des conditions d'utilisation relativement exceptionnelles (refroidissement du réacteur nucléaire, perte de réfrigérant primaire, ...).

Pour chaque température, [1] Renevey a établi la courbe de traction à partir de deux essais réalisés sur des éprouvettes cylindriques et lisses de 4mm de diamètre et 20mm de

longueur utile (cf figure II-6). La limite d'élasticité augmente lorsque la température diminue, tandis que la pente d'écrouissage demeure constante ; en outre, le matériau subit un certain allongement avant de rompre, même à basses températures.

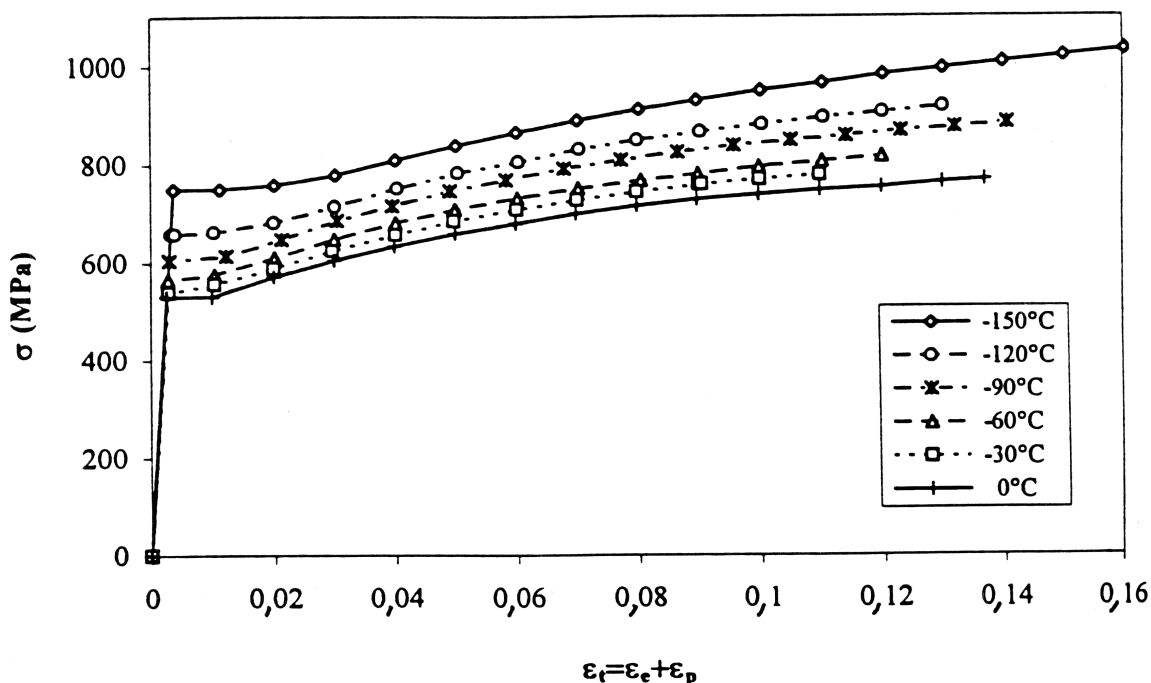


Figure II-6 : courbes de traction rationnelles à différentes températures ([1] Renevey)

La figure II-7 présente l'évolution de la limite d'élasticité à 0,2% de déformation  $Rp_{0,2}$  et de la résistance maximale à la traction  $Rm$ , en fonction de la température. Les résultats expérimentaux ont ainsi permis de définir une relation de type exponentielle ([1] Renevey) :

$$Rp_{0,2}(T) \text{ ou } Rm(T) = s_a + b \cdot \exp(-cT),$$

où  $s_a$ ,  $b$  et  $c$  sont des paramètres identifiés.

Lorsque la température diminue,  $Rm$  tend progressivement vers  $Rp_{0,2}$  (surtout au-dessous de  $-170^\circ\text{C}$ ), ce qui traduit donc bien le caractère fragile de la rupture à très basses températures.

Ces propriétés mécaniques traduisent le comportement et l'endommagement de cet acier en fonction de la température : il faudra en tenir compte dans l'établissement du modèle polycristallin (voir chapitres IV et V).

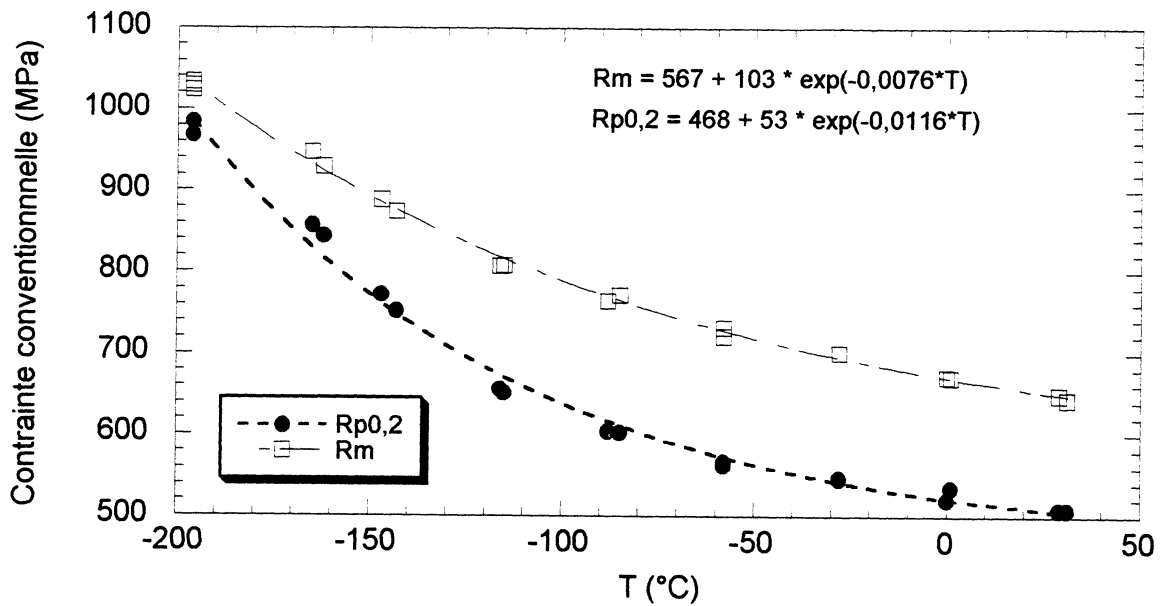


Figure II-7 : évolution de la limite d'élasticité et de la résistance maximale à la rupture en fonction de la température ([1] Renevey)

Le travail présenté dans la suite est tout particulièrement axé sur les basses températures (domaine fragile) : tous les essais et mesures seront réalisés dans l'intervalle  $[-196^{\circ}\text{C}; -60^{\circ}\text{C}]$ .

## B. Procédures expérimentales (essais de traction)

Plusieurs essais de traction à basses températures (interrompus et in-situ) ont permis de caractériser les propriétés mécaniques, le comportement, et l'endommagement des deux matériaux d'étude.

### B.1. Essais de traction séquencés à basses températures

#### B.1.1. Présentation de la machine de traction MTS

Tous les essais interrompus réalisés à  $-60^{\circ}\text{C}$  à l'ENSAM de Metz, l'ont été à l'aide d'une machine MTS de 10kN équipée d'une enceinte thermique et d'un circuit de refroidissement par azote liquide, l'allongement étant mesuré par l'intermédiaire d'un extensomètre.



L'arrivée d'azote liquide est contrôlée par une vanne cryogénique, en fonction de la température de consigne (régulateur Eurotherm, intégré dans la machine) et de celle de l'éprouvette : cette dernière est mesurée grâce à un thermocouple de type T (cuivre-constantan), placé en son centre. Pour les essais à plus basses températures (-80°C et -196°C), nous avons fabriqué une cuve isotherme en mousse expansive, dans laquelle est introduit l'ensemble du montage (mors + éprouvette) : celui-ci baigne dans un liquide qui se trouve à la température souhaitée, à savoir de l'azote liquide à -196°C, ou un mélange de carboglace (dioxyde de carbone solide) et de toluène à -80°C. D'autres essais de même nature ont été également effectués à -120°C et -150°C, à l'IRSID de Maizières-les-Metz (même type de montage qu'à l'ENSAM, avec une enceinte thermique pouvant descendre jusqu'à -150°C), afin de compléter notre base de données expérimentale à basses températures (voir chapitre V).

Chaque essai est constitué d'une succession de charges et décharges conduisant à la rupture de l'éprouvette. Celle-ci a été préalablement cartographiée au MEB sur toute sa surface : plusieurs sites ont ainsi été sélectionnés, en fonction de leur importance dans l'étude du comportement et des mécanismes d'endommagement du matériau d'étude (MnS sphériques ou allongés, isolés ou sous forme d'amas, anciens grains austénitiques, paquets bainitiques). Après chaque décharge, les états de contrainte dans la ferrite sont déterminés par Diffraction des Rayons X (DRX), et les différents sites choisis sont observés au MEB, afin de déterminer l'évolution de l'endommagement (germination/propagation de fissures, mais aussi apparition de lignes de glissement) ainsi que la localisation des zones d'amorçage de la rupture. C'est une manipulation très délicate malgré la cartographie initiale, car la position de chaque site varie énormément avec la déformation : il devient donc de plus en plus difficile (voire même impossible) de les retrouver, ce qui nécessite un volume horaire très important (un essai complet composé de cinq séquençages dure environ deux semaines).

### B.1.2. Essais de traction à -60°C

Deux essais de traction séquençés ont été réalisés à -60°C (éprouvettes plates) : l'un sur le 16MND5 et l'autre sur le matériau de mise au point (cf figure II-8). La comparaison des deux courbes montre que leur comportement global est assez comparable ; toutefois, la limite d'élasticité est plus élevée pour le matériau de mise au point,

ce qui peut s'expliquer par la taille des grains, qui est en moyenne légèrement plus petite (effet Hall-Petch). Il faut également prendre en compte le fait qu'un seul essai a été réalisé à cette température sur le 16MND5, faute de matière disponible : attention donc à la dispersion des résultats, qui peut jouer par ailleurs un rôle très important sur les propriétés à rupture, et donc expliquer la déformation à rupture plus importante pour cette nuance d'acier (12% contre 9,6%), malgré la présence de nombreux MnS !

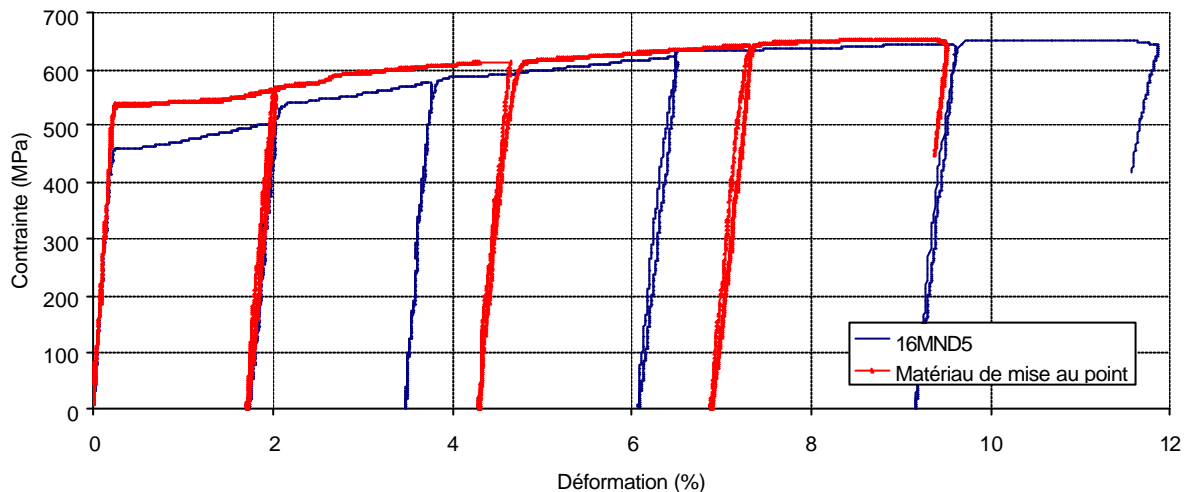


Figure II-8 : comparaison des deux matériaux lors d'essais de traction à -60°C

La surface des éprouvettes (essais interrompus) et les faciès de rupture ont été observés au MEB. L'apparition progressive de nombreuses lignes de glissement caractérise la plasticité cristalline (cf figure II-9a)

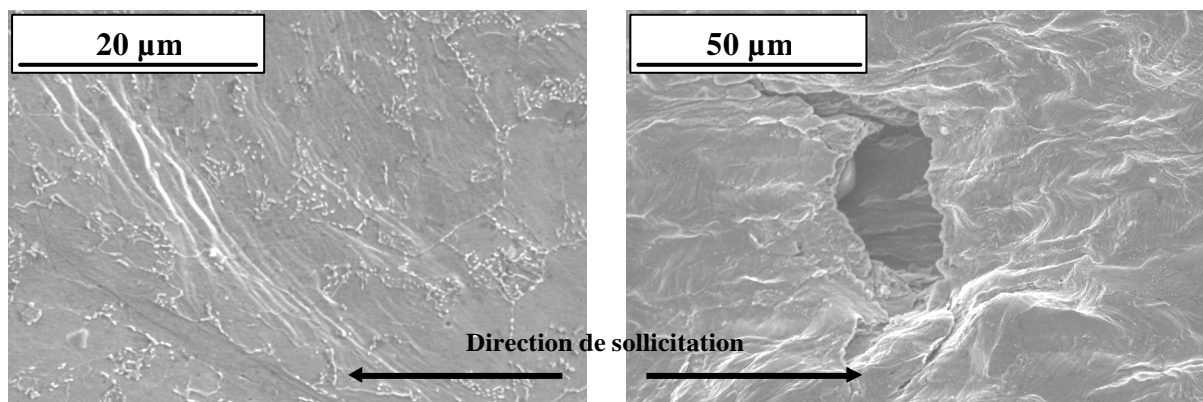
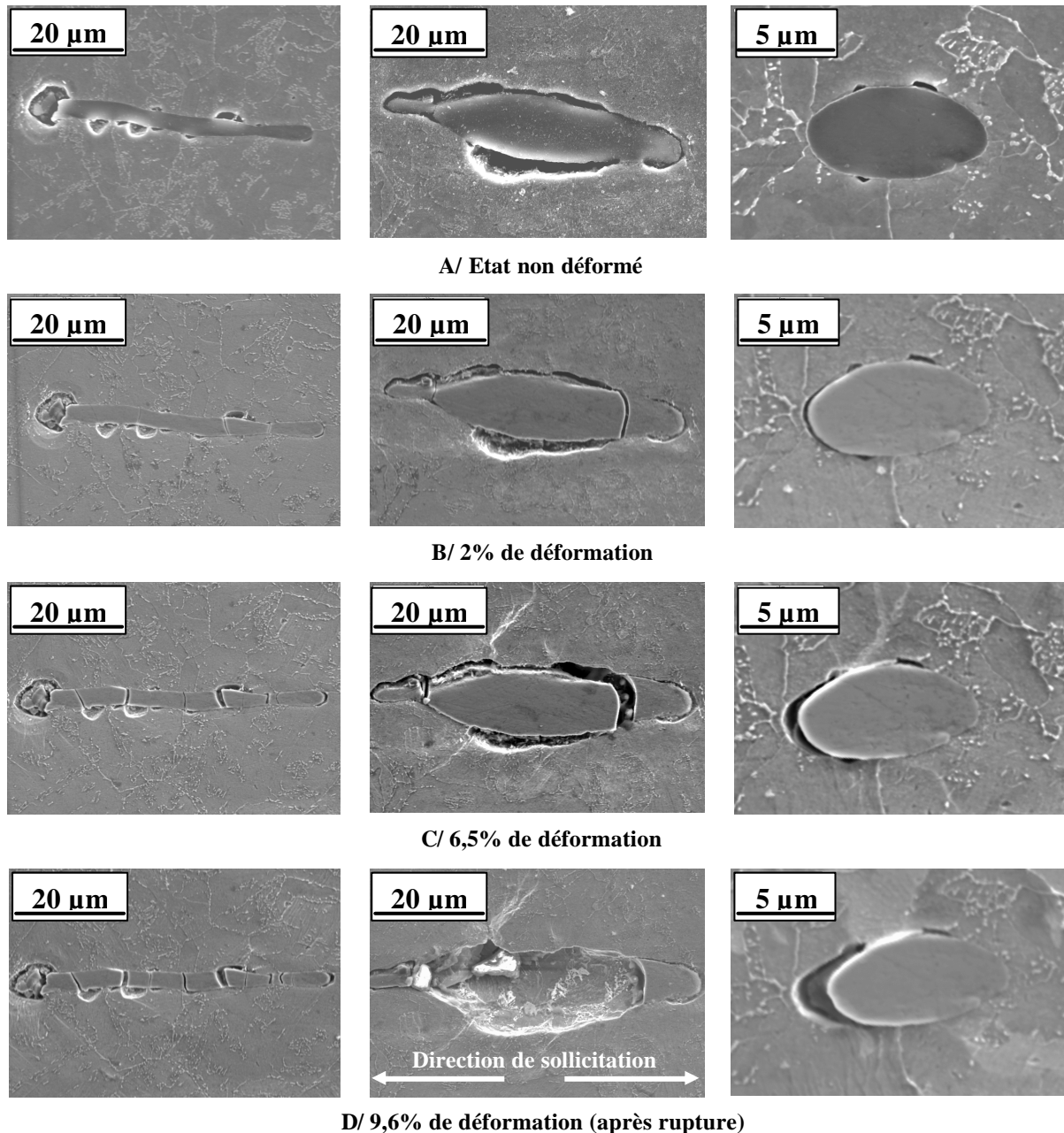


Figure II-9 : 16MND5

a) Lignes de glissement (-196°C) - b) Cavité résiduelle (expulsion d'un MnS hors du matériau)

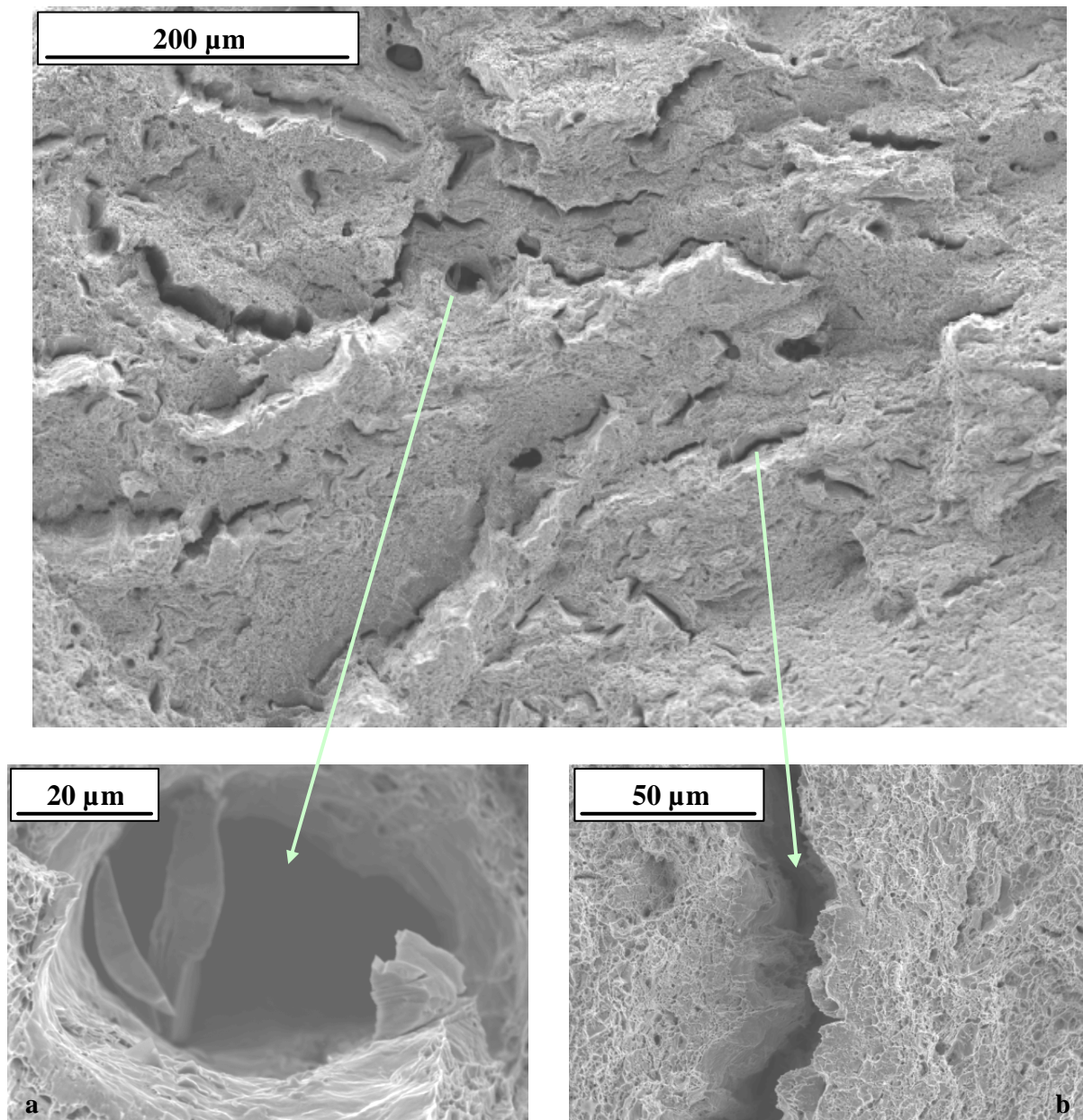
Elles sont plus marquées à  $-60^{\circ}\text{C}$  qu'à  $-196^{\circ}\text{C}$ , et peuvent traverser les différentes barrières microstructurales (anciens joints de grains austénitiques, paquets bainitiques...) ou être stoppées par ces dernières (voir chapitre V), et devenir tellement intenses qu'on ne parvient plus à distinguer la microstructure.



**Figure II-10 : évolution de l'endommagement des inclusions de MnS lors d'un essai de traction à  $-60^{\circ}\text{C}$  sur une éprouvette de 16MND5**

L'endommagement des inclusions de MnS est aussi très important. Les MnS allongés sont fissurés en de multiples endroits dès 1% de déformation (cf figure II-10), quelle que soit

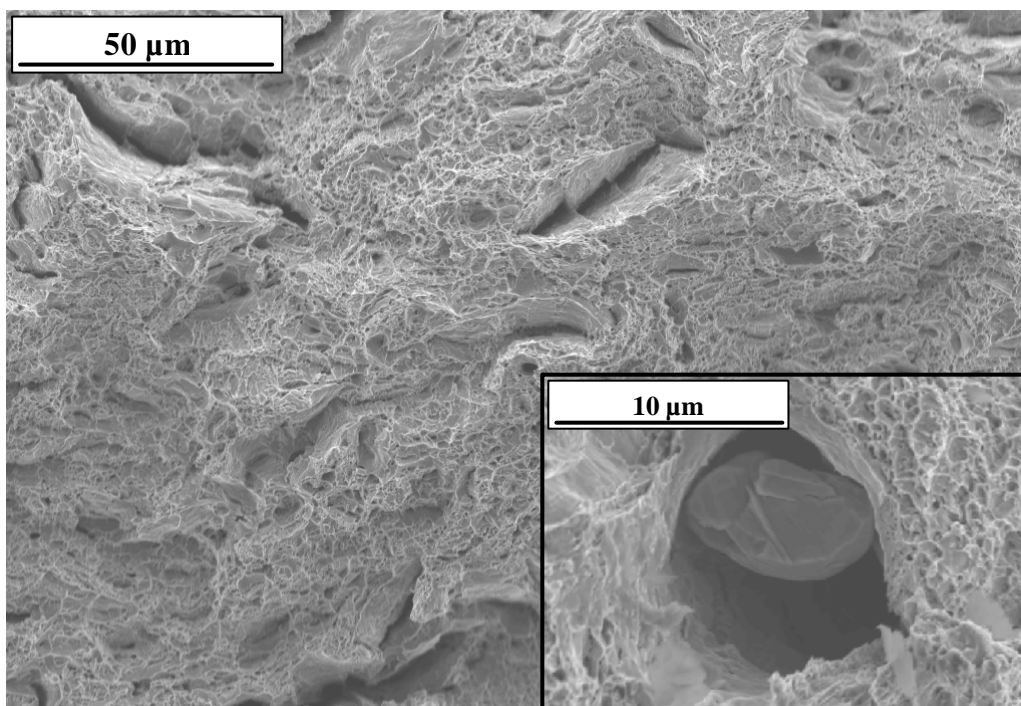
la température : ils subissent ensuite une très forte décohésion (elle s'accroît avec le chargement), qui peut conduire à leur expulsion partielle ou totale hors du matériau, laissant place à des cavités (cf figures II-10 et II-9b). Ces cavités résiduelles sont des sources potentielles de concentration de contrainte, du simple fait de leur nature (vide laissé par les MnS), mais également parce que les déformations locales alentours sont très élevées (conséquence directe de la présence de MnS : voir microgrilles en annexe D). En outre, la décohésion apparaît progressivement chez les MnS sphériques (cf figure II-10).



**Figure II-11 : rupture ductile à -60°C (16MND5)**  
a) Résidus de MnS au fond d'une cavité - b) Fissure

Le mode de rupture varie avec la température. Il est ductile à  $-60^{\circ}\text{C}$ , caractérisé par la présence de nombreuses cupules sur le faciès (cf figure II-11), de fissures assez larges qui présentent des traces de rupture fragile sur leurs parois, ainsi que de multiples cavités dont le diamètre est inférieur à  $50\mu\text{m}$ , au fond desquelles se trouvent des résidus de MnS qui ont souvent été fissurés avant de subir une forte décohésion.

Compte tenu de la faible proportion de MnS dans le matériau de mise au point, ces cavités sont beaucoup moins nombreuses sur le faciès de ce matériau : les MnS étant également plus petits, ils ne sont alors que très rarement fissurés, mais ils ont subi par contre une décohésion bien plus importante (cf figure II-12).



**Figure II-12 : rupture ductile à  $-60^{\circ}\text{C}$  (matériau de mise au point)**

Au contraire, lors des essais de traction à plus basses températures (ici  $-196^{\circ}\text{C}$  dans de l'azote liquide), celui-ci devient fragile et se caractérise par des fissures et rivières de clivage (cf figure II-13).

On observe alors que de très rares MnS, car la décohésion qu'ils ont subie est si importante, que la plupart d'entre eux semblent avoir été « expulsés » du matériau, laissant place à des cavités (cf figure V-19). Il est donc difficile de déterminer s'ils jouent un rôle dans l'initiation des rivières de clivage (ou même s'ils en sont à l'origine), même si certains se trouvent parfois à proximité (cf figure V-19).



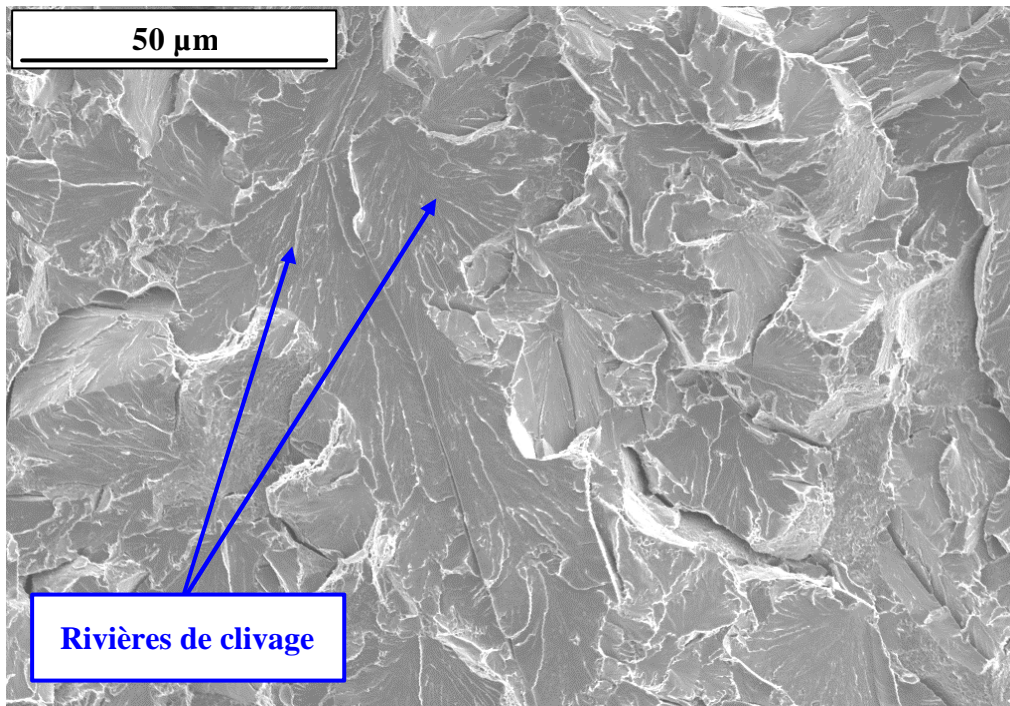


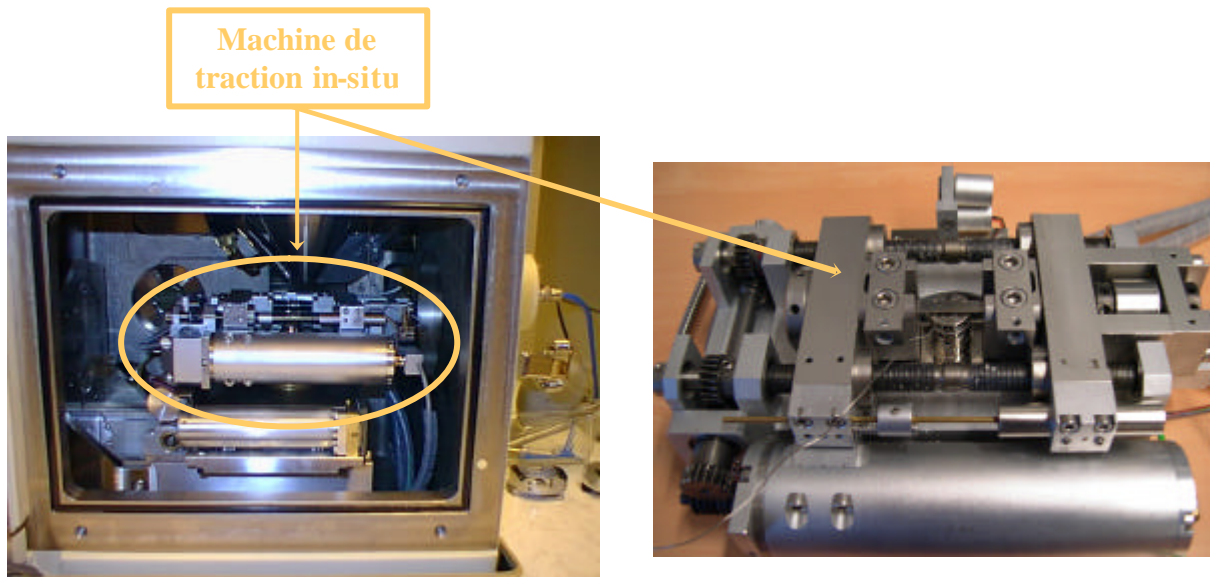
Figure II-13 : rupture fragile à -196°C (16MND5)

Tous les essais de traction interrompus permettent donc de déterminer le mode de rupture de l'acier 16MND5 à basses températures, mais il reste difficile d'identifier exactement les sites d'amorçage des microfissures (en particulier de clivage), et de caractériser les éléments microstructuraux et les mécanismes qui en sont à l'origine. Il est donc nécessaire de réaliser des essais in-situ, pour bien mettre en évidence tous ces phénomènes : lignes de glissement, endommagement des MnS, initiation et propagation de fissures ...

## B.2. Essais de traction in-situ à basses températures

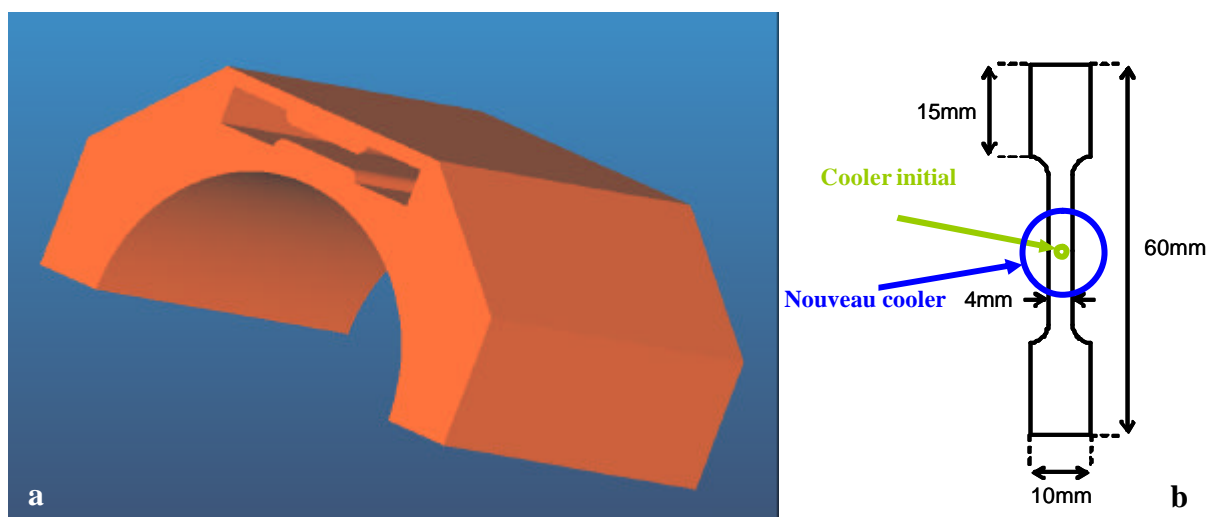
### B.2.1. Présentation de la machine de traction in-situ

L'acquisition d'une petite machine de traction/compression in-situ Kamrath & Weiss nous a permis de réaliser de nombreux essais à basses températures, afin d'observer les mécanismes qui sont à l'origine de la rupture, sans effectuer de décharge préalable. Placée directement dans l'enceinte du MEB (cf figure II-14), elle offre la possibilité de caractériser les éléments microstructuraux qui sont à l'origine de la germination des fissures, ceux qui favorisent leur propagation ou au contraire constituent un obstacle (en sachant à tout moment, pour quelle sollicitation macroscopique ces phénomènes se produisent).



**Figure II-14 : machine de traction/compression permettant de réaliser des essais in-situ**

La livraison de la machine a eu lieu début septembre 2002 et sa mise au point a pris plusieurs mois, notamment pour le réglage de la machine dans le MEB, sur le goniomètre de diffraction et pour mettre au point le système de régulation de température. Cette machine est capable d'exercer une force maximale de 5kN et la vitesse de sollicitation peut être contrôlée (vitesse comprise entre 0,2 $\mu$ m/s et 100 $\mu$ m/s).

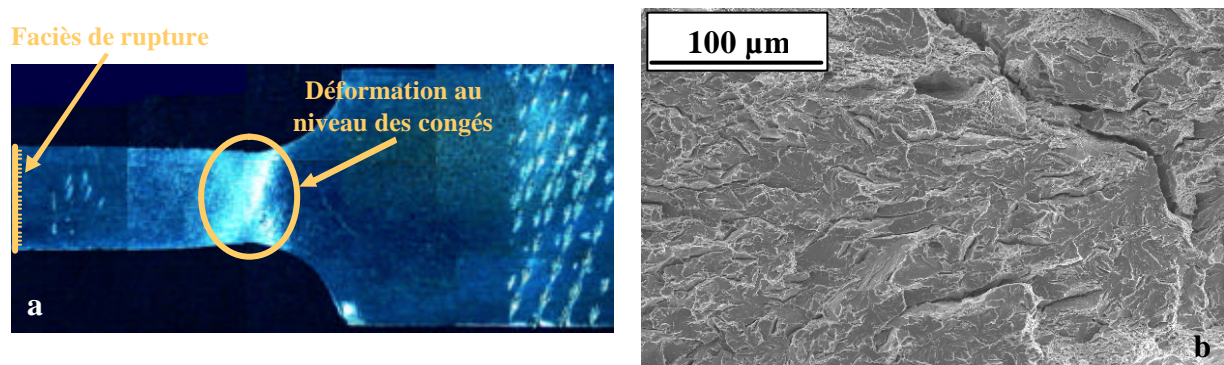


**Figure II-15 : schéma du prélèvement des éprouvettes et leurs dimensions**

Les éprouvettes de traction utilisées avec cette machine sont plus petites que celles destinées à la machine de traction MTS : elles doivent impérativement conserver une épaisseur inférieure

au millimètre (pour une conduction thermique optimale, et donc un faible gradient de température entre les deux faces) et leurs dimensions sont données à la figure II-15. Bien entendu, certains paramètres peuvent tout de même varier, comme la largeur au centre : il est également préférable de pratiquer des entailles pour concentrer la déformation, et donc faciliter l'observation au MEB (rupture systématiquement localisée au milieu des deux entailles).

Les deux premiers essais de traction in-situ réalisés (l'un à température ambiante et l'autre à  $-150^{\circ}\text{C}$ ) nous ont permis de «tester» la machine. Lors de l'essai à l'ambiante par exemple, on a pu se rendre compte que la vitesse de sollicitation doit être bien contrôlée à l'approche de la rupture, si l'on veut pouvoir observer l'apparition de microfissures avant de rompre l'éprouvette (l'intervalle de temps entre la germination des premières microfissures et la rupture globale est très court) : ceci est d'autant plus difficile à basses températures, puisque le mode de rupture est alors fragile et surtout très brutal !

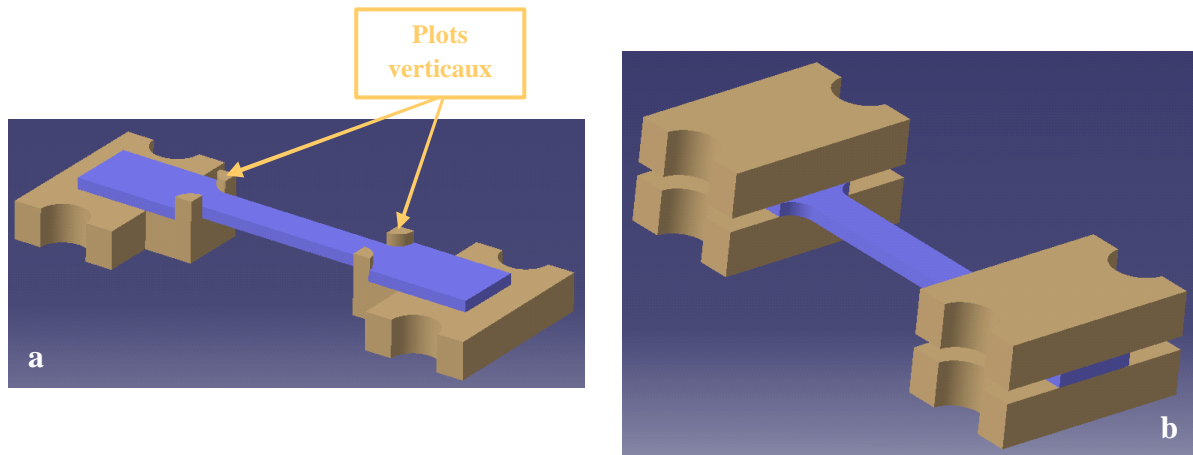


**Figure II-16 : matériau de mise au point**

**a) Epreuve déformée au niveau des congés - b) Faciès de rupture**

Pour atteindre les  $-150^{\circ}\text{C}$  (ce qui constitue la limite actuelle de la machine), les deux mors ont été isolés (film polyéthylène métallisé isothermique) afin de descendre le plus bas possible en température («optimisation» de la conduction thermique entre l'éprouvette et le «cooler» qui la refroidit). Lors de l'essai de traction, deux problèmes sont survenus. Tout d'abord, l'éprouvette s'est beaucoup déformée près des congés (cf figure II-16a), au niveau desquels le refroidissement n'est plus homogène (il ne l'est en fait que sur une surface de  $25\text{ mm}^2$ , qui correspond à la zone de contact avec le «cooler») : ce phénomène a aussi été observé lorsqu'elle est maintenue au niveau des congés par deux plots verticaux (cf figure II-17a).





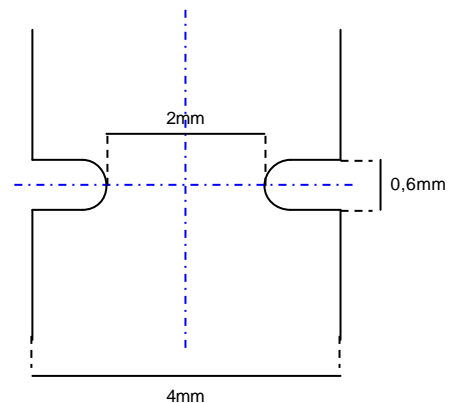
**Figure II-17 : a) Eprouvette maintenue avec deux plots - b) Système de serrage choisi (mors)**

Ensuite, elle s'est rompue hors de la zone observée (le faciès de rupture est globalement fragile : cf figure II-16b), ce qui ne nous a pas permis par conséquent de repérer les sites d'initiation des microfissures, ni de suivre leur propagation.

Finalement, la fixation des éprouvettes au moyen de plots a été abandonné au profit d'un système de serrage plus classique, identique à celui présent sur la machine de traction MTS (l'éprouvette est maintenue entre deux mors agrippants : cf figure II-17b). Le « cooler » a également été agrandi (il refroidit désormais l'échantillon sur quasiment toute sa longueur : cf figure II-15b) et des entailles ont été pratiquées pour localiser la déformation (nous sommes ainsi sûrs de bien observer la zone où se déclenchera la rupture) et accroître la triaxialité.

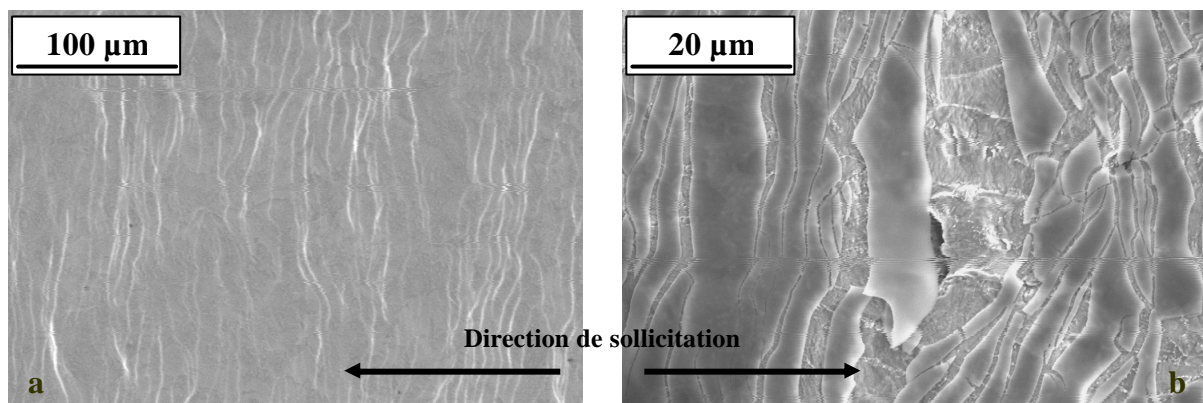
### B.2.2. Essais réalisés (-150°C)

Un premier essai de traction in-situ a été réalisé à -150°C, sur une éprouvette avec deux entailles en U (géométrie optimisée par calcul par éléments finis par [4] Limousin, afin de générer un maximum de clivage tout en connaissant le facteur de contrainte induit : cf figure II-18) : la descente en température s'est effectuée très rapidement (environ 15 minutes) et l'endommagement a été observé au MEB, à chaque étape du chargement.



**Figure II-18 : éprouvette avec entaille en U**

Au bout de 0,2mm d'allongement, sont apparues les premières lignes de glissement, ou tout du moins ce que l'on supposait alors être un premier signe d'activité plastique (cf figure II-19a : allongement de 0,2mm et force  $F=960\text{N}$ , ce qui correspond à une contrainte d'environ 810MPa dans la zone entaillée, en tenant compte du facteur d'intensité de contrainte induit par l'entaille (voir calculs numériques de [4] Limousin)). Hélas, il s'est avéré par la suite qu'il s'agissait d'une petite couche de givre qui commençait à se fissurer (cf figure II-19b), malgré « l'état de vide » à l'intérieur du MEB : il faudra donc réfléchir par la suite à un moyen d'éviter ce phénomène, car cette pellicule, aussi mince soit-elle, ne nous permet plus de distinguer la microstructure.



**Figure II-19 : pellicule de givre se fissurant à la surface de l'éprouvette entaillée (matériau de mise au point)**

Nous nous sommes également rendus compte que l'adjonction continue d'azote liquide pour maintenir la température ne nous permettait pas de générer facilement une image, la pression dans le circuit fermé de refroidissement étant trop élevée (la machine de traction vibre en permanence) : de plus, si l'on coupe l'arrivée d'azote durant l'acquisition d'image, la température remonte et il est ensuite impossible de redescendre à  $-150^{\circ}\text{C}$  (formation probable de « glaçons » dans le circuit). Nous sommes toutefois parvenu à régler (en partie) ce dernier problème lors d'un nouvel essai qui n'est pas encore présenté ici. Mais que la mise au point de la machine est difficile, de nombreuses difficultés apparaissant progressivement !!!

Passé notre sentiment de déception, nous nous sommes rendus compte que cet essai allait pouvoir être exploité, et nous fournir par conséquent des informations très précieuses. En effet, nous sommes tout de même parvenus à apercevoir l'amorçage de la microfissure qui

a entraîné la rupture de l'éprouvette (cf figures II-19b et II-20a (zoom) : allongement de 0,44mm et force  $F=930N$ , soit une contrainte d'environ 785MPa dans la zone entaillée) : il s'est produit au milieu des deux entailles qui ont été préalablement pratiquées sur cette dernière. Il a été ensuite difficile de suivre la propagation de cette fissure au MEB, étant donnée sa brutalité (vitesse) : il faudra donc utiliser la vitesse de sollicitation la plus faible lors des prochains essais. Nous nous sommes ensuite attachés à retrouver la zone concernée sur l'éprouvette rompue, pour déterminer les circonstances de cette initiation de microfissure (cf figure II-20b).

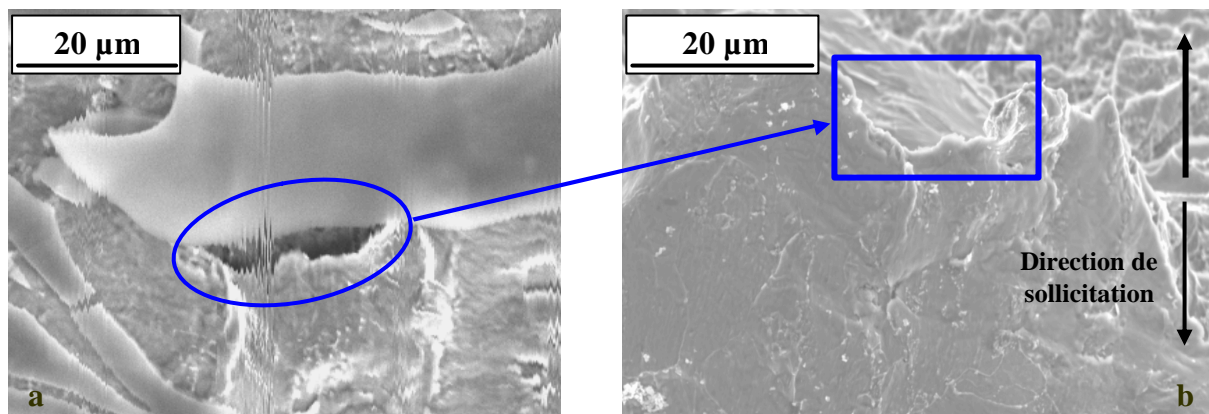


Figure II-20 : microfissure à l'origine de la rupture de l'éprouvette (matériau de mise au point)

Le faciès de rupture est mixte : principalement ductile (cf figure II-22a), il présente également quelques zones fragiles qui à défaut d'être majoritaires, sont réparties de façon assez uniforme (toujours pas de faciès 100% fragile, comme c'est le cas à  $-196^{\circ}C$  dans l'azote liquide).

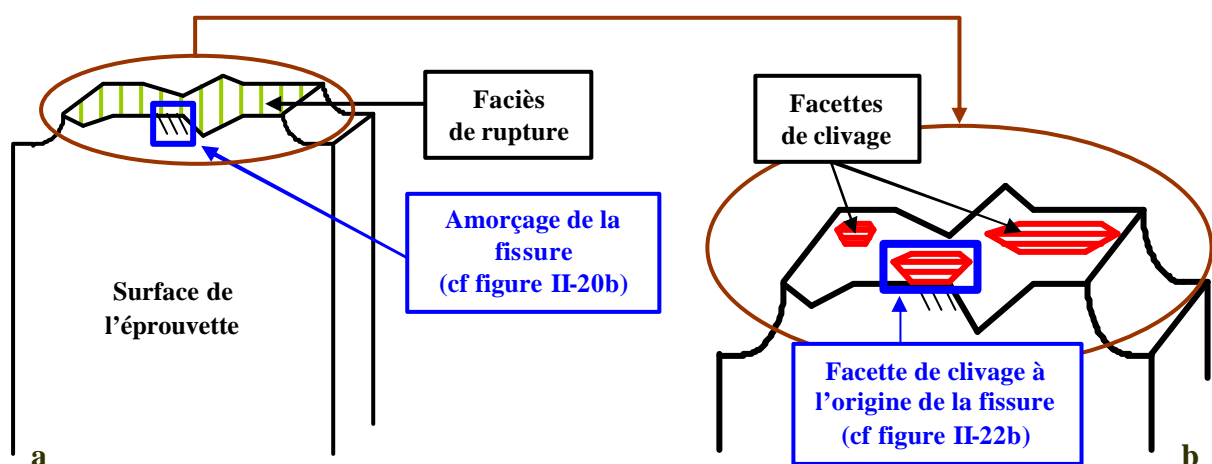


Figure II-21 : a) Amorçage de la fissure à la surface de l'éprouvette - b) Faciès de rupture

On peut se demander si la fissure ne progresse pas initialement par développement ductile, avant de provoquer une rupture par clivage ([5] Narström et Isacsson).

En outre, comme nous pensions que l'origine de cette fissure pouvait ne pas se situer à la surface de l'éprouvette (mais plutôt à cœur), nous avons observé le faciès en portant tout particulièrement notre attention à la verticale du site d'initiation de la fissure (cf figure II-21) : et à cet endroit se trouve justement une facette de clivage (cf figures II-20b, II-21b et II-22b) ! C'est un résultat très important, car nous avons pu clairement identifier le site à l'origine de la rupture. Nous allons donc pouvoir faire une cartographie EBSD sur cette éprouvette, à la fois sur le faciès de rupture pour déterminer le plan cristallographique qui a clivé, entraînant ainsi la rupture, et à sa surface pour suivre la propagation de la fissure principale (voir chapitre V).

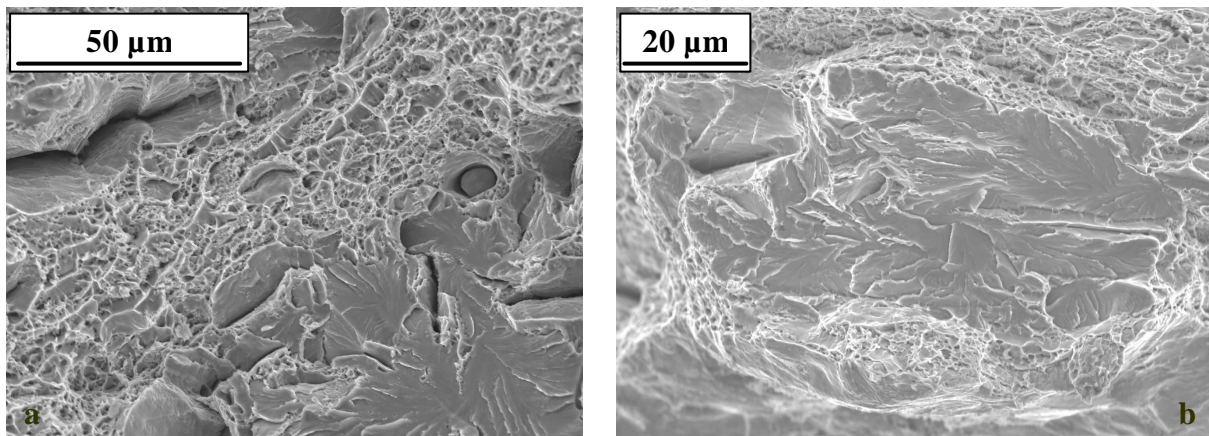


Figure II-22 : a) Faciès de rupture mixte - b) Facette de clivage à l'origine de la fissure initiale (matériau de mise au point)

Dans ce cas, il va être possible de déterminer précisément l'orientation du grain dans lequel s'est déclenchée la fissure (orientation cristallographique plus favorable au clivage ?) et de suivre la propagation de cette dernière (cf figure II-23 : est-elle déviée en fonction de l'orientation/la désorientation des grains ?).

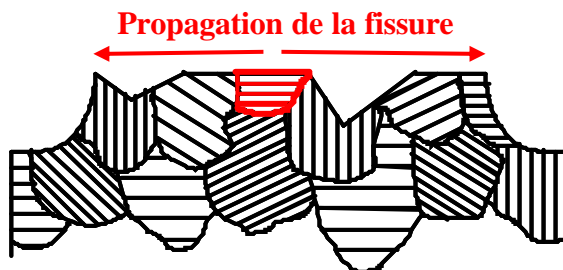
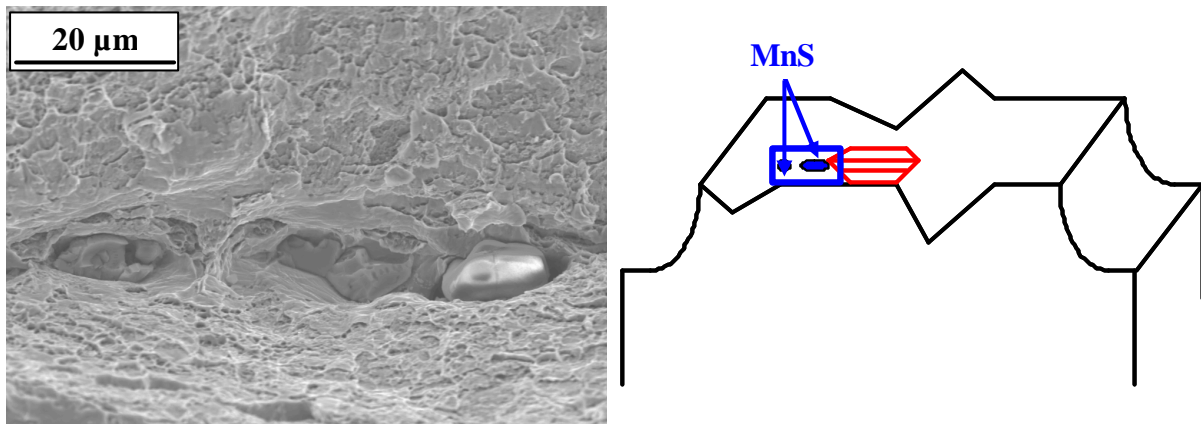


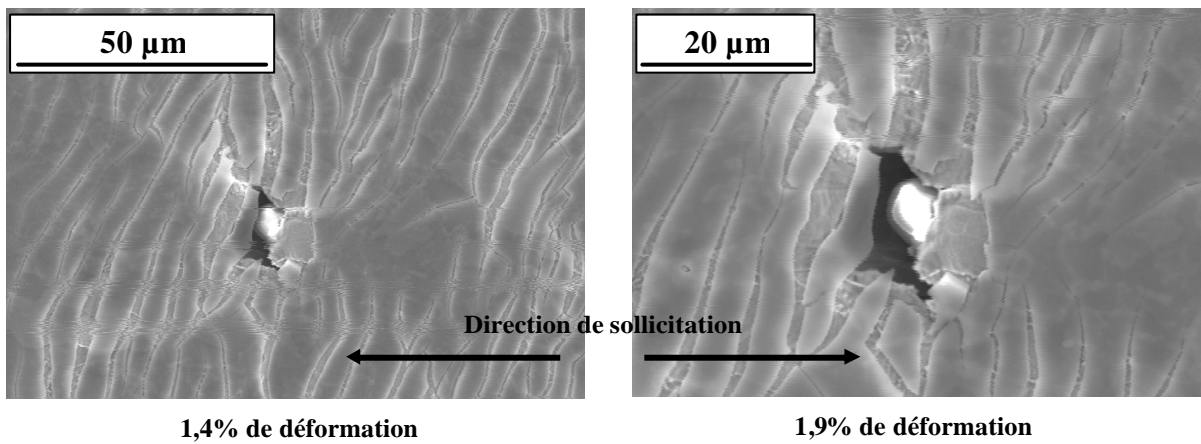
Figure II-23 : la fissure est-elle déviée en fonction de l'orientation cristallographique des grains ?



A noter : à la base de la zone de clivage à l'origine de la rupture de l'éprouvette (faciès), se trouve un amas de MnS dont le rôle reste à déterminer (cf figure II-24).

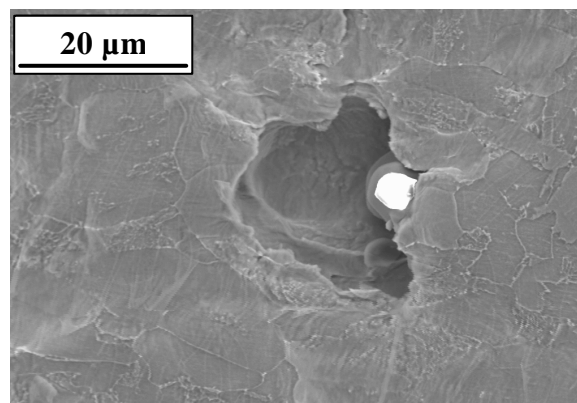


**Figure II-24 : MnS présents juste à côté de la facette de clivage à l'origine de la fissuration (matériau de mise au point)**



1,4% de déformation

1,9% de déformation

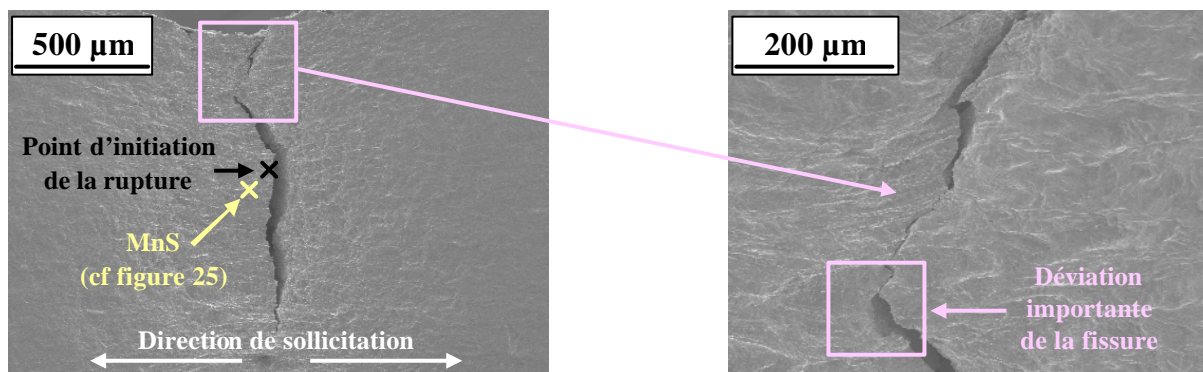


2,3% de déformation (après rupture)

**Figure II-25 : évolution de l'endommagement d'un MnS présent à la surface de l'éprouvette (matériau de mise au point)**

A ce propos, lors d'un autre essai de traction in-situ à  $-150^{\circ}\text{C}$  qui a suivi celui présenté ici (éprouvette avec entailles en V, dont les dimensions sont similaires à l'entaille en U), un MnS se trouvait précisément au centre des deux entailles : son endommagement a donc été observé avec beaucoup d'attention, tout au long du chargement. Il a d'abord été fissuré avant de subir une décohésion très importante, ce qui a créé une cavité dans la matrice ferritique. Cette cavité s'est ensuite développée au cours du chargement (cf figure II-25), si bien qu'elle a peut-être « joué un rôle » (source de concentration de contraintes ?) dans l'amorçage de la fissure principale, qui s'est déclenchée environ  $100\mu\text{m}$  plus loin, toujours à cœur d'entaille : nous ne pouvons toutefois pas encore l'affirmer (plus d'observations sont nécessaires).

En outre, la simple observation visuelle de la fissuration a révélé que la fissure principale (nous avons pu suivre étape par étape sa propagation) pouvait être extrêmement déviée par endroit, d'un angle parfois supérieur à  $90^{\circ}$  (cf figure II-26).



**Figure II-26 : mode de propagation de la fissure principale (matériau de mise au point)**

Là encore, l'EBSD pourrait nous indiquer si l'orientation cristallographique des grains peut être à l'origine de ce phénomène : une désorientation importante entre deux grains peut-elle induire une déviation des fissures, comme c'est le cas pour l'acier E450 TMCP de [2] Lambert (fissure fortement déviée ou même arrêtée si la désorientation est supérieure à  $40^{\circ}$ ) ?

# Conclusion

---

La microstructure de l'acier de cuve bainitique 16MND5 est très complexe, car elle est composée notamment de différents paquets (ferrite, ferrite + précipités de cémentite) à l'intérieur de l'ancien grain austénitique, qui ont chacun leur propre orientation cristallographique. Il est donc nécessaire de bien l'étudier (MEB, EBSD, DRX), pour bien mettre en évidence les propriétés mécaniques du matériau.

Plusieurs essais de traction interrompus ont ainsi permis de caractériser le comportement et l'endommagement de cet acier après chaque décharge : apparition progressive de lignes de glissement, rupture et décohésion des MnS, mode de rupture ductile à  $-60^{\circ}\text{C}$  et fragile à  $-196^{\circ}\text{C}$ . Néanmoins, pour répondre à la demande d'EDF - c'est-à-dire déterminer principalement les sites d'initiation des microfissures de clivage -, il est nécessaire d'envisager des techniques mieux adaptées.

Le LPMM/ENSAM de Metz a donc acquis une petite machine de traction instrumentée en température ( $[-150^{\circ};300^{\circ}\text{C}]$ ) qui permet de réaliser le même type d'essais, mais cette fois in-situ (sans décharge préalable). Après une mise au point de longue haleine, il a été possible de suivre l'évolution de l'endommagement au cours du chargement : nous sommes ainsi parvenus à apercevoir en particulier l'amorçage de la microfissure qui a été à l'origine de la rupture d'une éprouvette, et à suivre sa propagation étape par étape, le tout à  $-150^{\circ}\text{C}$  ! C'est donc véritablement un premier « obstacle technologique » très important qui a été franchi, car ce type de manipulations va désormais nous permettre d'associer à chaque mécanisme observé au MEB, l'orientation cristallographique des paquets bainitiques mises en évidence par EBSD, et surtout les états de contraintes internes et résiduelles déterminées par DRX.





## Références

- [1] Renevey S., « *Approches globale et locale de la rupture dans le domaine de transition fragile-ductile d'un acier faiblement allié* », Rapport de thèse de l'Université Paris XI Orsay, 1997.
- [2] Lambert A., « *Rupture par clivage de microstructures d'aciers bainitiques obtenues en conditions de soudage* », Rapport de thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001.
- [3] Kim S., Lee S. et Lee B.S., « *Effects of grain size on fracture toughness in transition temperature region of Mn-Mo-Ni low-alloy steels* », Materials and Engineering A359, 2003, p. 198-209.
- [4] Limousin W., « *In-situ experiments at very low temperatures and notched specimen modeling for a pressure vessel steel* », Rapport de Projet de Fin d'Etude de l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers de Metz, 2003.
- [5] Narström T. et Isacson M., « *Microscopic investigation of cleavage initiation in modified A508B pressure vessel steel* », Materials Science and Engineering A271, 1999, p. 224-231.



# **Chapitre III**

## **Analyse de contraintes par diffraction des rayons X**



---

## Analyse de contraintes par diffraction des rayons X

---

W. Röntgen a découvert en 1895 à Würzburg (Allemagne) un nouveau type de rayonnement électromagnétique. Alors qu'il travaillait dans l'obscurité avec des tubes à rayons cathodiques, il remarqua que les cristaux contenus dans une coupe qui se trouvait à proximité émettaient une lueur, même s'il interposait un carton entre le tube et ces cristaux : il supposa donc l'existence de radiations se formant dans le tube, ayant la propriété de traverser la matière, qu'elle soit de verre, de papier ou de carton. Ne sachant pas à quel type de radiations il avait affaire, il les baptisa « rayons X », « X » comme l'inconnue en mathématiques. Leur capacité à traverser la matière et à révéler l'intérieur du corps humain a immédiatement donné un grand retentissement populaire à cette découverte scientifique.

La nature des rayons X a été découverte en 1912 par le physicien Von Laue, grâce à leur diffraction par des lames cristallines : ce sont des radiations électromagnétiques de même nature que la lumière, mais de longueur d'onde  $\lambda$  beaucoup plus petite (de 0,03 à 20 Å). Ces rayons X sont produits lorsqu'un faisceau d'électrons à grande vitesse rencontre un obstacle matériel : ils sont donc émis par cette cible, lors de l'impact. Cette opération a un rendement énergétique très faible : seulement 0,2% de l'énergie est transformée en rayons X et plus de 99% est dissipée sous forme de chaleur. Les premières applications du début du siècle dernier ont été tournées vers l'étude des cristaux, afin de mettre en évidence les atomes constitutifs des molécules et confirmer ainsi la justesse du nombre d'Avogadro. Mais Von Laue pensa également qu'il était possible de faire l'inverse de sa découverte initiale, c'est-à-dire de mesurer les distances entre les atomes grâce à ces mêmes rayons X.

La Diffraction des Rayons X (DRX) est aujourd'hui un outil d'analyse très performant, utilisé pour identifier la nature et la structure des matériaux cristallins (de même que leur texture cristallographique et leur écrouissage), dont les atomes s'organisent en plans réticulaires qui sont désignés par leurs coordonnées (hkl) dans un système de repérage de l'espace. C'est également une technique non destructive particulièrement bien adaptée pour déterminer les états de contrainte dans les matériaux à différentes échelles : elle se base alors sur la mesure des déformations du réseau cristallin, en utilisant comme jauge de déformation, la distance interréticulaire des plans cristallographiques.



## A. Introduction : pourquoi la DRX ? Définition des différentes échelles

Pour établir la relation entre les états mécaniques et la mesure par DRX, il faut d'abord décrire le volume analysé par cette technique. Une caractéristique importante du volume diffractant est son aspect discontinu, puisque ne participent à la diffraction que les grains vérifiant la loi de Bragg (cf figure III-1).

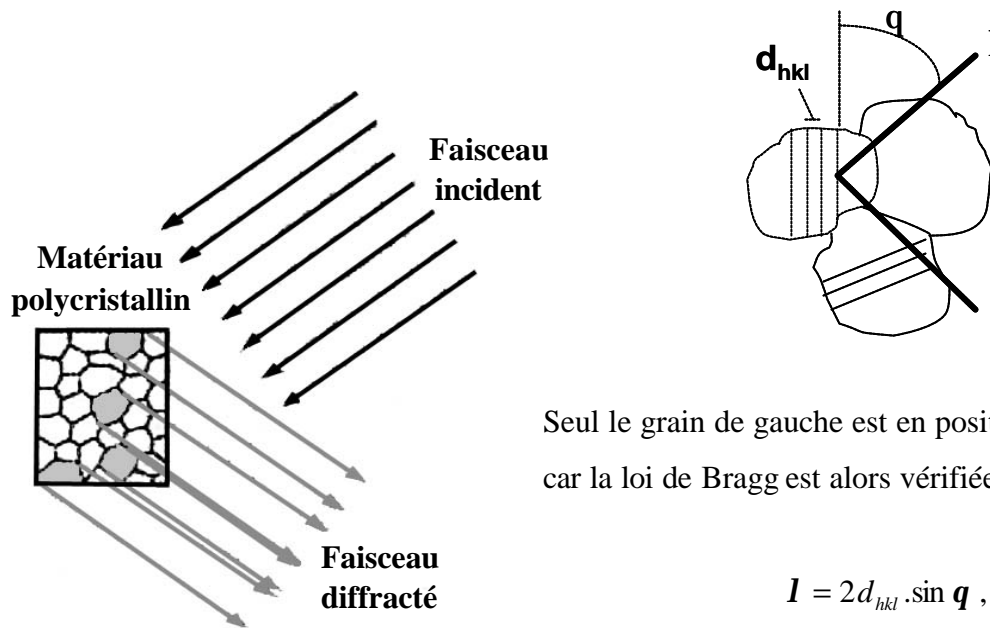


Figure III-1 : volume diffractant

Seul le grain de gauche est en position de diffraction, car la loi de Bragg est alors vérifiée :

$$\lambda = 2d_{hkl} \cdot \sin \theta$$

où  $\lambda$  est la longueur d'onde du faisceau de rayons X incident,  $\theta$  l'angle entre ce faisceau et les plans diffractants (hkl), et  $d_{hkl}$  la distance interréticulaire de ces plans.

Suivant les conditions expérimentales et la taille des grains, le volume diffractant peut correspondre à un grain ou à un groupe de grains ayant la même orientation cristallographique : dans tous les cas, la mesure par diffraction donne accès à une information moyenne sur ce volume diffractant (par exemple, la moyenne des déformations des grains de même orientation).

Certains matériaux polycristallins multiphasés peuvent être constitués de grains de phase différente : la DRX permet alors de déterminer l'état de contrainte dans chaque phase, par une mesure des déformations du réseau cristallin des grains qui y sont associés. Dans le cas particulier de grains biphasés (perlite, grain de ferrite contenant des carbures ou des précipités

de cémentite, aciers duplex moulés, ...), la distribution des contraintes entre les phases résulte alors du comportement propre de chacune d'elles, mais également de l'incompatibilité de déformation entre les deux réseaux cristallographiques. En outre, la mesure des orientations locales montre qu'un grain peut être constitué de plusieurs sous-grains : les hétérogénéités qui en résultent sont mises en évidence durant les transformations de phase, au cours de différents traitements thermiques et/ou lors de l'écroutissage. Par exemple, après le cycle thermique d'élaboration de l'acier 16MND5, la microstructure de la bainite est composée de plusieurs « paquets » ou « lattes » (ferrite plus carbures : voir chapitre II) en relation d'orientation avec l'ancien grain austénitique : la forte désorientation qui peut exister entre ces différents « paquets », peut être à l'origine de l'hétérogénéité des contraintes intragranulaires. C'est pourquoi, pour rendre compte de l'impact de la microstructure complexe de l'acier 16MND5 sur ses propriétés mécaniques, il ne faut donc pas ignorer sa nature polycristalline et hétérogène. Il est par conséquent nécessaire de définir différentes échelles représentatives du matériau, auxquelles sont associés des ordres de contrainte. Leur distribution (le long de l'axe X) dans chacune des deux phases de l'acier bainitique 16MND5 est représentée sur la figure III-2 : l'état de contrainte macroscopique est considéré en compression, avec les phases *a* (matrice *Fe*) et *b* (renfort  $Fe_3C$ ) respectivement en compression et en traction.

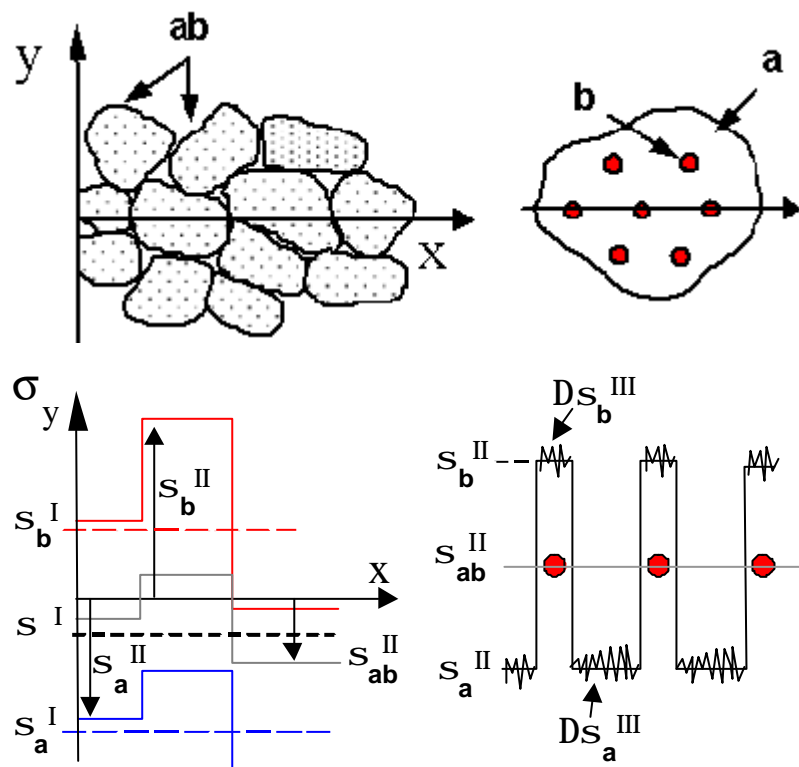


Figure III-2 : ordres de contrainte du matériau biphasé en fonction de la distance traversant les grains



## .. Ordre I

Cet ordre décrit le matériau à l'échelle macroscopique : l'état de contrainte correspond à une valeur moyenne sur un nombre suffisant de grains.

Comme l'acier bainitique étudié se compose de deux constituants (phase ferritique  $Fe$  et cémentite  $Fe_3C$ ), on introduit la contrainte moyenne « pseudo-macroscopique » du constituant  $i$ ,  $\mathbf{s}_i^I$  :

$$\mathbf{s}^I = \langle \mathbf{s}_{Fe}^I + \mathbf{s}_{Fe_3C}^I \rangle = f_{Fe} \mathbf{s}_{Fe}^I + f_{Fe_3C} \mathbf{s}_{Fe_3C}^I$$

où  $f_{Fe}$  et  $f_{Fe_3C}$  sont respectivement les fractions volumiques de ferrite et de cémentite

Lorsque la contrainte macroscopique est nulle, la contrainte dans la phase  $i$  est la contrainte résiduelle  $\mathbf{s}_i^{IR}$ .

## .. Ordre II

Cette échelle mésoscopique est représentative des contraintes moyennes au sein d'un grain. La moyenne des contraintes d'ordre II est la contrainte d'ordre I :

$$\mathbf{s}^I = \langle \mathbf{s}_{Fe/Fe_3C}^{II} \rangle, \quad \mathbf{s}_{Fe}^I = \langle \mathbf{s}_{Fe}^{II} \rangle_{V_{Fe}}, \quad \mathbf{s}_{Fe_3C}^I = \langle \mathbf{s}_{Fe_3C}^{II} \rangle_{V_{Fe_3C}}$$

et  $\mathbf{s}_{Fe/Fe_3C}^{II} = \langle \mathbf{s}_{Fe}^{II} + \mathbf{s}_{Fe_3C}^{II} \rangle_{V_{Grain}}$

L'orientation cristallographique du grain (dans le repère macroscopique) est introduite, afin de prendre en compte l'anisotropie cristalline.

## .. Ordre III

A cet ordre, ce sont des contraintes à l'échelle du réseau cristallin. L'état mécanique varie sur quelques distances interatomiques (échelle microscopique) : sa description est plus compliquée, car l'état de contrainte local est lié aux perturbations causées par certains défauts (dislocations, joints de grain, ...).

La nature biphasée (ferrite et cémentite) de l'acier 16MND5 fait de la DRX, l'outil privilégié pour déterminer - et ce sera notre principal objectif - les contraintes internes (au cours du chargement) ou résiduelles (après décharge) dans chaque phase

(contraintes pseudo-macroscopiques), car elle donne une information sélective dans chacune d'entre elles : nous utiliserons pour cela la méthode classique d'analyse de contraintes par DRX, appelée « méthode des  $\sin^2\psi$  » ([1] Hauk, [2] Belassel et [3] Inal). Ces contraintes sont dues à des incompatibilités de déformations (inter- et/ou intraphases), et peuvent soit être issues du procédé de fabrication (mise en forme, usinage, traitements thermiques), soit résulter de sollicitations mécaniques. Peu de mesures de diffraction ont été effectuées sur la bainite, mais certains auteurs comme [2] Belassel ont étudié la distribution des contraintes dans la perlite (ferrite/cémentite).

La DRX permet également de mettre en évidence l'hétérogénéité des déformations des plans diffractants  $e_{fy}$  (ordre II), d'analyser les textures cristallographiques (initiales ou après déformation) présentes dans le matériau et de déterminer les contraintes par orientations cristallographiques (ordre II), avec la méthode dite « des blocs de cristaux » ([1] Hauk : états de contrainte moyennés sur tous les grains de même orientation) : il devient alors possible d'établir des critères par orientations, en rendant compte par exemple, de celles qui favorisent l'activité plastique ou bien le clivage.

La partie expérimentale de notre étude a donc pour objectif de déterminer les états de contrainte dans l'acier 16MND5, lors d'essais de traction interrompus (composés d'une succession de charges et décharges) mais également in-situ (machine de traction instrumentée en température et directement placée sur le goniomètre de diffraction) : couplés à l'observation du matériau au MEB (plasticité, endommagement), ils vont permettre de comprendre le comportement de la ferrite et de la cémentite, et d'établir ainsi un certain nombre de critères qui vont alimenter et permettre de valider un modèle de comportement et d'endommagement à deux échelles, développé parallèlement à la caractérisation expérimentale (voir chapitres IV et V).

## B. Méthodes de détermination des contraintes par DRX

### B.1. La méthode des $\sin^2\psi$

L'état de contrainte dans chaque phase du matériau peut être déterminé en utilisant comme jauge de déformation, la distance interréticulaire des plans cristallographiques

(cf figure III-3). La déformation élastique dans la direction de mesure résultant de la variation de la distance interréticulaire  $d_0$  (matériau non contraint) à  $d$  (matériau contraint) est reliée à travers la relation de Bragg, à la mesure du déplacement  $\Delta 2q_{fy} = 2q_{fy} - 2q_0$  de la raie de diffraction correspondante :

$$e_{fy} = \frac{d - d_0}{d_0} = \frac{\sin q_0}{\sin q_{fy}} - 1 \approx -\frac{1}{2} \cdot \cotan q_0 \cdot \Delta 2q_{fy},$$

où  $q_0$  est l'angle de Bragg qui correspond à l'état libre de toute contrainte, l'orientation du plan diffractant est définie par les deux angles  $f$  (azimuth) et  $y$  (angle de déclinaison entre la normale au plan diffractant et la normale à la pièce : cf figure III-3).

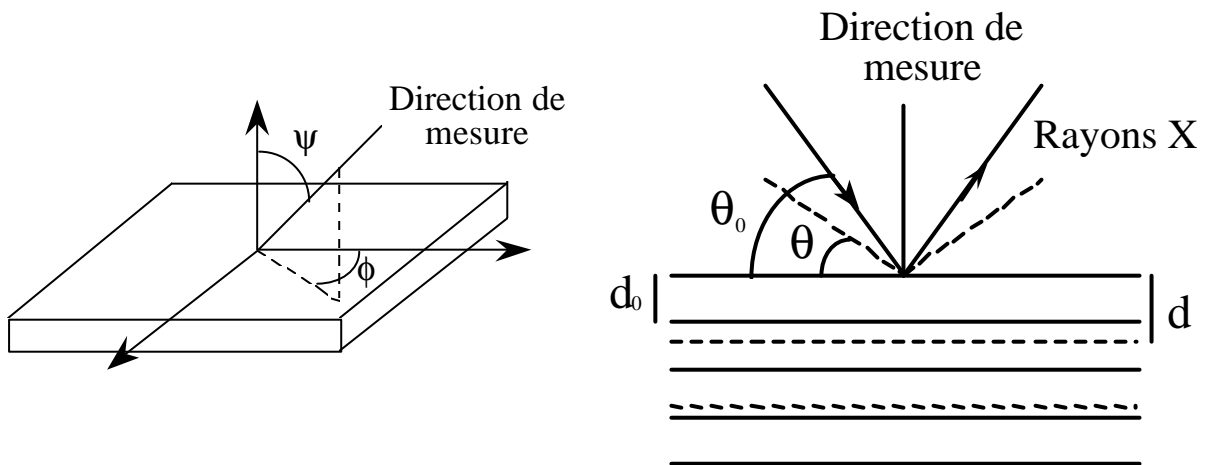


Figure III-3 : mesure par DRX de la variation de  $d_{hkl}$  permettant de calculer la déformation  $e_{fy}$

Les déformations des plans diffractants  $e_{fy}$  pour plusieurs orientations cristallines, en relation avec les angles de mesure  $f$  et  $y$ , correspondent à la moyenne sur le volume diffractant  $V_d$  des déformations élastiques des grains, projetée suivant la direction  $fy$  de mesure :

$$e_{fy} = n \cdot \langle e^{II} \rangle_{V_d} \cdot n^I,$$

où  $n = (\cos f \cdot \sin y, \sin f \cdot \sin y, \cos y)$ , le vecteur définissant la direction de mesure.

En mettant en relation  $e''$  et  $s^I$  dans le cas d'un matériau macro-homogène et isotrope, l'équation générale de détermination des contraintes par DRX ([1] Hauk) s'écrit :

$$e_{fy} = \frac{1}{2} S_2 (s_f^I - s_{33}^I) \sin^2 y + S_1 \text{tr}(s^I) + \frac{1}{2} S_2 t_f^I \sin 2y + \frac{1}{2} S_2 s_{33}^I,$$

avec  $s_f^I = s_{11}^I \cos^2 f + s_{12}^I \sin 2f + s_{22}^I \sin^2 f$  et  $t_f^I = s_{13}^I \cos f + s_{23}^I \sin f$

Lorsque le matériau polycristallin est soumis à un état de contrainte macroscopique, la déformation des plans diffractants dépend des orientations cristallographiques analysées à travers les deux angles  $f$  et  $y$ .

Si nous considérons par exemple trois groupes d'orientations différentes symbolisés par la trace des plans diffractants (traction uniaxiale dans la direction  $f = 0^\circ$  : cf figure III-4), ceux à  $y = 0^\circ$  se tassent (déformation « négative »), alors que pour  $y = 90^\circ$  ils s'écartent (déformation « positive »).

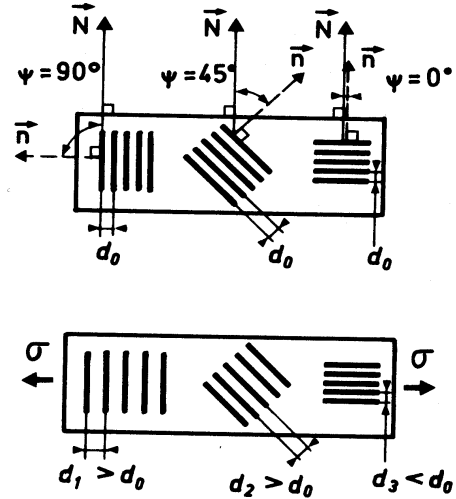
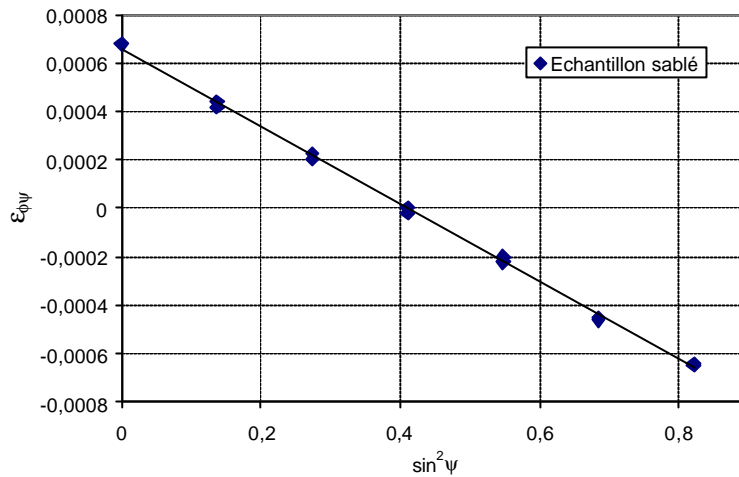


Figure III-4 : effet d'une contrainte macroscopique sur la distance interréticulaire pour trois groupes d'orientations différentes

La contrainte macroscopique  $s^I$  se déduit alors de la pente de la courbe  $e_{fy} = f(\sin^2 y)$ , à partir des Constantes d'Elasticité Radiocristallographiques (CER)  $S_1$  et  $S_2$ , qui dépendent du coefficient de Poisson  $\nu$  et du module d'Young  $E$ . La courbe  $e_{fy} = f(\sin^2 y)$  est une ellipse dont la pente et son ouverture sont respectivement proportionnelles à  $(s_f^I - s_{33}^I)$  et  $t_f^I$ . L'hypothèse  $s_{33}^I = 0$  rend la détermination de la contrainte  $s_f^I$  plus directe, et se justifie par le fait que la pénétration moyenne des rayons X dans le matériau est de l'ordre de quelques microns.

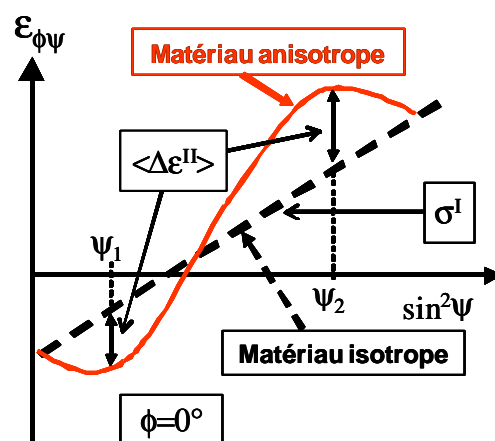
Dans le cas d'un matériau macroscopiquement isotrope, la déformation résultante pour chaque orientation conduit à une dépendance linéaire en  $\sin^2 y$ . La figure III-5 montre un exemple de détermination de contraintes pour lequel la méthode des  $\sin^2 y$  s'applique bien (acier ferritique sablé).



**Figure III-5 : loi des  $\sin^2\psi$  dans la phase ferritique d'un échantillon sablé en état de compression**

La méthode s'applique donc bien dans le cas de matériaux homogènes isotropes, mais elle reste toutefois soumise à certaines restrictions liées aux conditions expérimentales ou au caractère hétérogène de certains matériaux (taille de grains, fort gradient de contrainte proche de la surface, ... ([3] Inal)). Pour les matériaux anisotropes (en particulier ceux qui possèdent une texture cristallographique, et/ou ceux qui ont subi de fortes déformations), la linéarité des diagrammes  $\epsilon_{fy} = f(\sin^2 \psi)$  n'est plus respectée : une ondulation assez marquée traduit dans ce cas l'anisotropie élastique et plastique des grains, ainsi que l'hétérogénéité des déformations par orientations cristallographiques.

Par exemple, le groupe de grains qui appartient à l'orientation diffractant à angles  $\psi$  donnés possède un état de déformation supérieure ( $\psi_2$ ) ou inférieure ( $\psi_1$ ) à la moyenne macroscopique (cf figure III-6). Il s'agit d'un écart d'ordre II (moyenne des déformations des grains de même orientation), qui est d'autant plus important que le comportement plastique du grain est anisotrope et que la texture cristallographique est marquée.



**Figure III-6 : effets de l'hétérogénéité des déformations par orientations cristallographiques sur la loi des  $\sin^2\psi$**

## **B.2. Analyse de contraintes par orientations cristallographiques**

La méthode des  $\sin^2 \psi$  permet de déterminer les états de contrainte à l'échelle macro- ou pseudo-macroscopique, mais au sein d'une même phase, il existe des variations de contrainte très importantes, qui sont fonction de l'orientation cristallographique. Il s'agit donc d'utiliser d'autres méthodes à une échelle inférieure, dérivées de l'analyse dans les matériaux monocristallins (méthode d'analyse monocristalline) ou les polycristaux texturés (méthode des directions idéales) : elles s'avèrent vraiment très intéressantes, lorsqu'on considère de fortes différences de comportement et d'endommagement par orientations cristallographiques.

### **Méthode d'analyse monocristalline pour les blocs de cristaux (Ortner)**

Cette méthode s'applique donc à une orientation cristallographique particulière. La procédure expérimentale se déroule en trois temps :

#### **.. Sélection de l'orientation cristallographique à étudier.**

Il faut tout d'abord choisir l'orientation cristallographique pour laquelle nous voulons connaître l'état de contrainte (voir chapitre III.C.4.) : ce dernier sera en fait moyenné sur tous les grains orientés de cette façon.

Par exemple, si nous considérons un acier ferritique laminé et recristallisé, il est possible d'identifier deux orientations idéales  $(100)[011]$  et  $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$  projetées suivant la famille de plans  $\{110\}$  (cf figures III-7a et III-7b) : les pôles correspondent alors aux zones de plus forte intensité de la figure de pôles expérimentale  $\{110\}$  (cf figure III-7c).

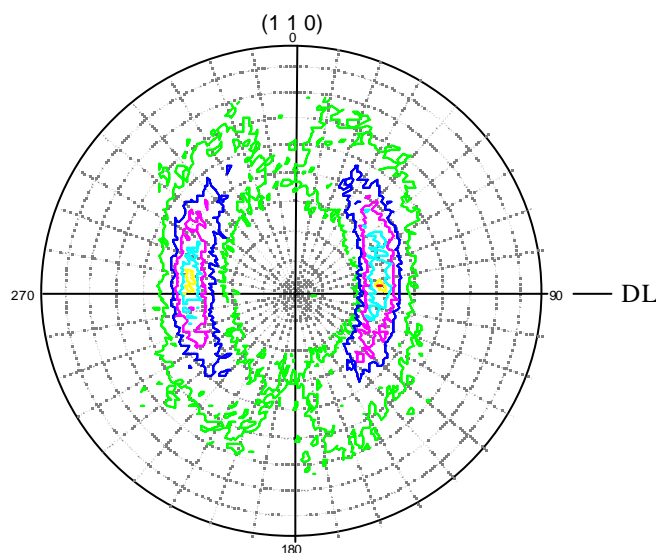
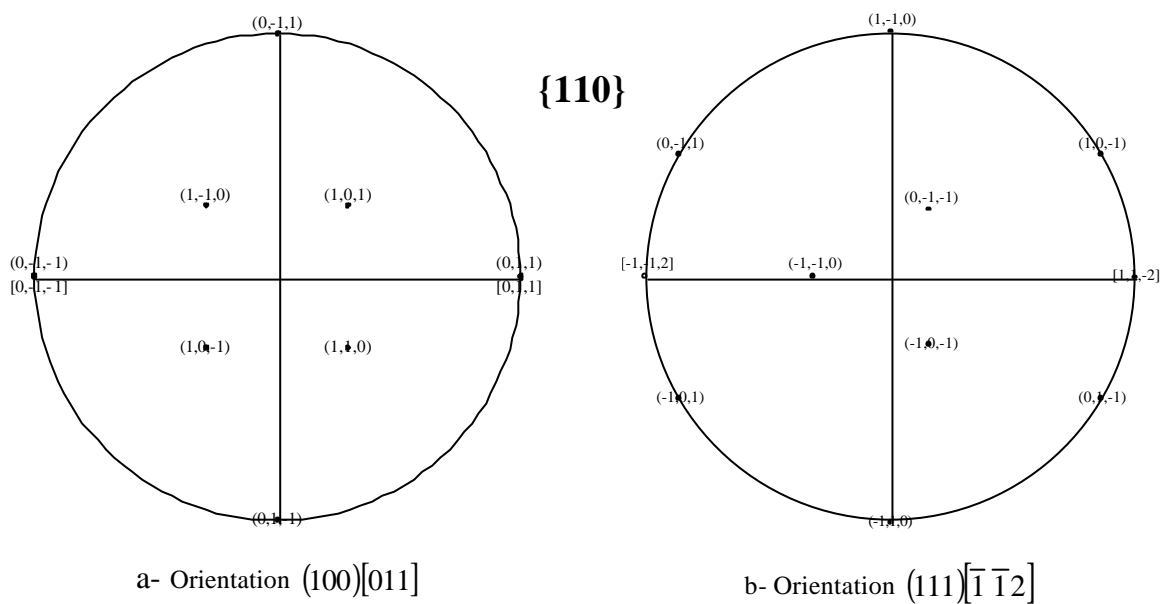
#### **.. Mesure des distances interréticulaires.**

Dans un deuxième temps, après avoir sélectionné l'orientation qui nous intéresse, il faut effectuer la mesure des distances interréticulaires correspondant aux différentes multiplicités d'une ou plusieurs familles de plans. Pour effectuer une mesure fiable et représentative, les pôles doivent décrire au mieux tout le demi-espace et être en nombre suffisant : c'est pourquoi il est préférable de travailler avec des familles de multiplicité maximale (l'idéal étant la famille de plans  $\{321\}$  pour la phase ferritique).

#### **.. Détermination de l'état de contrainte.**

Une acquisition des pics de Bragg est ensuite effectuée en chacune de ces positions. La mesure des angles de Bragg  $2\theta$  de plusieurs plans par rapport à la position de référence

$2\mathbf{q}_0$  (matériau non contraint), permet d'en déduire le tenseur de déformation élastique ([4] Ortnier). Les différents plans  $\{hkl\}$  sélectionnés sont successivement amenés en orientation de diffraction à l'aide des rotations  $\mathbf{f}$  et  $\mathbf{y}$  du goniomètre. Afin d'obtenir la meilleure précision, les plans  $\{hkl\}$  sont choisis de manière à correspondre à des angles de Bragg aussi grands que possible, pour la longueur d'onde du rayonnement utilisé. Le tenseur des contraintes est finalement déduit à partir de la loi de Hooke du monocristal (voir annexe B).



c- Figure de pôles  $\{110\}$  expérimentale (acier ferritique laminé et recristallisé)

**Figure III-7 : figures de pôles  $\{110\}$  théoriques (orientations sélectionnées : a et b) et expérimentale (c)**

## C. DRX : contraintes interphases et déformations $e_{fy} = f(\sin^2 y)$

### C.1. Détermination des contraintes résiduelles après plusieurs pré-déformations

#### C.1.1. Conditions expérimentales

Les contraintes résiduelles ont été déterminées lors d'essais de traction interrompus constitués d'une succession de charges et décharges, à basses températures. Après chaque décharge, les analyses de contraintes ont été effectuées avec un diffractomètre Seifert 3003 PTS équipé d'un détecteur ponctuel, d'un monochromateur plan secondaire en graphite et de fentes longues de Soller arrières verticales. Pour ces manipulations, il est nécessaire de travailler avec des plans  $\{hkl\}$  dont l'angle  $2q$  est le plus grand possible, afin de garantir de meilleurs résultats : le choix de l'anticathode est donc très important.

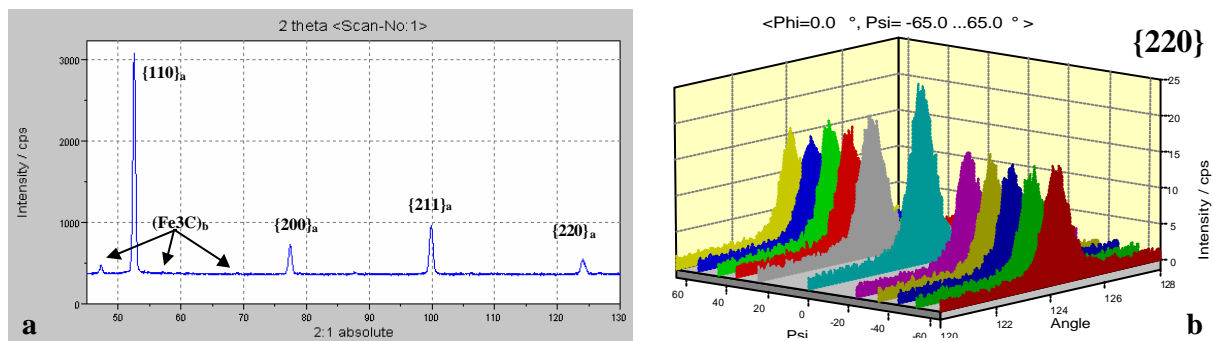


Figure III-8 : a) Diffractogramme de l'acier bainitique (anticathode de cobalt) - b) Pics de diffraction et les  $\sin^2 y$  leur correspondant (6,5% de déformation lors d'un essai de traction séquencé à  $-60^\circ\text{C}$ )

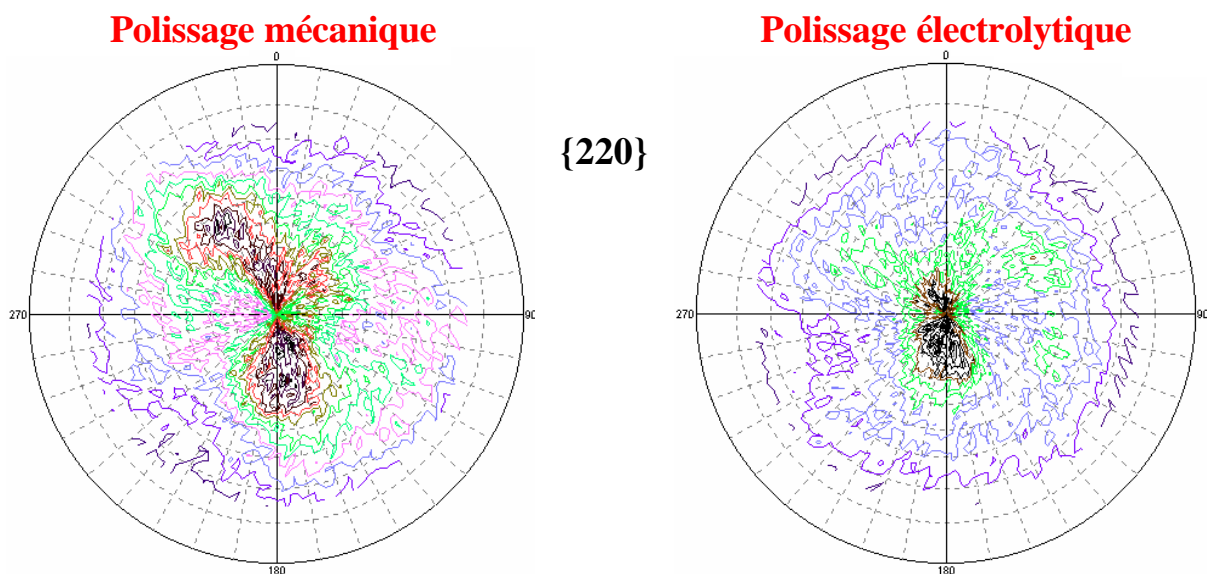
Deux séries de mesures ont été réalisées dans ces conditions (sens longitudinal des éprouvettes  $f = 0^\circ$ ), en effectuant un traitement isotrope par les CER  $S_1$  et  $S_2$ . Les premières analyses de contraintes ont tout d'abord été effectuées sur le plan  $\{220\}$  de la ferrite, avec une anticathode de cobalt (cf figure III-8a). Nous avons choisi un pas de mesure de  $0,05^\circ$  et un temps de comptage de 24 secondes, pour  $f = 0^\circ$  et 11 positions de  $y$  entre  $-65^\circ$  et  $65^\circ$  : cela représente une manipulation d'une durée de dix heures, pour chaque détermination de contraintes. Le pic de diffraction de la ferrite sur le plan  $\{220\}$  se situe pour une anticathode de cobalt à un angle  $2q = 123,929^\circ$ . La deuxième série de mesures a été réalisée sur le plan



{211} de la ferrite avec une anticathode de chrome ( $2\theta = 156,105^\circ$ ). Le pas de mesure est toujours de  $0,05^\circ$  et le temps de comptage passe à 35 secondes, pour  $\varphi = 0^\circ$  et 13 à 15 positions de  $\psi$  entre  $-65^\circ$  et  $65^\circ$  (manipulations de presque 24 heures chacune). Des analyses de contraintes complémentaires ont été effectuées avec un détecteur linéaire au Laboratoire des Systèmes Mécaniques et d'Ingénierie Simultanée (LASMIS) de l'Université Technologique de Troyes, car le temps de manipulation est beaucoup plus court (seulement 3 heures).

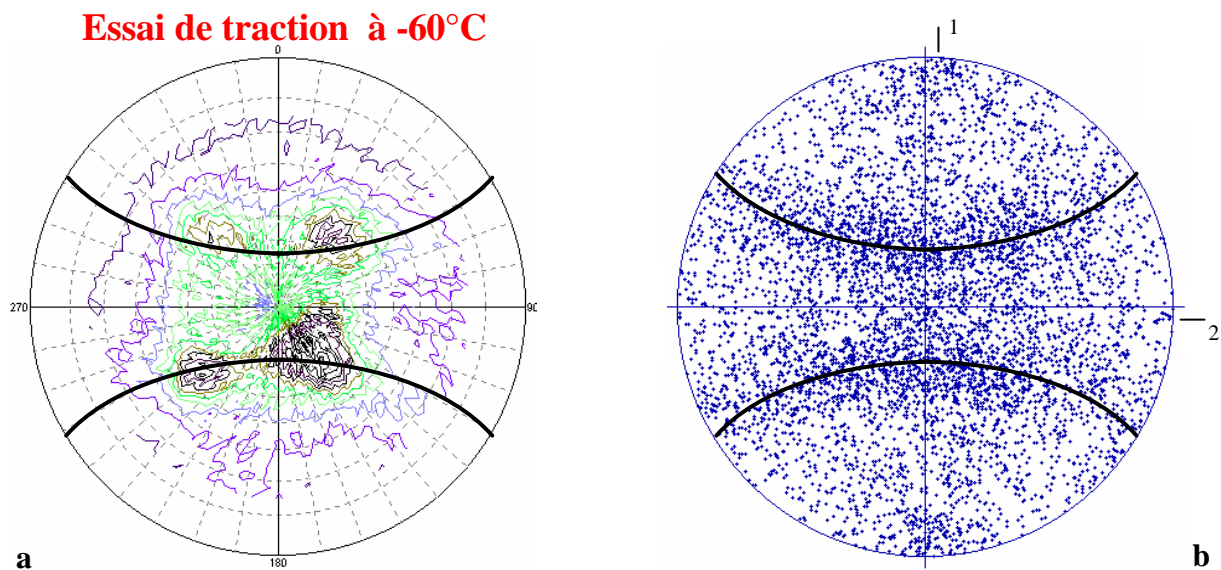
### C.1.2. Analyse des textures cristallographiques

L'élaboration, la mise en forme et la sollicitation de pièces mécaniques donnent souvent naissance à des orientations cristallographiques préférentielles des grains : la DRX est la technique la mieux adaptée pour l'analyse de ces textures. Le principe de la méthode consiste à mesurer l'intensité diffractée pour une famille de plans {hkl} dans toutes les directions  $\varphi$  et  $\psi$ , et à en donner une représentation bidimensionnelle sous la forme d'une projection stéréographique, nommée figure de pôles : leur mesure pour plusieurs familles {hkl} permet de calculer la Fonction de Distribution des Orientations (FDO), qui donne une représentation tridimensionnelle de la texture cristallographique.



**Figure III-9 : évolution de la figure de pôles {220} au cours du polissage  
(les fortes intensités sont en noir ; rapports d'intensité inférieur à 3)**

Toutes les éprouvettes ont été préalablement polies, avant d'effectuer les essais de traction : elles ont tout d'abord subi un polissage mécanique avec finition à l'alumine, puis une succession de polissages électrolytiques (réduction de 100 $\mu$ m d'épaisseur par face), pour enlever l'écrouissage de surface qui a été engendré. Une attaque chimique (Nital 2%) a ensuite révélé leur microstructure pour permettre leur observation au MEB (voir chapitre II). Dans ces conditions, l'analyse de la figure de pôles {220} ne montre pas l'existence d'une texture initiale marquée dans le matériau, puisque les Rapport d'Intensités inférieur à 3 (cf figure III-9).



**Figure III-10 : figures de pôles {220}**

**a) Expérimentale (9,5% de déformation) - b) Simulée par le modèle polycristallin (30% de déformation)**

Si l'on effectue ensuite un essai de traction à -60°C, la texture évolue sensiblement (cf figure III-10a ; RI < 3) : elle ne ressemble pas encore complètement à une texture classique de traction (modèle : cf figure III-10b), car la rupture ne survient qu'après seulement 9,5% de déformation (il faudrait aller plus loin en déformation, en faisant par exemple un essai de traction à température ambiante, pour retrouver une figure de pôles classique).

### C.1.3. Détermination des contraintes interphases

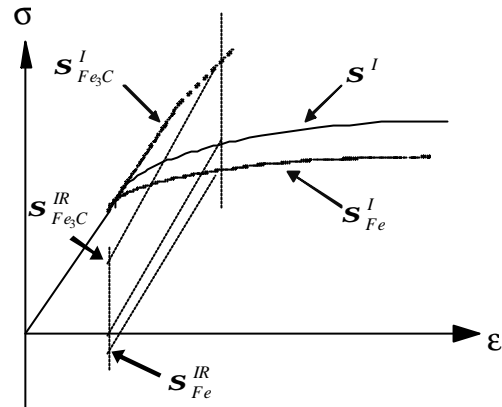
La DRX permet de déterminer les états de contrainte dans la phase ferritique de l'acier 16MND5. La fraction volumique des précipités de cémentite étant trop faible pour y effectuer

des mesures, les contraintes internes dans cette phase  $\mathbf{s}_{Fe_3C}^I$  sont déduites grâce à l'hypothèse (loi des mélanges classique) :

$$\mathbf{s}^I = f_{Fe} \mathbf{s}_{Fe}^I + f_{Fe_3C} \mathbf{s}_{Fe_3C}^I$$

où  $f_{Fe}$  et  $f_{Fe_3C}$  sont respectivement les fractions volumiques de ferrite et de cémentite  
 $\mathbf{s}^I$  est la contrainte macroscopique.

Les contraintes dans la ferrite au cours du chargement  $\mathbf{s}_{Fe}^I$  sont obtenues directement lors des analyses de contraintes in-situ, ou en reportant sur la courbe macroscopique au dernier point de charge (cf figure III-11), les contraintes résiduelles déterminées dans la ferrite  $\mathbf{s}_{Fe}^{IR}$  après décharge (hypot. : homogénéité du comportement élastique → pas d'interaction lors de la décharge ... ) :



$$\mathbf{s}_{Fe}^I = \mathbf{s}^I + \mathbf{s}_{Fe}^{IR} \quad \text{et} \quad \mathbf{s}_{Fe_3C}^I = \mathbf{s}^I + \mathbf{s}_{Fe_3C}^{IR}$$

Figure III-11 : distribution des contraintes

Connaissant  $\mathbf{s}^I$  (suivie durant l'essai), on peut donc en déduire une première estimation de la distribution des contraintes entre les deux phases ferrite et cémentite, lors des essais de traction.

Les états de contrainte obtenus lors d'un essai de traction séquencé à  $-60^\circ\text{C}$  sont représentés sur la figure III-12 (éprouvettes plates non entaillées, avec  $f_{Fe_3C} = 0,05$  : c'est une estimation qui se base sur l'observation de la microstructure au MEB) ; d'autres ont été déterminés à  $-80^\circ\text{C}$ ,  $-120^\circ\text{C}$ ,  $-150^\circ\text{C}$  et  $-196^\circ\text{C}$  (voir chapitre V).

La DRX montre donc que la ferrite est en compression après décharge, et qu'elle garde des valeurs de contrainte proches de celles de la bainite (contrainte macroscopique), puisque l'écart est de l'ordre de 105MPa (il peut aller jusqu'à 150MPa à  $-196^\circ\text{C}$ , ce que montre très bien le modèle polycristallin) : c'est un résultat qui s'explique par le fort pourcentage de ferrite (95%) présent dans le matériau. Cette différence peut être beaucoup plus importante dans d'autres matériaux, comme les aciers duplex corroyés (200MPa ([5] Inal *et al.*) et la perlite (400MPa ([2] Belassel), qui contiennent moins de ferrite.

Essai de traction à -60°C				
Déformation macroscopique (%)	$s_{Fe}^{IR} (MPa)$	$s^I (MPa)$	$s_{Fe}^I (MPa)$	$s_{Fe_3C}^I (MPa)$
6,5	-80 +/- 20	621	541	2141
11,9 (rupture)	-105 +/- 30	650	545	2645

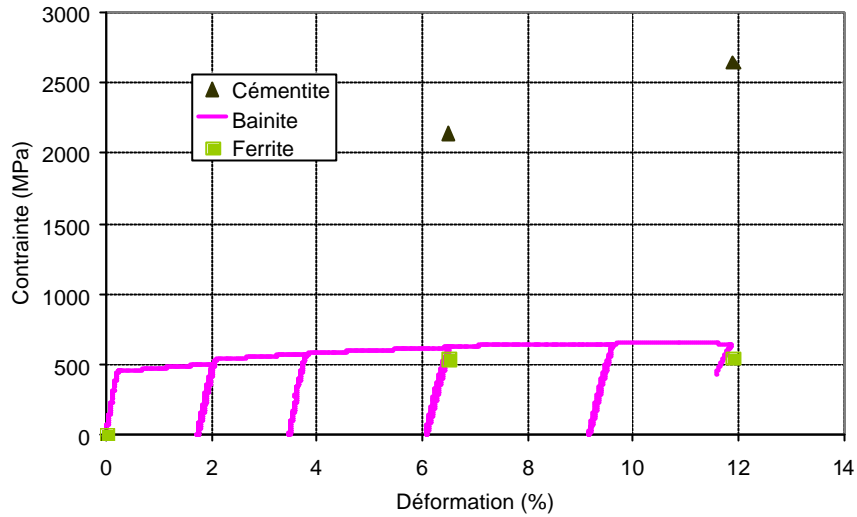


Figure III-12 : distribution des contraintes dans l'acier 16MND5 lors d'un essai de traction à -60°C

En outre, la cémentite atteint des valeurs de contrainte bien plus élevées (elle est beaucoup plus chargée : 2645MPa. Attention, si l'on fait varier sa fraction volumique ne serait-ce que de 1%, la contrainte dans cette phase augmente/diminue d'environ 25% !). Nous avons donc :

$$s_{Fe}^I < s^I \ll s_{Fe_3C}^I$$

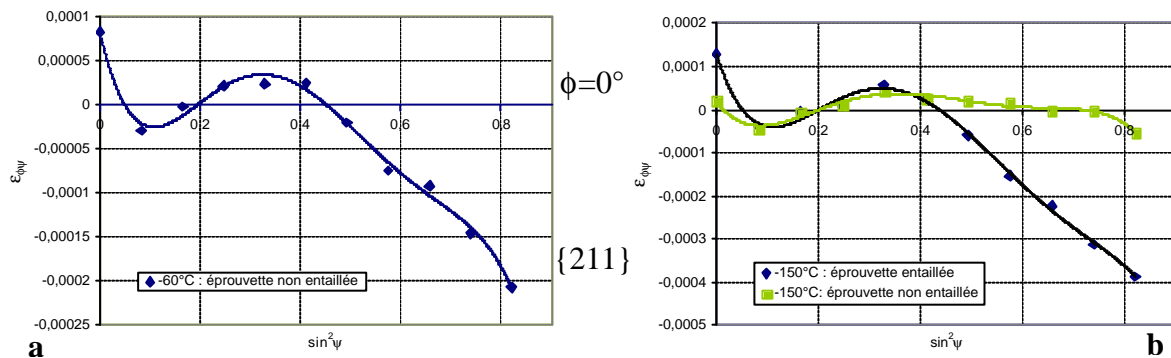
Ce type de résultats (en particulier, les forts états de contrainte  $s_{Fe_3C}^I$ ) a été confirmé expérimentalement par [2] Belassel directement dans la cémentite d'une perlite globulaire, grâce au rayonnement synchrotron (LURE, Orsay).

Il est donc faux de considérer la contrainte macroscopique comme égale à celle dans la ferrite, étant donné l'écart de contrainte significatif entre cette phase et la bainite.

## C.2. Hétérogénéité des contraintes dans la ferrite

La mesure des déformations  $e_{fy}$  pour les plans {211} dans la direction de traction ( $f = 0^\circ$ ) à -60°C après décharge (cf figure III-13a : les mesures ont été réalisées au centre des

éprouvettes), montre que la pente moyenne obtenue est négative, car elle est en relation directe avec l'état de compression dans la ferrite. En outre, elle révèle l'existence d'un écart à la loi des  $\sin^2 \psi$  (relation non linéaire) par la présence d'ondulations assez marquées (conformes à celles obtenues par [5] Inal *et al.* et [6] Krier), qui traduisent l'hétérogénéité de la déformation élastique liée à l'anisotropie élastique et plastique des grains. Ces ondulations sont exacerbées par une texture cristallographique (même faible), qui repositionne les grains autour d'orientations idéales, et par une augmentation de la limite d'élasticité : à taux de déformation équivalent, elles sont donc plus marquées à plus faibles températures (voir chapitre V). Leur amplitude s'accroît également, lorsqu'on pratique des entailles sur les éprouvettes de traction : la pente de la courbe  $\epsilon_{f\psi} = f(\sin^2 \psi)$  est alors plus grande, ce qui traduit bien un état de contrainte dans la ferrite plus élevé (cf figure III-13b).



**Figure III-13 : déformations  $\epsilon_{f\psi}$  mesurées lors de plusieurs essais de traction à basses températures**

**a) -60°C (8% de déformation appliquée) - b) -150°C (3% de déformation appliquée)**

La présence d'ondulations est très importante, car elles sont représentatives des états de contrainte intergranulaires dans la phase ferritique du matériau : elles seront donc étudiées plus en détail aux chapitres IV et V !

### C.3. Détermination des contraintes par orientations cristallographiques

Deux orientations particulières ont été étudiées, l'une favorisant la rupture par clivage ([7] Haušild a montré que ce sont majoritairement les plans  $\{100\}$  qui clivent) et l'autre l'activité plastique (cf figure III-14 : par exemple, plan  $(110)$  et direction de glissement  $[\bar{1}11]$ ).

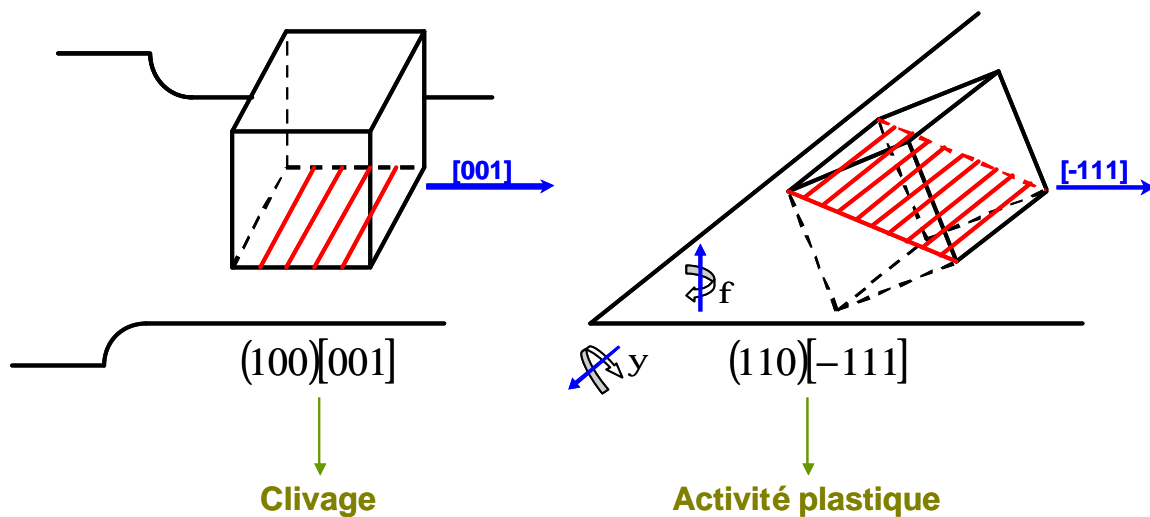


Figure III-14 : deux orientations cristallographiques particulières

La projection des plans diffractants (nous avons choisi la famille de plans  $\{211\}$ ) est utilisée pour mesurer les déformations : le choix de l'orientation cristallographique des grains permet de déterminer les différentes directions de diffraction de toutes les multiplicités  $(hkl)$  de la famille de plans  $\{211\}$ , ce qui correspond aux positions de  $f$  et  $y$  sur une figure de pôles de cette famille (cf figure III-15). Pour chaque orientation, on remarque par exemple que le même plan  $(211)$  diffracte pour des positions  $f, y$  différentes sur la même figure de pôles ( $f = 225^\circ$  et  $y = 35,26^\circ$  pour l'orientation  $(100)[001]$ , tandis que  $f = 270^\circ$  et  $y = 30^\circ$  pour l'orientation  $(110)[\bar{1}11]$ ).

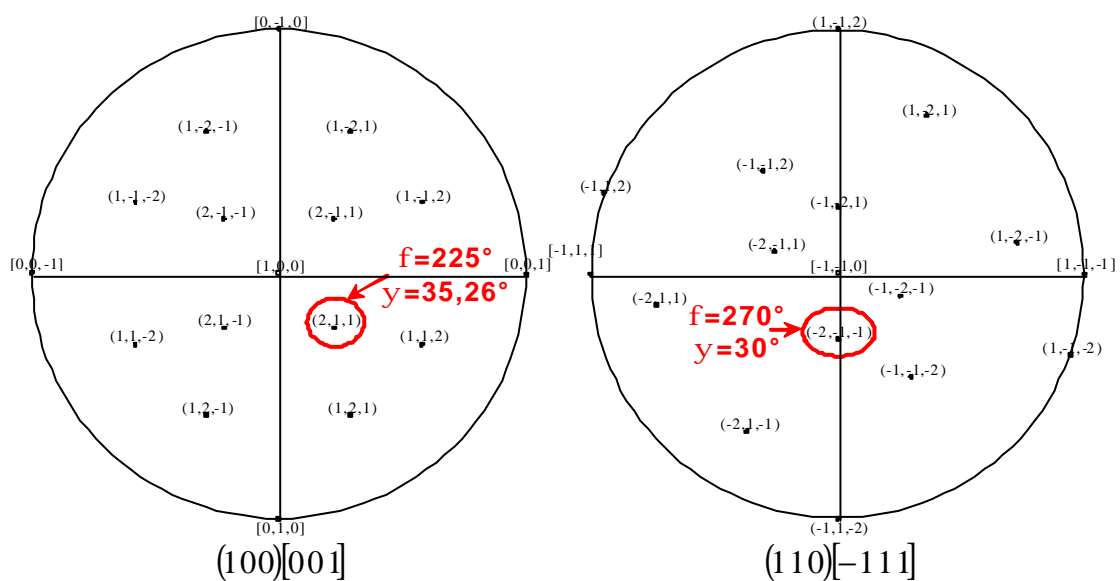
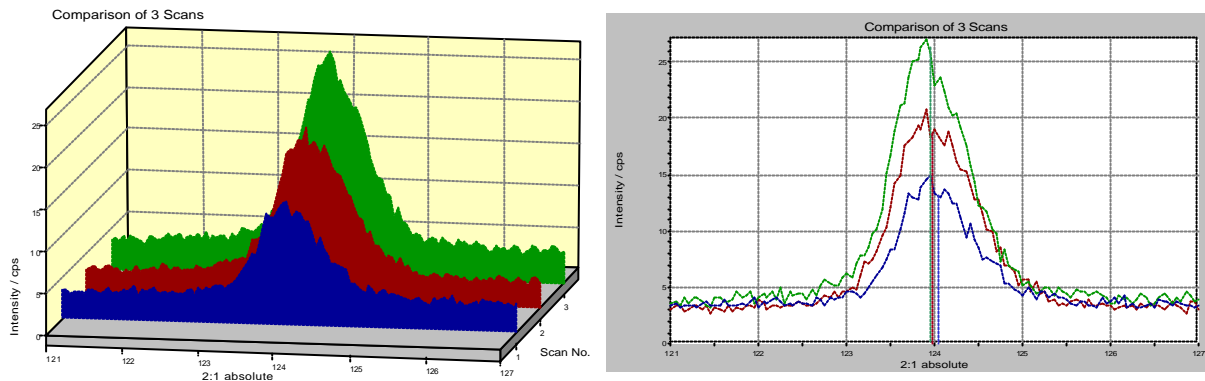


Figure III-15 : figure de pôles  $\{211\}$  pour chaque orientation

L'analyse des pics de diffraction (cf figure III-16) permet de calculer la contrainte à partir des angles de Bragg  $2q$ .



**Figure III-16 : analyse des pics de diffraction pour l'orientation cristallographique (100)[001] étudiée (attention : plans {220} présentés, en utilisant une anticathode de cobalt)**

Les conditions expérimentales sont les suivantes : anticathode de chrome, variation de l'angle  $2q$  entre  $152^\circ$  et  $160,5^\circ$  avec un pas de mesure de  $0,05^\circ$ , un temps de comptage de 38 secondes pour chaque couple  $\phi\psi$ , ce qui représente un temps total de 16 heures pour chaque manipulation. Cependant, le nombre de points de mesure s'avère insuffisant pour obtenir un résultat significatif (8 points ; il en faudrait davantage) : ceci est dû à la multiplicité moyenne des plans {211}, au fait que les angles  $\psi$  élevés sont difficilement accessibles par le goniomètre, et à la possible existence de légères textures (zones à plus ou moins faible intensité). L'idéal serait de considérer les plans {321} par la suite (24 pôles), en utilisant le rayonnement  $K\beta$  de l'anticathode de cuivre et donc forcément un détecteur linéaire (achat effectué au cours du 1<sup>er</sup> semestre 2004).

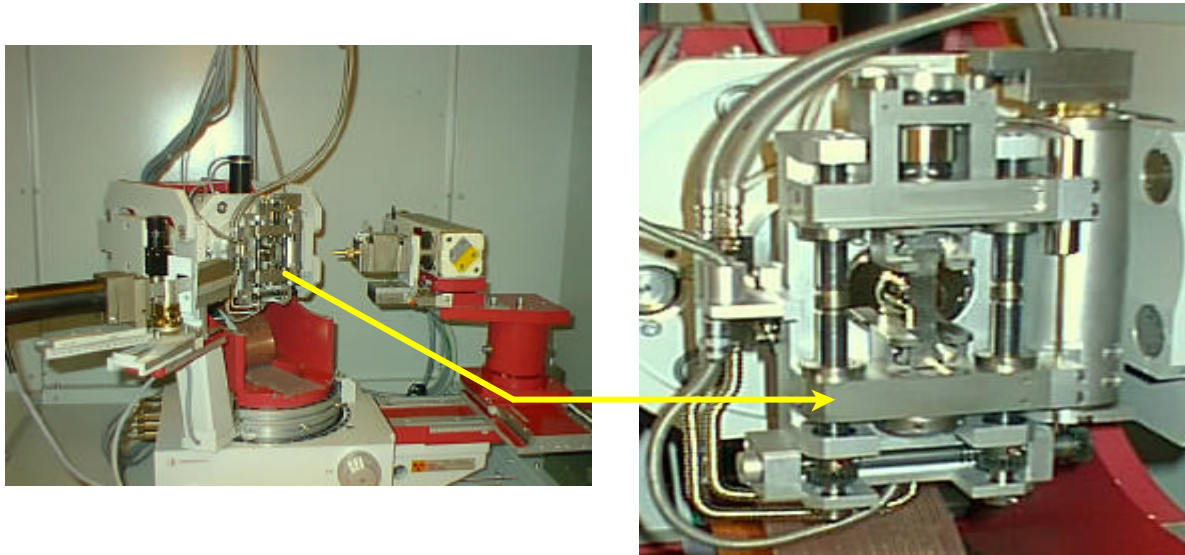
## D. Détermination des contraintes lors de la sollicitation de l'acier 16MND5

### D.1. Mise en place du système de mesure in-situ

La petite machine de traction/compression in-situ instrumentée en température et présentée au chapitre II, est placée directement sur un goniomètre de diffraction : elle nous permet ainsi de déterminer les états de contrainte dans la ferrite lors d'essais de traction,

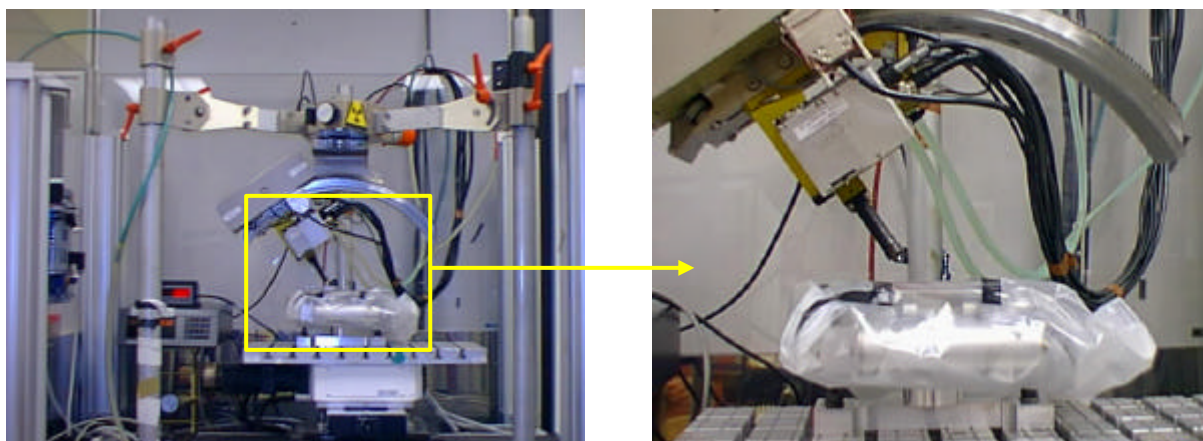


au cours du chargement (sans effectuer de décharge préalable → contraintes internes), au dernier point de charge ainsi qu'après décharge, en maintenant en permanence la température constante. Son adaptation sur le goniomètre a toutefois été longue et délicate, ce qui a nécessité beaucoup de temps et d'énergie.



**Figure III-17 : machine de traction/compression in-situ montée sur le goniomètre de diffraction (détecteur linéaire)**

Le système présenté à la figure III-17 n'étant pas encore opérationnel à l'ENSAM de Metz (un détecteur linéaire vient d'être acheté), toutes les analyses de contraintes ont été réalisées au centre des Renardières d'EDF, avec un détecteur linéaire sur goniomètre Set-X (cf figure III-18).



**Figure III-18 : machine de traction/compression in-situ montée sur le Set-X**



Cet appareil présente deux avantages très importants :

- ♦ C'est le détecteur qui se déplace dans ce cas (balayage de l'échantillon en  $f$  et  $y$ ), la machine de traction restant fixe sur un banc d'essai. On ne risque donc pas de casser les tuyaux véhiculant l'azote liquide (ils sont très rigides, et donc fragiles, à basses températures), comme c'est le cas lors de la rotation du goniomètre Seifert (cf figure III-18) : la mise en place du système est alors facilitée, car l'appareillage nécessaire à la régulation de la température s'en trouve réduit.
- ♦ Le temps de manipulation est très court (de l'ordre d'une vingtaine de minutes pour chaque analyse de contraintes, alors qu'il faut pratiquement une journée avec le détecteur ponctuel). Il est évident que dans ces conditions, la quantité d'azote liquide à fournir au système est complètement différente (beaucoup moins grande), et les problèmes de givre liés à la durée des essais sont bien moins importants.

Les premiers essais de traction in-situ avec le Set-X ne nous ont malheureusement pas permis d'obtenir un résultat probant, car même si les analyses de contraintes se sont bien déroulées, certaines difficultés sont apparues.

Tout d'abord, l'éprouvette a glissé dans les mors de la machine. Deux raisons à cela : le système d'isolation des mors était trop épais (film isotherme réduisant les transferts thermiques), ce qui les a empêchés de bien agripper l'éprouvette (ils constituent par conséquent un point chaud limitant le refroidissement de l'éprouvette), et la durée de refroidissement était trop longue (presque 3h, contre 5 minutes à Metz), ce qui a fait se contracter ces mêmes mors. Un circuit de refroidissement plus court a donc été réalisé (pour pouvoir diminuer la durée de celui-ci), en relevant une des parois latérales de l'enceinte du Set-X pour faire passer l'alimentation en azote liquide, tout en nous protégeant du rayonnement X par l'intermédiaire d'une plaque inoxydable ; un film isolant moins épais (épaisseur divisée par trois) a également été utilisé.

Ensuite, les pertes de « chaleur » au contact de l'air ambiant ne nous ont pas permis de descendre aussi bas que prévu en température ( $-150^{\circ}\text{C}$ ), et du givre s'est déposé à la surface de l'éprouvette au cours du refroidissement, constituant ainsi un obstacle potentiel pour les rayons X (même si l'intensité des pics de diffraction reste relativement stable). Il a donc fallu imaginer un système pour pouvoir atteindre la température la plus basse possible et la maintenir durant toute la manipulation, qui soit adaptable non seulement au

Set-X, mais également au détecteur ponctuel de l'ENSAM (car le problème se présente aussi avec cette machine). La petite machine de traction in-situ a donc été placée par la suite dans une petite enceinte fermée, équipée d'une fenêtre en Kapton : cela permet de réduire les pertes de chaleur, tout en permettant aux rayons X d'atteindre les éprouvettes (le kapton est un des rares matériaux à ne pas les bloquer). Un gaz neutre est également injecté en permanence dans cette enceinte, afin de limiter la formation de givre à la surface de ces dernières.

Tous ces aménagements ont permis d'optimiser le fonctionnement de la machine in-situ : les analyses de contraintes peuvent dorénavant être réalisées jusqu'à  $-150^{\circ}\text{C}$ , avec un temps de manipulation assez court.

## **D.2. Premiers essais in-situ réalisés à $-150^{\circ}\text{C}$**

Malgré une mise au point de la machine qui aura duré près d'une année, les premiers essais de traction in-situ à basses températures ont pu être réalisés au centre de recherche des Renardières (début 2004), puis à l'ENSAM de Metz grâce à un goniomètre Set-X. Pendant ces essais, plusieurs analyses de contraintes ont été réalisées au cours du chargement (détermination des contraintes internes) mais également après décharge, pour déterminer le niveau des contraintes résiduelles dans la ferrite et vérifier que l'écart avec la bainite reste bien le même qu'au dernier point de charge.

### **Contraintes après décharge**

Compte tenu des ondulations  $e_{fy} = f(\sin^2 \mathbf{y})$  déjà observées à basses températures lors des mesures de diffraction réalisées à Metz et à Troyes (la relation en  $\sin^2 \mathbf{y}$  n'est pas linéaire (cf figure III-13)), il est difficile de donner un quelconque crédit aux valeurs de contraintes résiduelles déterminées dans la ferrite avec le Set-X, puisque celui-ci ne permet de balayer en  $\mathbf{y}$ , que des angles compris entre  $-43^{\circ}$  et  $43^{\circ}$ . Il est par conséquent impossible de moyenniser toutes les déformations, car les pentes moyennes des courbes  $e_{fy} = f(\sin^2 \mathbf{y})$  qui donnent l'état des contraintes internes, sont totalement différentes si on s'arrête à 0,85 en  $\sin^2 \mathbf{y}$  (ce qui correspond environ à  $\mathbf{y} = 70^{\circ}$ ) ou à 0,45 (ce qui est le cas avec le Set-X, puisqu'on ne peut pas aller au-delà de  $\mathbf{y} = 43^{\circ}$  : cf figure III-19).

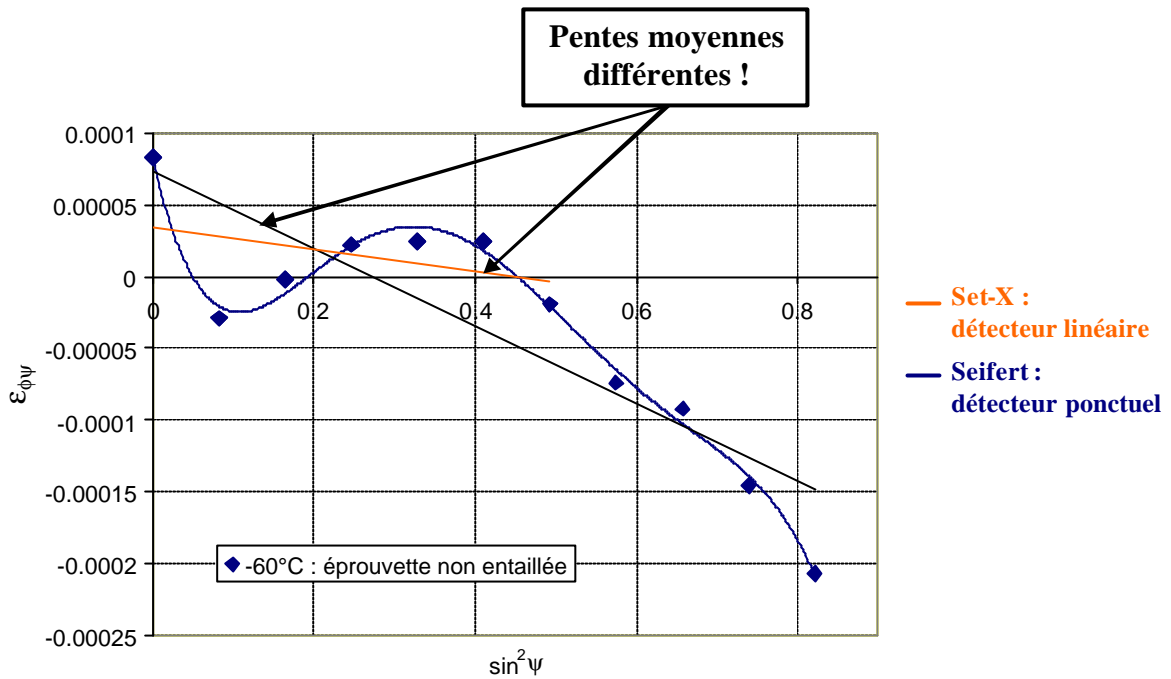


Figure III-19 : courbe  $e_{fy} = f(\sin^2 y)$  obtenue à  $-60^\circ\text{C}$  (8% de déformation appliquée)

C'est d'ailleurs ce que nous avons pu constater lors d'un essai de traction in-situ à température ambiante, puisque les états de contrainte dans la ferrite déterminés après décharge ne sont pas en adéquation avec les écarts de contrainte entre la ferrite et la bainite relevés au cours du chargement (cf figure III-20 : par exemple, pour 12% de déformation, l'écart au cours du chargement est de 50MPa tandis qu'après décharge, il est seulement de 10MPa).

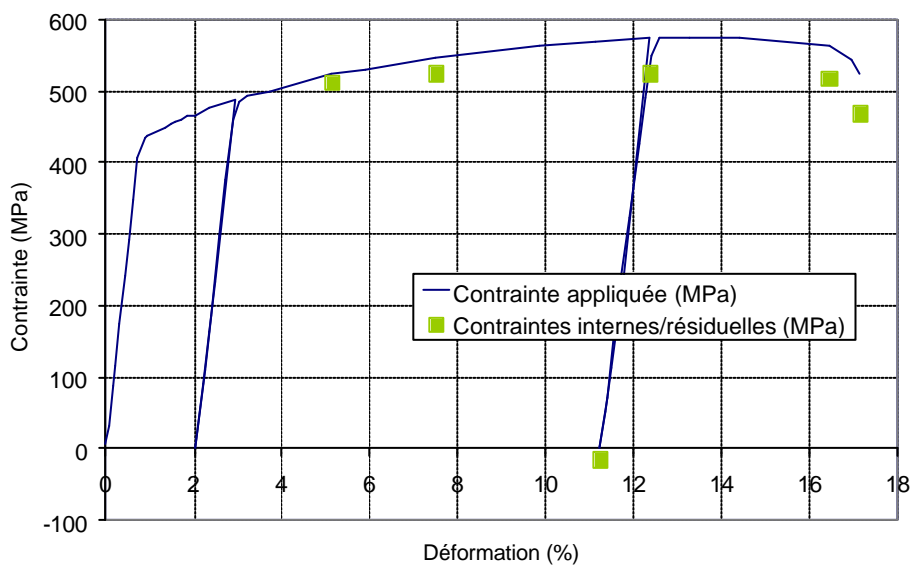


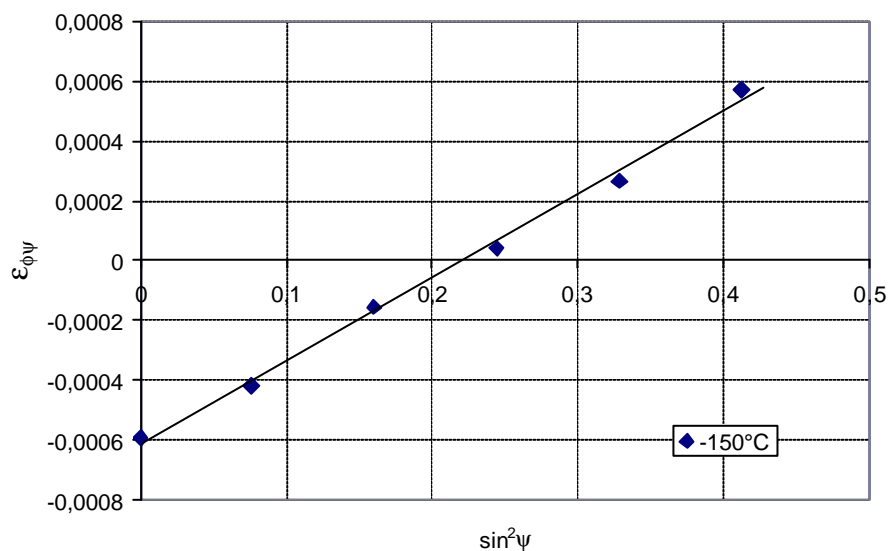
Figure III-20 : essai de traction in-situ à température ambiante (matériau de mise au point)

Il a donc fallu mettre au point un autre système pour la suite des manipulations, permettant de réaliser les mesures sur un intervalle  $[0^\circ;80^\circ]$ . Nous utiliserons pour cela une cale triangulaire avec un angle de  $40^\circ$  à sa base, qui se placera sous la machine de traction et l'inclinera ainsi dans la position souhaitée : les premiers essais réalisés à température ambiante après décharge ont d'ailleurs déjà montré une différence de 100MPa, entre l'état de contrainte déterminée sans la cale et celui déterminé avec !

### Contraintes au cours du chargement

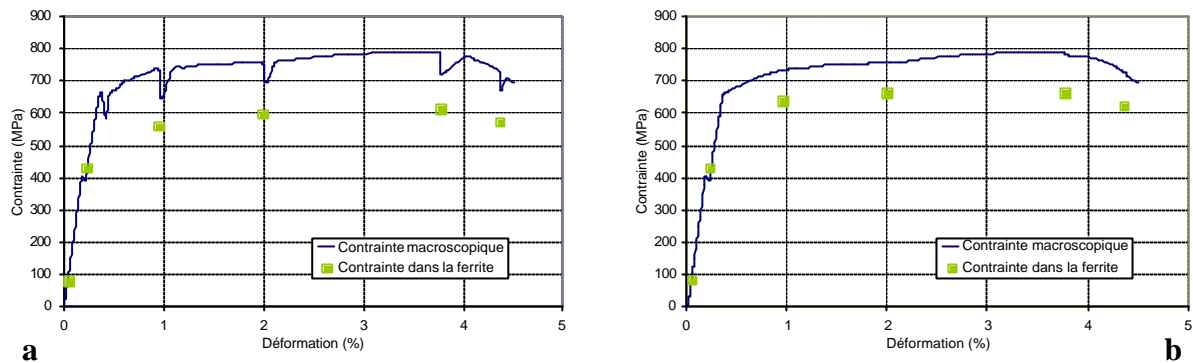
Si le Set-X ne permet pas de déterminer les états de contrainte après décharge dans de bonnes conditions, les premières analyses de contraintes effectuées au cours du chargement se sont avérées en revanche très encourageantes.

En effet, les contraintes internes déterminées dans la ferrite sont tout à fait dignes de confiance, car les essais réalisés à température ambiante et à  $-150^\circ\text{C}$  avec le Set-X ont montré que la relation en  $\sin^2 \psi$  était quasiment linéaire au cours du chargement (cf figure III-21) : cette linéarité ayant été confirmée par le modèle (voir chapitre IV), la méthode des  $\sin^2 \psi$  peut donc être appliquée pour ce type de manipulations (sans risque d'erreur).



**Figure III-21 : déformations  $\epsilon_{fy}$  mesurées au cours du chargement à  $-150^\circ\text{C}$  avec le Set-X (3% de déformation)**

Ces essais ont ainsi permis de mettre en évidence le comportement du matériau à  $-150^\circ\text{C}$ , et de déterminer en particulier les états de contrainte dans la phase ferritique (cf figure III-22a).



**Figure III-22 : états de contrainte déterminés dans la matériau de mise au point (traction in-situ à  $-150^{\circ}\text{C}$ )**  
**a) Valeurs « brutes » - b) La relaxation de la contrainte macroscopique qui survient avant chaque analyse de contraintes (pas de décharge effectuée) est corrigée**

Au cours de ces essais réalisés sur le matériau de mise au point, les différentes courbes macroscopiques  $\sigma / \epsilon$  sont tout à fait comparables à celles obtenues précédemment avec une machine de traction classique (équipée d'une enceinte thermique pouvant aller jusqu'à  $-150^{\circ}\text{C}$  : voir chapitre V), puisque les états de contrainte et la pente d'écrouissage sont quasiment identiques (limite d'élasticité proche de 700MPa, et contrainte maximale de l'ordre de 800MPa). Par contre, chaque analyse de contraintes internes dans la phase ferritique a dû être réalisée après une légère relaxation de la contrainte macroscopique, qui s'est produite malgré l'absence de décharge mécanique (pas d'asservissement de la force appliquée avec cette machine de traction) : l'écart de contrainte constaté entre la ferrite et la contrainte macroscopique a ensuite été reporté au dernier point de charge «non relaxé » (cf figure II-22b), afin de ne plus prendre en compte cette relaxation (à noter : les incertitudes concernant les contraintes déterminées par DRX ne dépassent jamais 15MPa).

Tout d'abord, à l'état initial (avant essai), la valeur de contrainte résiduelle déterminée par DRX est nulle : le polissage électrolytique a donc permis d'éliminer complètement l'écrouissage à la surface de l'éprouvette ( $-200$  à  $-300\text{MPa}$ ), écrouissage généré par le polissage mécanique et peut-être aussi l'usinage (découpe par électro-érosion).

Les contraintes dans la ferrite ont ensuite été déterminées dans le domaine élastique : elles sont égales à celles dans la bainite (contrainte macroscopique).

Enfin, dans le domaine plastique, l'écart entre la contrainte macroscopique et celle dans la ferrite semble augmenter progressivement avec la déformation jusqu'à 100/120MPa, et la contrainte à rupture dans la ferrite est proche de 700MPa (cf figure III-22b) : ce sont deux résultats très importants, qui sont également prédits par le modèle ! (voir chapitres IV et V).



# Conclusion

---

La DRX est un outil parfaitement adapté à l'acier bainitique 16MND5 étudié, car elle permet non seulement de mettre en évidence l'hétérogénéité des déformations des plans diffractants (ondulations des courbes  $e_{fy} = f(\sin^2 \gamma)$ ), mais également - et surtout ! - de déterminer les états de contrainte à différentes échelles, que ce soit dans chaque phase (méthode des  $\sin^2 \gamma$ ) ou pour plusieurs orientations cristallographiques (méthode d'analyse monocristalline).

Lors des premiers essais de traction in-situ réalisés à  $-150^\circ\text{C}$ , il n'a certes pas été possible d'interpréter les valeurs de contrainte obtenues après décharge (présence d'ondulations nécessitant une plage angulaire plus grande), mais les premières analyses de contraintes au cours du chargement ont par contre permis de déterminer deux caractéristiques très importantes du comportement du matériau à cette température : l'écart de contrainte de 100MPa observé entre la ferrite et la bainite et la contrainte à rupture d'environ 700MPa dans la ferrite.

La récente acquisition du détecteur linéaire ainsi que la réalisation du système d'adaptation pour le Set-X vont permettre à l'avenir de réaliser ce type de manipulations pour différentes basses températures, afin de déterminer notamment leur influence sur la distribution des contraintes dans l'acier 16MND5. Ainsi, même si sa mise au point a été longue et difficile, nous disposons aujourd'hui d'un montage de traction/compression in-situ totalement innovant et unique en son genre, puisqu'il permet non seulement d'observer au MEB le comportement et l'endommagement des matériaux (voir chapitre II), mais également de réaliser des analyses de contraintes internes par DRX, sans effectuer de décharge préalable !

Nous allons maintenant nous consacrer à la modélisation polycristalline qui a été développée parallèlement à la partie expérimentale de cette thèse : il sera très intéressant de vérifier qu'elle reproduit bien - entre autres - les états de contrainte déterminés par DRX.





## Références

- [1] Hauk V., « *Structural and residual stress analysis by nondestructive methods* », Elsevier Science B.V., Amsterdam, 1997.
- [2] Belassel M., « *Etude de la distribution des contraintes d'ordre I et II par diffraction des rayons X dans un acier perlitique* », Rapport de thèse de l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers de Paris, 1994.
- [3] Inal K., « *Etude de l'hétérogénéité des contraintes résiduelles et appliquées dans un acier austéno-ferritique : modélisation polycristalline et analyse expérimentale par diffraction des rayons X* », Rapport de thèse de l'Université Paris XI Orsay, 1996.
- [4] Ortner B., « *Advances in X-Ray Analysis vol. 29* », Advances in X-Ray Analysis 29, Ch. S. Barrett *et al.* Editions, New York, 1986.
- [5] Inal K., Gergaud P., François M. et Lebrun J.-L., « *X-ray diffraction methodologies of macro and pseudo-macro stress analysis in a textured duplex stainless steel* », Scandinavian Journal of Metallurgy 8, 199, p. 139-150.
- [6] Krier J., « *Influences des hétérogénéités élastoplastiques sur les contraintes du deuxième ordre dans les polycristaux métalliques mono- et polyphasés : calculs autocohérents - Mesures par diffraction des rayons X* », Rapport de thèse de l'Université de Metz, 1993.
- [7] Haušild P., « *Transition ductile-fragile dans un acier faiblement allié* », Rapport de thèse de l'Ecole Centrale de Paris, 2002.



# **Chapitre IV**

## **Distribution des contraintes - Modélisation polycristalline**



---

## Distribution des contraintes - Modélisation polycristalline

---

La caractérisation expérimentale de l'acier de cuve 16MND5 a pour objectif de coupler l'observation du matériau à différentes températures (essais de traction) avec les niveaux de contraintes internes déterminées par DRX, afin de bien comprendre le comportement du matériau. Toutes les mesures réalisées permettent ensuite d'alimenter et de valider un modèle polycristallin de comportement, qui est développé en parallèle.

Pour rendre compte de la microstructure du matériau, différentes échelles sont prises en compte : le problème est ici considéré à l'échelle cristallographique, afin de prédire le comportement macroscopique du matériau. Une formulation de type Mori-Tanaka est tout d'abord utilisée pour décrire le comportement élastoplastique d'un monocristal ferritique renforcé par des précipités de cémentite, le passage au polycristal étant réalisé par une approche autocohérente. Les paramètres du modèle sont ensuite identifiés à partir des essais de traction réalisés à  $-60^{\circ}\text{C}$ , et les déformations des plans diffractants  $e_{fy}$  simulées dans ferrite sont comparées avec celles mesurées par DRX.



## A. Modélisation polycristalline avec transition d'échelle

### A.1. Comportement du monocristal ferritique

Pour le monocristal, un modèle élastoplastique est proposé. Nous utiliserons une approche incrémentale avec un module tangent, dans le cadre du formalisme des petites déformations.

#### A.1.1. Détermination des systèmes actifs

L'entrée en plasticité obéit au critère de Schmid. Lorsque la cission résolue  $t^g$  est égale à la cission critique  $t_c^g$ , le système de glissement est alors potentiellement actif :

$$t^g = t_c^g,$$

avec  $t^g = R_{ij}^g \cdot s_{ij}$  : cission résolue sur le système de glissement g.

$R_{ij}^g$  est le tenseur d'orientation :

$$R_{ij}^g = \frac{1}{2} \cdot (n_i^g \cdot m_j^g + n_j^g \cdot m_i^g),$$

où  $n^g$  : normale au plan de glissement  
du système g (cf figure IV-1),

$m^g$  : direction de glissement  
du système g (cf figure IV-1).

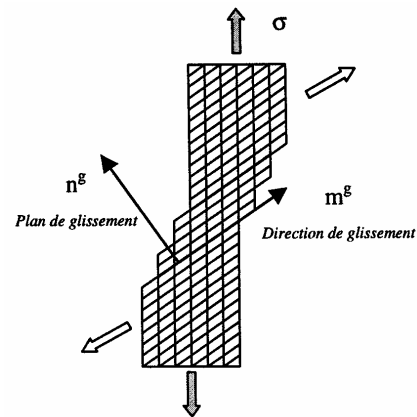


Figure IV-1 : glissement cristallographique

Tous les systèmes potentiellement actifs ne sont cependant pas forcément actifs. La condition d'écoulement de la loi de Schmid exprime l'existence d'un taux de cission critique  $t_c^g$  pour tout système potentiel g, en dessous duquel le glissement est impossible. Elle s'écrit :

$$f^g = t_c^g - t^g \geq 0 \quad (1)$$

L'égalité stricte  $f^g = \mathbf{t}_c^g - \mathbf{t}^g = 0$  est nécessaire pour les systèmes réellement actifs qui se trouvent sur la surface de charge (seuil de plasticité), avec la vitesse de glissement  $\dot{\mathbf{g}}^g \geq 0$ .

Pour le monocristal, la déformation et la rotation plastique sont données respectivement par :

$$\text{déformation plastique : } \dot{\mathbf{e}}_{ij}^p = \sum_g R_{ij}^g \cdot \dot{\mathbf{g}}^g$$

$$\text{rotation plastique : } \dot{\mathbf{w}}_{ij}^p = \sum_g S_{ij}^g \cdot \dot{\mathbf{g}}^g ,$$

$$\text{avec } S_{ij}^g = \frac{1}{2} \cdot (m_i^g n_j^g - m_j^g n_i^g)$$

La loi d'écroissage habituelle introduite dans les conditions d'écoulement de Schmid, qui considère le taux de glissement comme seul paramètre d'écroissage, s'écrit :

$$\mathbf{t}_c^g = \sum_q h^{gq} \cdot \dot{\mathbf{g}}^q , \quad (2)$$

où  $h^{gq}$  : matrice d'écroissage décrivant phénoménologiquement les mécanismes d'interactions de dislocations ([1] Franciosi *et al.* : cf annexe C).

Sachant que  $\dot{\mathbf{s}}_{ij} = C_{ijkl} \cdot \dot{\mathbf{e}}_{kl}^e$ , on a facilement :

$$\mathbf{t}^g = R_{ij}^g \cdot \dot{\mathbf{s}}_{ij} = R_{ij}^g \cdot C_{ijkl} \cdot \dot{\mathbf{e}}_{kl}^e \quad (3)$$

La décomposition additive du taux de déformation totale :

$$\dot{\mathbf{e}}^t = \dot{\mathbf{e}}^e + \dot{\mathbf{e}}^p ,$$

permet d'établir la relation suivante :

$$\mathbf{t}^g = R_{ij}^g \cdot C_{ijkl} \cdot (\dot{\mathbf{e}}_{kl}^t - \dot{\mathbf{e}}_{kl}^p),$$

$$\text{soit } \mathbf{t}^g = R_{ij}^g \cdot C_{ijkl} \cdot \dot{\mathbf{e}}_{kl}^t - R_{ij}^g \cdot C_{ijkl} \cdot \sum_q R_{kl}^q \cdot \dot{\mathbf{g}}^q$$



La condition d'écoulement de la loi de Schmid (1) s'écrit alors :

$$f^g = \mathbf{t}_c^g - \mathbf{t}^g \geq 0,$$

$$\text{soit } \sum_q \left( h^{gq} \dot{\mathbf{g}}^q \right) - R_{ij}^g \cdot C_{ijkl} \cdot \dot{\mathbf{e}}_{kl}^t + R_{ij}^g \cdot C_{ijkl} \cdot \sum_q R_{kl}^q \dot{\mathbf{g}}^q \geq 0,$$

$$\text{soit } \sum_q \left( h^{gq} + R_{ij}^g \cdot C_{ijkl} \cdot R_{kl}^q \right) \dot{\mathbf{g}}^q - R_{ij}^g \cdot C_{ijkl} \cdot \dot{\mathbf{e}}_{kl}^t \geq 0,$$

$$\text{soit } \sum_q H^{gq} \dot{\mathbf{g}}^q - R_{ij}^g \cdot C_{ijkl} \cdot \dot{\mathbf{e}}_{kl}^t \geq 0,$$

avec  $H^{gq} = h^{gq} + \Delta H^{gq}$ , où  $\Delta H^{gq} = R_{ij}^g \cdot C_{ijkl} \cdot R_{kl}^q$

En intégrant par rapport à  $\dot{\mathbf{g}}$  et en effectuant la sommation uniquement sur les systèmes potentiellement actifs, on obtient le critère énergétique de [2] Franciosi et Zaoui :

$$W = \frac{1}{2} \cdot \sum_q \sum_g H^{gq} \dot{\mathbf{g}}^q \cdot \dot{\mathbf{g}}^g - \sum_g R_{ij}^g \cdot C_{ijkl} \cdot \dot{\mathbf{e}}_{kl}^t \dot{\mathbf{g}}^g + cste$$

Ainsi, la combinaison de systèmes actifs à retenir parmi les potentiellement actifs, est celle qui minimise cette énergie : cette solution est unique, lorsque la matrice  $H^{gq}$  est symétrique.

#### A.1.2. Etablissement de la loi de comportement

Dans la suite, les sommations sur les systèmes de glissement ne font intervenir que les systèmes actifs ; pour simplifier les écritures, les sommations à considérer ne seront plus indiquées.

Lors de l'écoulement élastoplastique, la loi d'écrouissage (2) et l'équation (3) nous donnent :

$$R_{ij}^g \cdot C_{ijkl} \cdot \left( \dot{\mathbf{e}}_{kl}^t - R_{kl}^q \dot{\mathbf{g}}^q \right) = h^{gq} \dot{\mathbf{g}}^q,$$

$$\text{soit } R_{ij}^g \cdot C_{ijkl} \cdot \dot{\mathbf{e}}_{kl}^t = \left( R_{ij}^g \cdot C_{ijkl} \cdot R_{kl}^q + h^{gq} \right) \dot{\mathbf{g}}^q,$$

$$\text{avec } \dot{\mathbf{s}}_{ij} = C_{ijkl} \cdot \left( \dot{\mathbf{e}}_{kl}^t - \dot{\mathbf{e}}_{kl}^p \right) = C_{ijkl} \cdot \dot{\mathbf{e}}_{kl}^t - C_{ijkl} \cdot \dot{\mathbf{e}}_{kl}^p = C_{ijkl} \cdot \dot{\mathbf{e}}_{kl}^t - C_{ijkl} \cdot R_{ij}^g \cdot \dot{\mathbf{g}}^g \quad (4)$$

La vitesse de glissement sur les systèmes actifs s'écrit donc :

$$\dot{\mathbf{g}}^q = \left( R_{ij}^g \cdot C_{ijkl} \cdot R_{kl}^q + h^{gq} \right)^{-1} \cdot R_{mn}^g \cdot C_{mnop} \cdot \dot{\mathbf{e}}_{op}^t$$

Finalement, la relation (4) permet d'obtenir :

$$\dot{\mathbf{s}}_{ij} = \left( C_{ijkl} - C_{ijst} \cdot R_{st}^q \cdot \left( R_{mn}^g \cdot C_{mnop} \cdot R_{op}^q + h^{gh} \right)^{-1} \cdot R_{ru}^g \cdot C_{ruk} \right) \dot{\mathbf{e}}_{kl}^t = l_{ijkl} \cdot \dot{\mathbf{e}}_{kl}^t$$

avec  $l_{ijkl} = C_{ijkl} - C_{ijst} \cdot R_{st}^q \cdot \left( R_{mn}^g \cdot C_{mnop} \cdot R_{op}^q + h^{gq} \right)^{-1} \cdot R_{ru}^g \cdot C_{ruk}$

Le module tangent élastoplastique  $l_{ijkl}$  dépend donc des caractéristiques élastiques du matériau  $C_{ijkl}$ , des systèmes de glissement actifs et des paramètres d'écroissage  $h^{gq}$  (le durcissement du matériau est pris en compte à travers l'évolution des  $t_c$ ).

Après chaque incrément de déformation, une réactualisation des variables est nécessaire. C'est le cas pour le module tangent  $l_{ijkl}$ , car la combinaison des systèmes de glissement actifs évolue. Il en va de même pour :

- Les angles d'Euler  $(\mathbf{j}_1, \mathbf{f}, \mathbf{j}_2)$ , qui sont utilisés pour caractériser l'orientation du cristal, par rapport au repère de sollicitation ([3] Bunge) :

$$\begin{cases} \mathbf{j}_1 = (\sin \mathbf{j}_2 \cdot \dot{\mathbf{w}}_{23}^e + \cos \mathbf{j}_2 \cdot \dot{\mathbf{w}}_{13}^e) / \sin \mathbf{f} \\ \dot{\mathbf{f}} = \dot{\mathbf{w}}_{32}^e \cdot \cos \mathbf{j}_2 - \dot{\mathbf{w}}_{13}^e \cdot \sin \mathbf{j}_2 \\ \mathbf{j}_2 = \dot{\mathbf{w}}_{21}^e - \left( (\sin \mathbf{j}_2 \cdot \dot{\mathbf{w}}_{23}^e + \cos \mathbf{j}_2 \cdot \dot{\mathbf{w}}_{13}^e) / \sin \mathbf{f} \right) \cdot \cos \mathbf{f} \end{cases}$$

avec la rotation du réseau  $\dot{\mathbf{w}}_{ij}^e = \dot{\mathbf{w}}_{ij}^t - \dot{\mathbf{w}}_{ij}^p = -\dot{\mathbf{w}}_{ij}^p$ , si le taux de rotation totale est nul (cela dépend du trajet de chargement macroscopique imposé).

- Les cissions critiques, ce qui traduit l'évolution de l'écroissage :

$$\mathbf{t}_c^g = \sum_q h^{gq} \cdot \dot{\mathbf{g}}^q, \text{ donc à chaque pas } \mathbf{t}_c^{n+1} = \mathbf{t}_c^n + \sum_q h^{gq} \dot{\mathbf{g}}^q \cdot \Delta t$$

avec  $\Delta t$  : pas de temps.

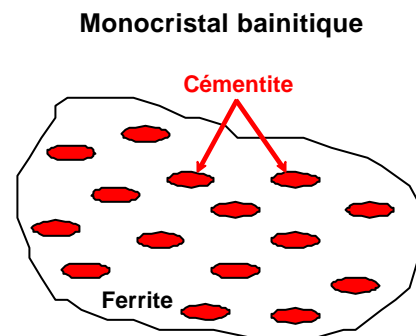
## A.2. Comportement du monocristal bainitique (ferrite/cémentite)

Une modélisation de type Mori-Tanaka est développée, afin de décrire le comportement du monocristal bainitique et d'établir au mieux la distribution des contraintes et des déformations dans la ferrite et la cémentite du grain. Dans ce modèle (et dans le modèle autocohérent présenté plus loin), le matériau est considéré comme un assemblage de  $N + 1$  classes de constituants, chacune étant définie comme un ensemble de régions de l'espace possédant les mêmes propriétés mécaniques et les mêmes orientations. Nous considérons ensuite un représentant de chaque classe  $i$ , entouré du milieu homogène équivalent (milieu dont on cherche les constantes élastiques  $C$  ou élastoplastiques  $L$ ).

### A.2.1. Choix du modèle de Mori-Tanaka : pertinence de ce modèle

Comme on l'a vu au chapitre II, l'acier bainitique 16MND5 est constitué d'une matrice ferritique  $Fe$  renforcée par des précipités de cémentite  $Fe_3C$  (à hauteur de 5%). Il existe une forte hétérogénéité des déformations à l'intérieur de chaque grain, qui a été constatée expérimentalement grâce aux microgrilles (collaboration avec le LMS) : en effet, les différents paquets bainitiques intragranulaires (ferrite + cémentite) ne se déforment pas de la même façon, en fonction de leur orientation cristallographique et de la présence plus ou moins importante de précipités de cémentite (cf figure D-2 en annexe D).

Il faut donc construire un modèle de biphasage qui soit capable de les reproduire, associées à une microstructure de type matrice/inclusions. Le modèle de Mori-Tanaka est donc particulièrement bien adapté pour décrire le comportement du monocristal biphasé dans le cas de ce matériau (on ne considère qu'une seule population morphologique d'inclusions avec une faible fraction volumique : cf figure IV-3)) : il prend en compte les interactions entre phases et permet de prédire la distribution des contraintes et des déformations dans chacune d'entre elles, qui peut ensuite être comparée à celle obtenue par DRX.



**Figure IV-3 : matrice ferritique renforcée par des précipités de cémentite et représentée par le modèle de Mori-Tanaka**

Un autre modèle, le modèle autocohérent, a été comparé à celui-ci (voir chapitre IV.A.3. et annexe E), mais il correspond davantage à un autre type de microstructure, dans laquelle chaque grain est associé à une phase. Ce dernier va d'ailleurs être utilisé dans la modélisation du comportement du polycristal (constitué d'un assemblage de grains biphasés), afin de prendre en compte justement les interactions entre grains.

#### A.2.2. Contraintes et déformations dans chaque phase

Le modèle de Mori-Tanaka conduit à une relation du type  $\dot{\mathbf{s}} = l_{Fe/Fe_3C} \cdot \dot{\mathbf{e}}^t$ , qui relie l'état de contrainte du monocristal biphasé à la déformation qui lui est appliquée ( $l_{Fe/Fe_3C}$  étant le module tangent élastoplastique biphasé).

Pour arriver à cette relation, nous sommes partis de la solution du problème de l'inclusion élastique d'[4] Eshelby, qui donne le taux de déformation dans l'inclusion en fonction du taux de déformation dans la matrice :

$$\dot{\mathbf{e}}_{Inclusion} = T \cdot \dot{\mathbf{e}}_{Matrice}, \quad (5)$$

$$\text{où } T = [I + S^{Esh} \cdot C^{-1} \cdot (C_{Inclusion} - C)]^{-1}, \quad (6)$$

$I_{ijkl} = \frac{1}{2} \cdot (\mathbf{d}_{ik} \cdot \mathbf{d}_{jl} + \mathbf{d}_{il} \cdot \mathbf{d}_{jk})$  est le tenseur identité ( $\mathbf{d}_{ij}$  est le symbole de Kronecker),

$S^{Esh}$  est le tenseur d'Eshelby, calculé grâce à la méthode de [5] Morris ou [6] Lebensohn et Tomé (cas de l'inclusion sphérique anisotrope ; calcul à partir du module tangent élastoplastique biphasé du grain).

Les caractéristiques élastiques de chaque phase sont supposées identiques ([7] Drapkin et Fokin), le taux de rotation totale  $\dot{\mathbf{w}}^t$  est nul et la cémentite garde un comportement purement élastique.

Dans le cas du modèle de Mori-Tanaka, le milieu de référence considéré est la matrice : dans le cas de notre matériau, le tenseur  $C$  (tenseur du milieu de référence) est donc le module tangent élastoplastique de la ferrite. La relation (6) devient alors :

$$T = [I + S^{Esh} \cdot l_{Fe}^{-1} \cdot (C_{Fe_3C} - l_{Fe})]^{-1}$$

### Etape de localisation

Soit  $f$ , la fraction volumique de cémentite. Le taux de déformation dans la matrice ferritique est tout d'abord donné par la relation suivante :

$$\dot{\mathbf{e}}_{Fe} = [(1-f).I + f.T]^{-1} . \dot{\mathbf{e}}^t ,$$

ce qui nous donne le taux de déformation dans la cémentite ([8] Benveniste, [9] Schjødt-Thomsen et Pyrz), à partir de l'équation (5) :

$$\dot{\mathbf{e}}_{Fe_3C} = T . \dot{\mathbf{e}}_{Fe} = T . [(1-f).I + f.T]^{-1} . \dot{\mathbf{e}}^t$$

Nous en déduisons ensuite les contraintes dans chaque phase :

$$\left\{ \begin{array}{l} \dot{\mathbf{s}}_{Fe} = l_{Fe} . \dot{\mathbf{e}}_{Fe} = l_{Fe} . [(1-f).I + f.T]^{-1} . \dot{\mathbf{e}}^t \\ \dot{\mathbf{s}}_{Fe_3C} = C_{Fe_3C} . \dot{\mathbf{e}}_{Fe_3C} = C_{Fe_3C} . T . [(1-f).I + f.T]^{-1} . \dot{\mathbf{e}}^t \end{array} \right. \quad (7)$$

### Etape d'homogénéisation

Le taux de déformation total peut être relié aux taux de déformation dans chaque phase, par :

$$(1-f) . \dot{\mathbf{e}}_{Fe} + f . \dot{\mathbf{e}}_{Fe_3C} = \dot{\mathbf{e}}^t$$

De la même façon, nous obtenons pour les contraintes :

$$(1-f) . \dot{\mathbf{s}}_{Fe} + f . \dot{\mathbf{s}}_{Fe_3C} = \dot{\mathbf{s}} \quad (8)$$

Finalement, en considérant les équations (7) et (8), il vient facilement :

$$\begin{aligned} \dot{\mathbf{s}} &= (1-f) . l_{Fe} . [(1-f).I + f.T]^{-1} . \dot{\mathbf{e}}^t + f . C_{Fe_3C} . T . [(1-f).I + f.T]^{-1} . \dot{\mathbf{e}}^t , \\ \text{soit} \quad \dot{\mathbf{s}} &= [(1-f) . l_{Fe} + f . C_{Fe_3C} . T] . [(1-f).I + f.T]^{-1} . \dot{\mathbf{e}}^t , \end{aligned}$$

où  $\dot{\mathbf{s}}$  et  $\dot{\mathbf{e}}^t$  sont respectivement le taux de contrainte et de déformation du monocristal biphasé,

$$l_{Fe/Fe_3C} = [(1-f)l_{Fe} + f.C_{Fe_3C}.T][(1-f).I + f.T]^{-1} \quad (9)$$

est le module élastoplastique biphasé défini par [10] Mori-Tanaka, tel que

$$\dot{\mathbf{s}} = l_{Fe/Fe_3C} \cdot \dot{\mathbf{e}}^t \text{ (voir aussi [8] Benveniste, ainsi que [9] Schjødt-Thomsen et Pyrz).}$$

Ce modèle est donc capable d'évaluer les états de contrainte dans un monocristal biphasé : il correspond à la limite inférieure de la formulation de [11] Hashin et Strikman, lorsqu'on considère uniquement des inclusions sphériques et purement élastiques.

### A.2.3. Etude paramétrique

On considère deux familles de systèmes de glissement dans la ferrite  $\{110\}\langle 111 \rangle$  et  $\{211\}\langle 111 \rangle$  (soit 48 systèmes au total), avec une cission critique initiale identique pour chacune d'entre elles, et une matrice d'écroûissage  $h^{sq}$  réduite à deux termes  $h_1$  (auto-écrouîssage) et  $h_2$  (écrouîssage latent) {[1] Franciosi *et al.*}.

Le comportement du monocristal biphasé a été simulé en traction axisymétrique, la plasticité de la ferrite étant définie par une cission critique de 100MPa. Le taux de déformation totale appliqué s'écrit :

$$\dot{\mathbf{e}}^t = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -0.5 & 0 \\ 0 & 0 & -0.5 \end{pmatrix}$$

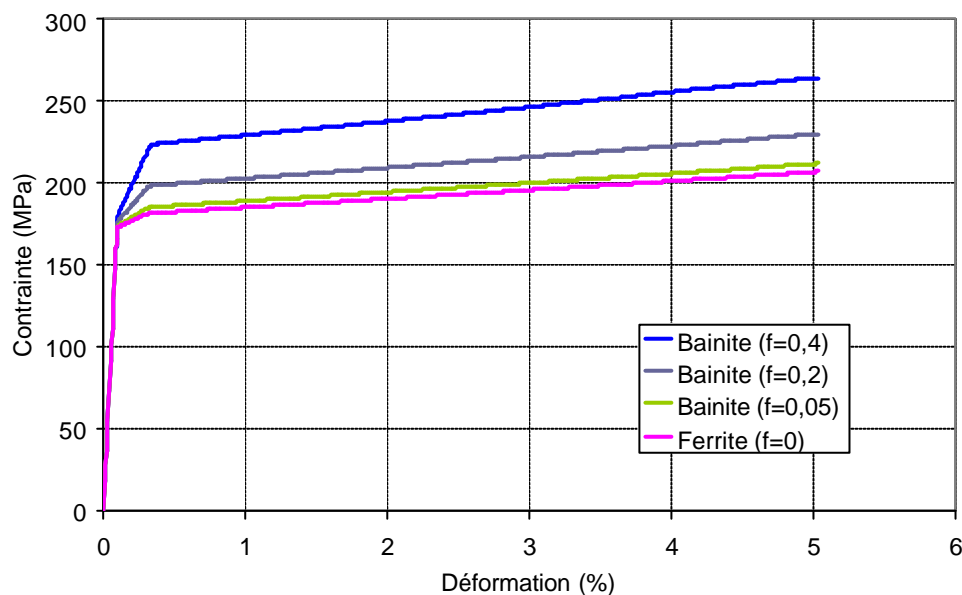
Les paramètres d'écroûissage  $h_1$  et  $h_2$  et les constants élastiques ([12] Hosford) sont respectivement donnés dans le tableau IV-1.

Cission critique	Paramètres d'écroûissage		Caractéristiques élastiques		
$t_c^g$	$h_1$	$h_2 = 1,2.h_1$	$C_{11}$	$C_{12}$	$C_{44}$
100MPa	100MPa	120MPa	237,4GPa	134,7GPa	116,4GPa

Tableau IV-1 : paramètres du modèle pour le monocristal bainitique

Les deux phases (ferrite et cémentite) ont les mêmes constantes élastiques ([7] Drapkin et Fokin) et l'orientation du cristal par rapport au repère de sollicitation est définie par les trois angles d'Euler (dans le cas considéré,  $\mathbf{j}_1 = 36^\circ$ ,  $\mathbf{f} = 36^\circ$  et  $\mathbf{j}_2 = 36^\circ$ ).

Dans ces conditions, une étude paramétrique a permis de déterminer l'influence de la fraction volumique de précipités et de la cission critique sur le comportement du monocristal bainitique. Tout d'abord, la figure IV-4 donne l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation appliquée (repère de sollicitation; pour toutes les courbes présentées, on considèrera la contrainte  $\mathbf{s}_{11}$  et la déformation  $\mathbf{e}_{11}$ ), lorsque la fraction volumique de cémentite  $f$  varie. La contrainte augmente avec  $f$ , tout comme la pente d'écroissage (dans ce cas, l'effet est identique à une augmentation des paramètres d'écroissage) : ceci s'explique simplement par le comportement purement élastique de la cémentite, dont la proportion est de plus en plus importante.



**Figure IV-4 : variation de la contrainte avec la fraction volumique de cémentite  $f$  dans un monocristal bainitique**

Il est également possible de suivre l'évolution des états de contrainte dans chaque phase (cf figure IV-5) : ferrite, bainite (matrice ferritique + précipités de cémentite) et cémentite. Le modèle indique que la ferrite garde des valeurs de contrainte proches de celles de la bainite tandis que la cémentite est beaucoup plus chargée, comme constaté expérimentalement ;

en outre, les valeurs de contrainte et la pente d'écrouissage dans chaque phase augmentent elles aussi avec  $f$ .

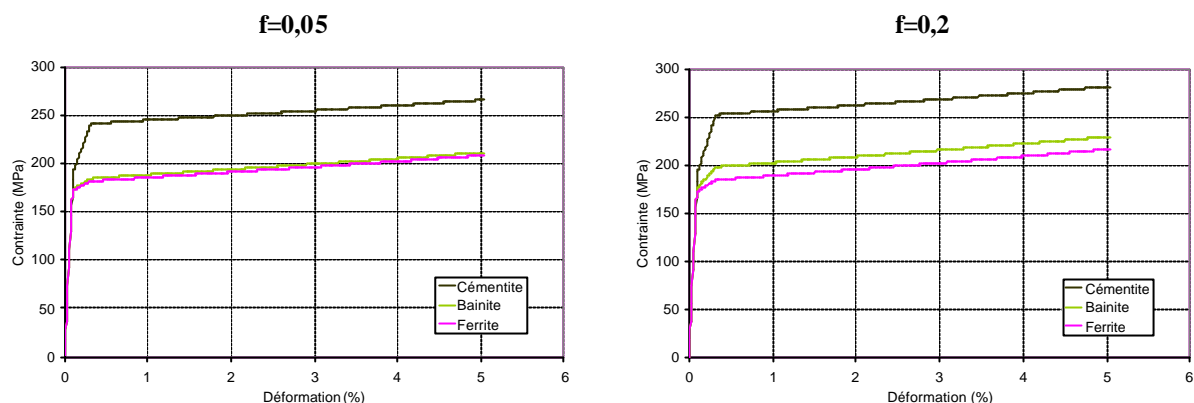


Figure IV-5 : états de contrainte dans chaque phase du monocristal bainitique

L'état de contrainte dans la cémentite semble également saturer au-dessus d'une certaine déformation, bien que son comportement soit considéré comme purement élastique : toutefois, la représentation de l'évolution de la contrainte dans la cémentite en fonction de la déformation dans cette même phase (et non plus en fonction de la déformation totale (cf figure IV-6)) confirme bien que cette dernière reste élastique (avec néanmoins une légère perte de linéarité lors de l'entrée en plasticité).

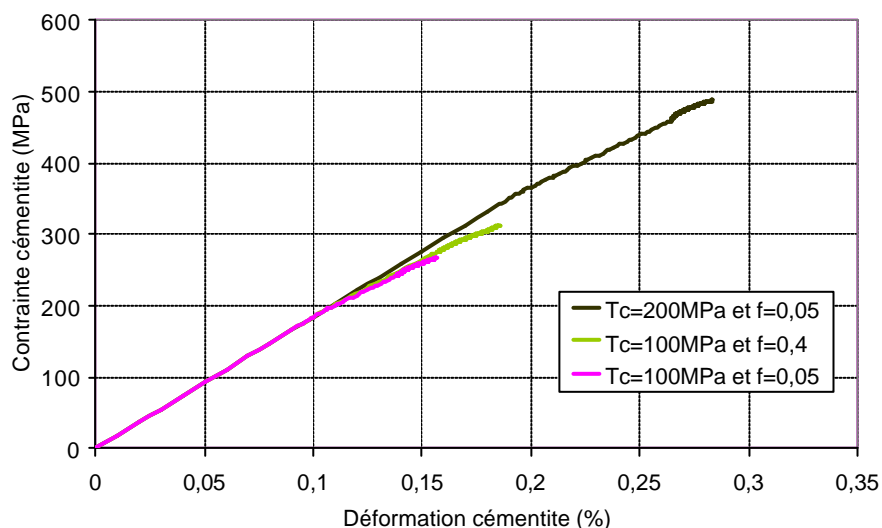


Figure IV-6 : contrainte dans la cémentite en fonction de la déformation dans la cémentite

En fait, la cémentite ne se déforme que très peu (environ 0,3% pour 5% de déformation macroscopique), car c'est la ferrite qui accommode quasiment toute la déformation imposée.



La figure IV-6 permet aussi d'analyser l'influence de la cission critique :  $s_{Fe_3C}$  et  $e_{Fe_3C}$  y sont proportionnelles et augmentent également avec la fraction volumique  $f$ .

C'est là une particularité du modèle de Mori-Tanaka, qui prend en compte les interactions matrice/précipités : en effet, le modèle autocohérent (voir chapitre IV.A.3.) appliqué au monocristal bainitique, donne par exemple une évolution pour la cémentite totalement différente (on considère les mêmes paramètres pour le matériau), puisque les états de contrainte dans cette phase sont plus importants et elle ne semble pas saturer (cf figure IV-7).

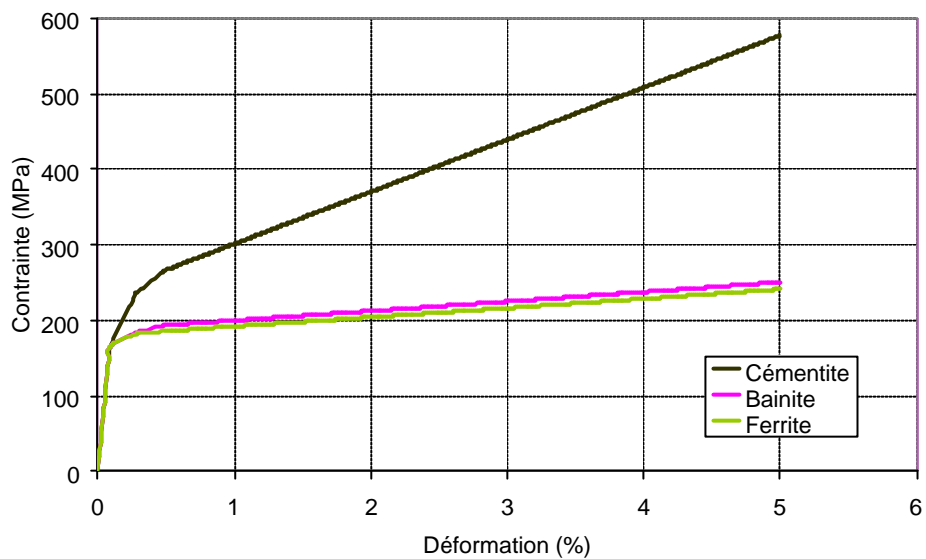


Figure IV-7 : états de contrainte dans chaque phase du monocristal bainitique (modèle autocohérent ;  $f=0,05$ )

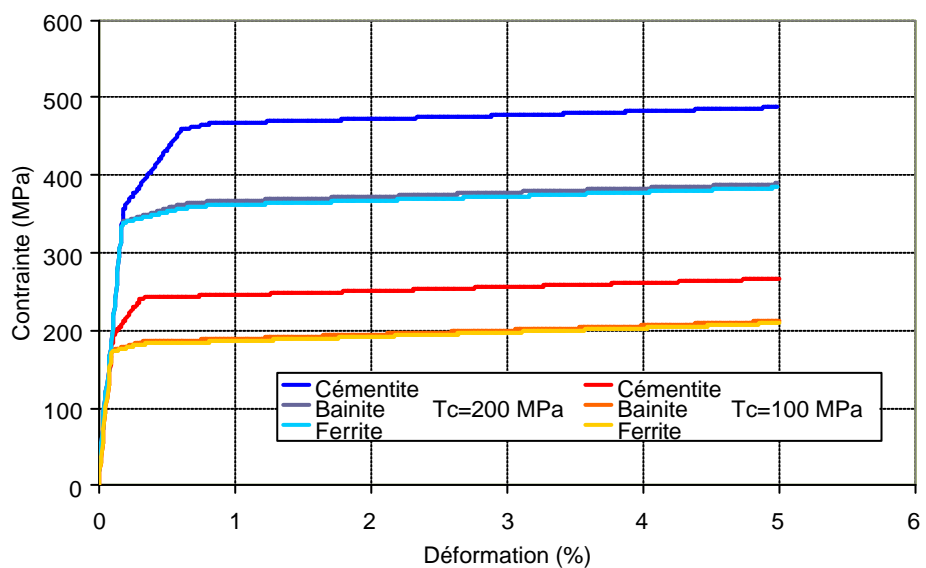


Figure IV- 8 : variation de la cission critique ( $f=0,05$ )

Enfin, l'influence de la cission critique est donnée par la figure IV-8 : la limite d'élasticité augmente avec cette dernière, tout comme l'écart de contrainte entre chaque phase.

### A.3. Passage au polycristal : modèle autocohérent

Le matériau est considéré comme un assemblage d'une multitude de grains biphasés (cf figure IV-9) : le passage au polycristal (transition d'échelle) est donc réalisé par une approche autocohérente ([13] Berveiller et Zaoui), qui prend en compte les interactions entre grains.

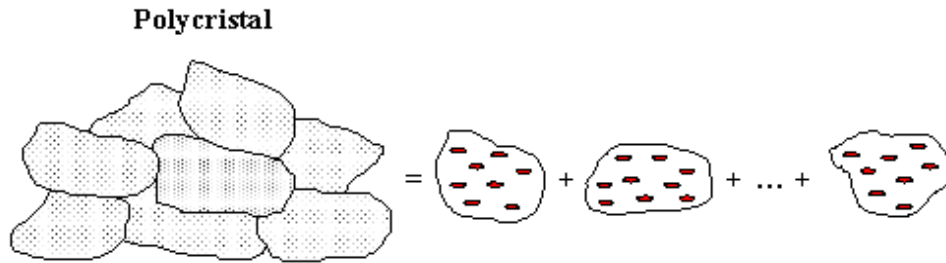


Figure IV-9 : modélisation polycristalline de N grains biphasés

### Loi de comportement - Transition d'échelle

Un modèle autocohérent permet de passer des mécanismes cristallographiques qui caractérisent le grain bainitique, au polycristal. La loi de comportement macroscopique est définie par :

$$\dot{\Sigma}_{ij} = L_{ijkl} \cdot \dot{E}_{kl}^t,$$

où  $L_{ijkl}$  est le module élastoplastique macroscopique.

[13] Berveiller et Zaoui, ainsi que [14] Lipinski et Berveiller, ont établi une intégrale qui conduit à une équation reliant le taux de déformation local  $\dot{\mathbf{e}}^t$  au champ de déformation macroscopique  $\dot{E}^t$ . Ainsi, pour chaque incrément de déformation macroscopique, le taux de déformation pour chaque grain  $\dot{\mathbf{e}}_{ij}^{grain}$  peut être calculé :

$$\dot{\mathbf{e}}_{ij}^{grain} = \left[ I_{ijkl} + S_{ijkl}^{Esh} \cdot L_{ijkl}^{-1} \cdot \left( I_{ijkl}^{grain} - L_{ijkl} \right) \right]^{-1} \cdot \dot{E}_{kl}^t,$$

où  $S^{Esh}$  est le tenseur d'Eshelby calculé à partir du module élastoplastique macroscopique,

$l_{ijkl}^{grain}$  est le module tangent élastoplastique biphasé de chaque grain considéré (cf (9)),

$\dot{E}_{kl}^t$  est le tenseur de la déformation macroscopique totale appliquée.

En utilisant la loi de comportement locale pour chaque grain :

$$\dot{\mathbf{s}}_{ij}^{grain} = l_{ijkl}^{grain} \cdot \dot{\mathbf{e}}_{kl}^{grain},$$

ainsi que la relation de moyenne des contraintes (étape d'homogénéisation) :

$$\dot{\mathbf{S}}_{ij} = \langle \dot{\mathbf{s}}_{ij}^{grain} \rangle,$$

on peut finalement en déduire la loi de comportement pour le polycristal  $\dot{\Sigma}_{ij} = L_{ijkl} \cdot \dot{E}_{kl}^t$ ,

où  $L_{ijkl} = \langle l_{ijkl}^{grain} \cdot [I_{ijkl} + S_{ijkl}^{Esh} \cdot L_{ijkl}^{-1} \cdot (l_{ijkl}^{grain} - L_{ijkl})]^{-1} \rangle$

→ il s'agit d'une équation implicite (une moyenne sur tous les monocristaux biphasés), qui se résout par une succession d'itérations conduisant à la convergence de la solution.

Pour l'acier bainitique, ce module élastoplastique macroscopique s'écrit donc :

$$L_{Fe/Fe_3C} = \langle l_{Fe/Fe_3C} \cdot [I + S^{Esh} \cdot L_{Fe/Fe_3C}^{-1} \cdot (l_{Fe/Fe_3C} - L_{Fe/Fe_3C})]^{-1} \rangle$$

Il permet d'effectuer la transition d'échelle depuis le monocristal biphasé jusqu'au polycristal, en prenant en compte les caractéristiques élastoplastiques de chaque grain bainitique.

#### A.4. Implémentation de la décharge dans le modèle

La décharge est réalisée après le dernier point de charge, par l'intermédiaire d'une approche autocohérente élastique. La contrainte résiduelle dans chaque grain bainitique après décharge  $\mathbf{s}_{Fe/Fe_3C}^r$  est déterminée à partir de la contrainte dans le grain au dernier point de

charge  $\mathbf{s}_{Fe/Fe_3C}^c$  et de la contrainte de décharge  $\mathbf{s}^d$  (localisation de la contrainte macroscopique au dernier point de charge  $\Sigma^c$ ) :

$$\mathbf{s}_{Fe/Fe_3C}^r = \mathbf{s}_{Fe/Fe_3C}^c - \mathbf{s}^d,$$

avec  $\mathbf{s}^d = c_{Fe/Fe_3C} \cdot \left[ I + S^{Esh} \cdot C_{Fe/Fe_3C}^{c^{-1}} \cdot (c_{Fe/Fe_3C} - C_{Fe/Fe_3C}^c) \right]^{-1} \cdot C_{Fe/Fe_3C}^{c^{-1}} \cdot \Sigma^c,$

$c_{Fe/Fe_3C}$  le tenseur de rigidité élastique du grain bainitique,

$$C_{Fe/Fe_3C}^c = c_{Fe/Fe_3C} \cdot \overline{\left[ I + S^{Esh} \cdot C_{Fe/Fe_3C}^{c^{-1}} \cdot (c_{Fe/Fe_3C} - C_{Fe/Fe_3C}^c) \right]^{-1}}$$

Or, les caractéristiques élastiques de chaque phase sont supposées identiques. On a donc :

$$c_{Fe/Fe_3C} = c_{Fe} = c_{Fe_3C} = c,$$

et par conséquent  $C_{Fe/Fe_3C}^c = c \cdot \overline{\left[ I + S^{Esh} \cdot C_{Fe/Fe_3C}^{c^{-1}} \cdot (c - C_{Fe/Fe_3C}^c) \right]^{-1}},$

si bien que finalement :

$$\mathbf{s}^d = c \cdot \left[ I + S^{Esh} \cdot C_{Fe/Fe_3C}^{c^{-1}} \cdot (c - C_{Fe/Fe_3C}^c) \right]^{-1} \cdot C_{Fe/Fe_3C}^{c^{-1}} \cdot \Sigma^c$$

On décharge la ferrite et la cémentite de la même façon :

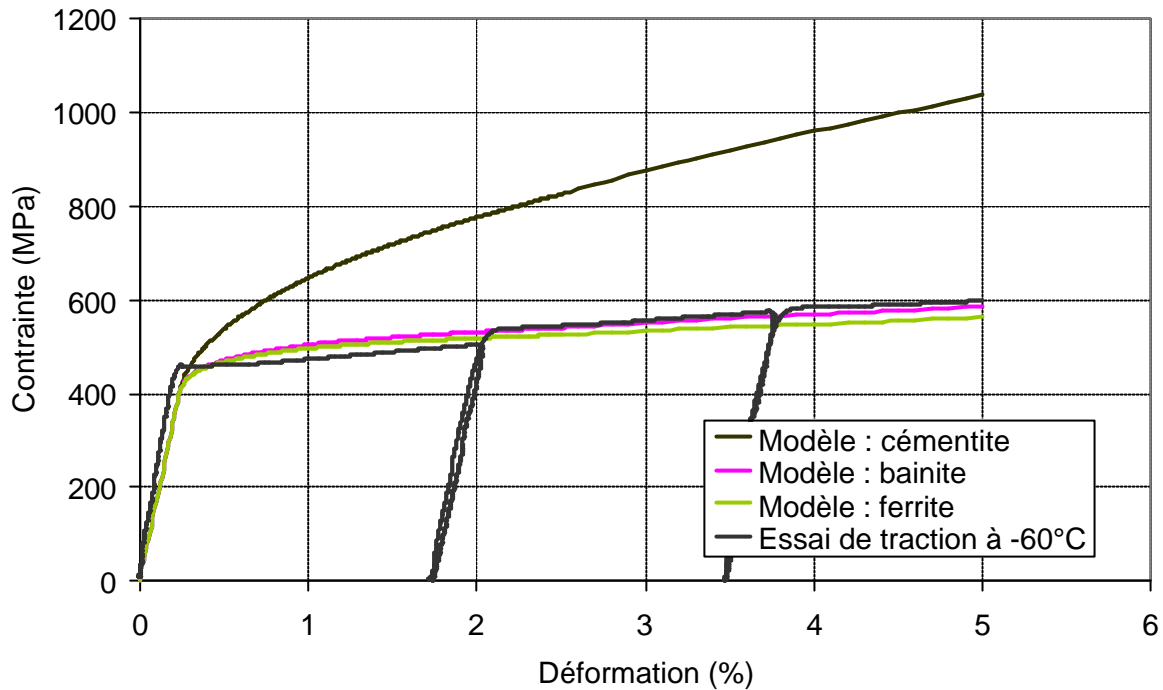
$$\begin{cases} \mathbf{s}_{Fe}^r = \mathbf{s}_{Fe}^c - \mathbf{s}^d \\ \mathbf{s}_{Fe_3C}^r = \mathbf{s}_{Fe_3C}^c - \mathbf{s}^d \end{cases}$$

## B. Couplage modèle/expérience

### B.1. Identification des paramètres avec un essai de traction à $-60^\circ\text{C}$ sur le matériau de mise au point

Plusieurs simulations du comportement du polycristal ont été réalisées : 1000 grains ont été pris en compte (pour une relative rapidité des calculs et une bonne diversité des orientations cristallographiques), chacun étant défini comme un monocristal bainitique dont

l'orientation est choisie de manière totalement aléatoire (afin qu'aucune texture cristallographique initiale ne soit présente).



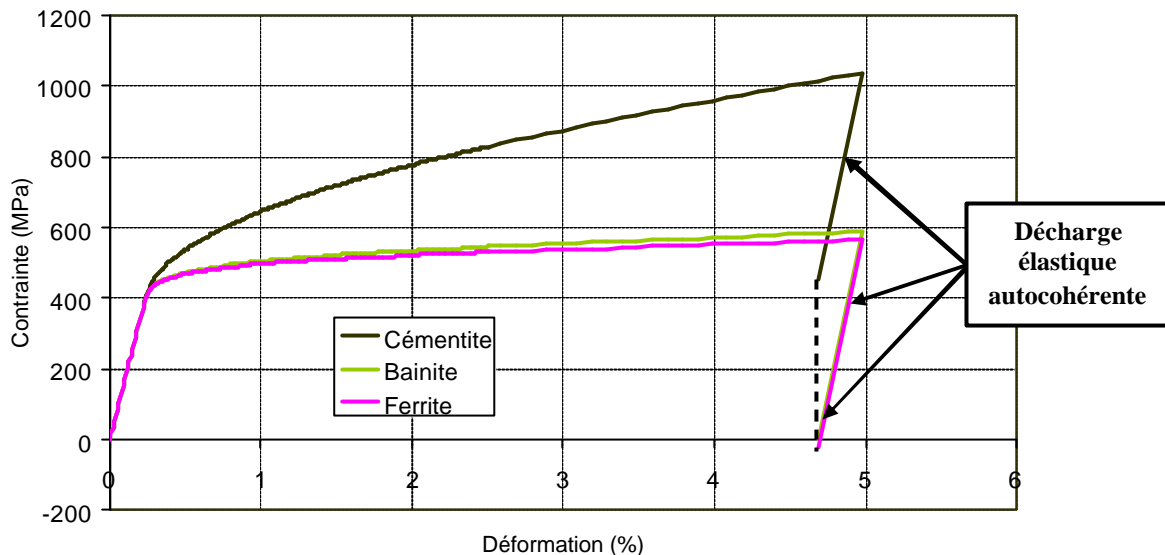
**Figure IV-10 : distribution des contraintes dans l'acier 16MND5 lors d'un essai de traction à -60°C (modélisation polycristalline et expérience)**

Un des intérêts de ce modèle réside dans le fait que seulement trois paramètres ont besoin d'être identifiés pour reproduire exactement les résultats expérimentaux : la cission critique  $t_c^g$  permet de faire varier la limite d'élasticité, ainsi que  $h_1$  et  $h_2$ , qui sont directement reliés à la pente d'écroutissage. Pour un essai de traction axisymétrique à -60°C par exemple, ils ont été identifiés comme suit :  $t_c^g = 275\text{MPa}$ ,  $h_1 = 225\text{MPa}$  et  $h_2 = 1,2.h_1 = 270\text{MPa}$  (avec  $h_2 = 1,2.h_1$  imposé dans le modèle). Les états de contraintes dans chaque phase sont illustrés à la figure IV-10.

## B.2. Etats de contrainte après décharge

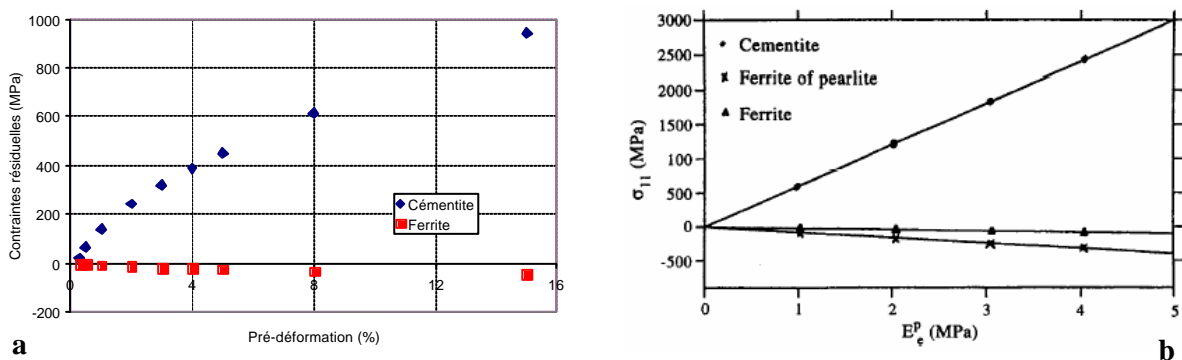
La décharge est réalisée de manière élastique après le dernier point de charge. La contrainte macroscopique résiduelle  $S_{Fe/Fe_3C}^r$  est bien nulle, et l'écart de contrainte observé

entre chaque phase au dernier point de charge est conservé (cf figure IV-11 : essai de traction à  $-60^{\circ}\text{C}$ ) : la cémentite est bien en traction ( $S_{Fe_3C}^r > 0$ ), et la ferrite en compression ( $S_{Fe}^r < 0$ ).



**Figure IV-11 : états de contrainte dans chaque phase au cours du chargement ainsi qu'après décharge (essai de traction à  $-60^{\circ}\text{C}$ )**

Le modèle permet donc de calculer les contraintes internes (au cours du chargement) et résiduelles (après décharge) dans chaque phase : celles-ci peuvent ensuite être comparées avec celles déterminées par DRX (voir chapitre V). La figure IV-12a représente l'évolution des contraintes résiduelles dans la ferrite et la cémentite après une décharge complète de chacune de ces phases, en fonction de plusieurs pré-déformations.



**Figure IV-12 : évolution des contraintes résiduelles dans chaque phase pour plusieurs pré-déformations**  
**a) Acier 16MND5 - b) Acier hypo-eutectoïde (0,48% C) constitué de grains ferritiques (40%)**  
**et de grains de perlite globulaire (60%) à 12% de cémentite ([15] Schmitt *et al.*)**

Le choix du modèle polycristallin lié à la microstructure du matériau s'avère donc pertinent et bien adapté, puisqu'il traduit bien les états de contrainte dans chaque phase, ainsi que les écarts observés expérimentalement par DRX. En effet, la ferrite est bien en compression après décharge, tandis que la cémentite est en traction. Qui plus est, la ferrite reste proche de la bainite au cours du chargement, l'écart n'excédant jamais 150MPa, et la cémentite atteint des valeurs de l'ordre de 1000MPa pour 5% de déformation totale. C'est un résultat comparable à celui qu'ont obtenu [15] Schmitt *et al.* pour un acier hypo-eutectoïde (0,48%C : cf figure IV-12b), avec une cémentite toutefois plus chargée, puisque le type de microstructure présente dans ce matériau (pas de grain bainitique, mais 40% de grains ferritiques et 60% de grains de perlite (ferrite + 12% de cémentite sous forme de précipités sphériques)) accentue l'état de contrainte dans cette phase. Cela permet de valider une première fois notre modèle en contraintes.

### B.3. Evolution des textures cristallographiques au cours du chargement

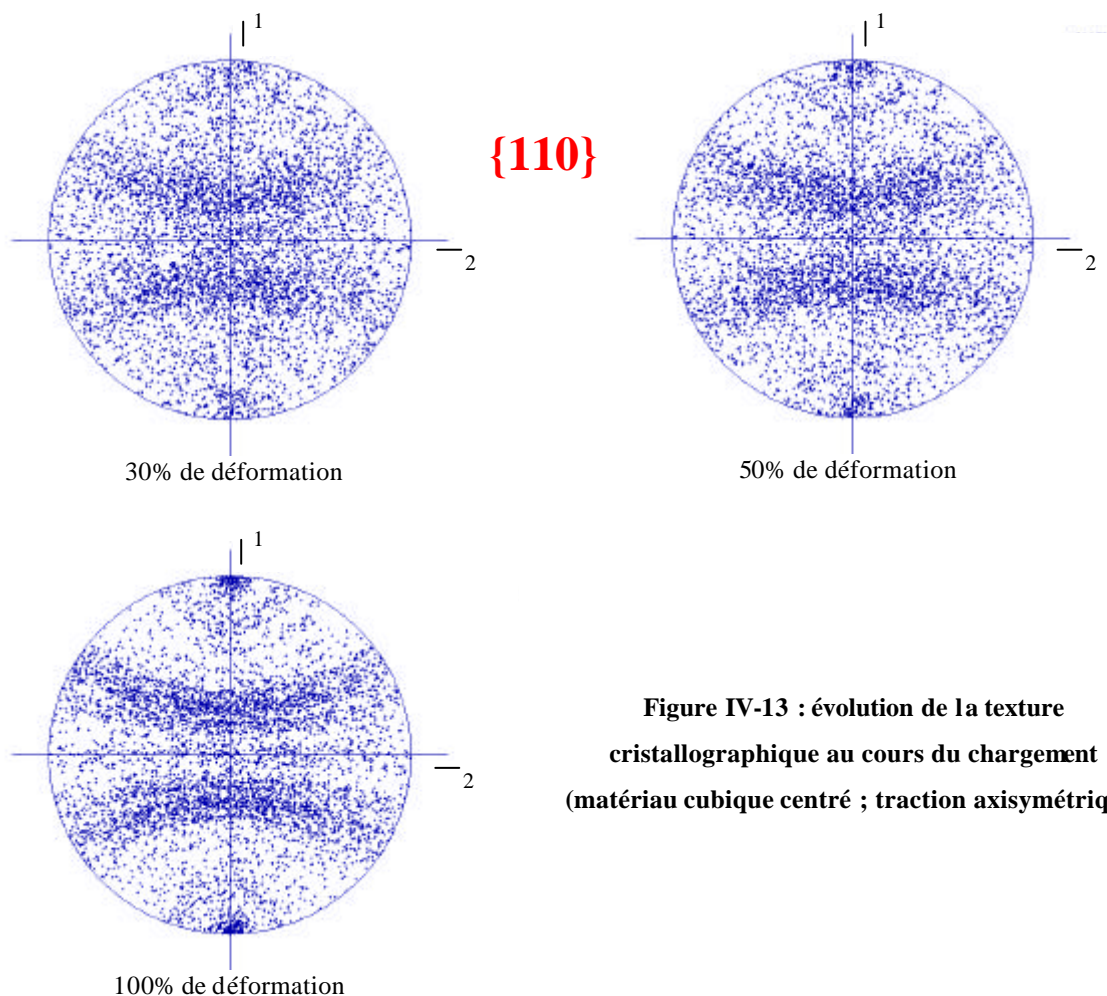
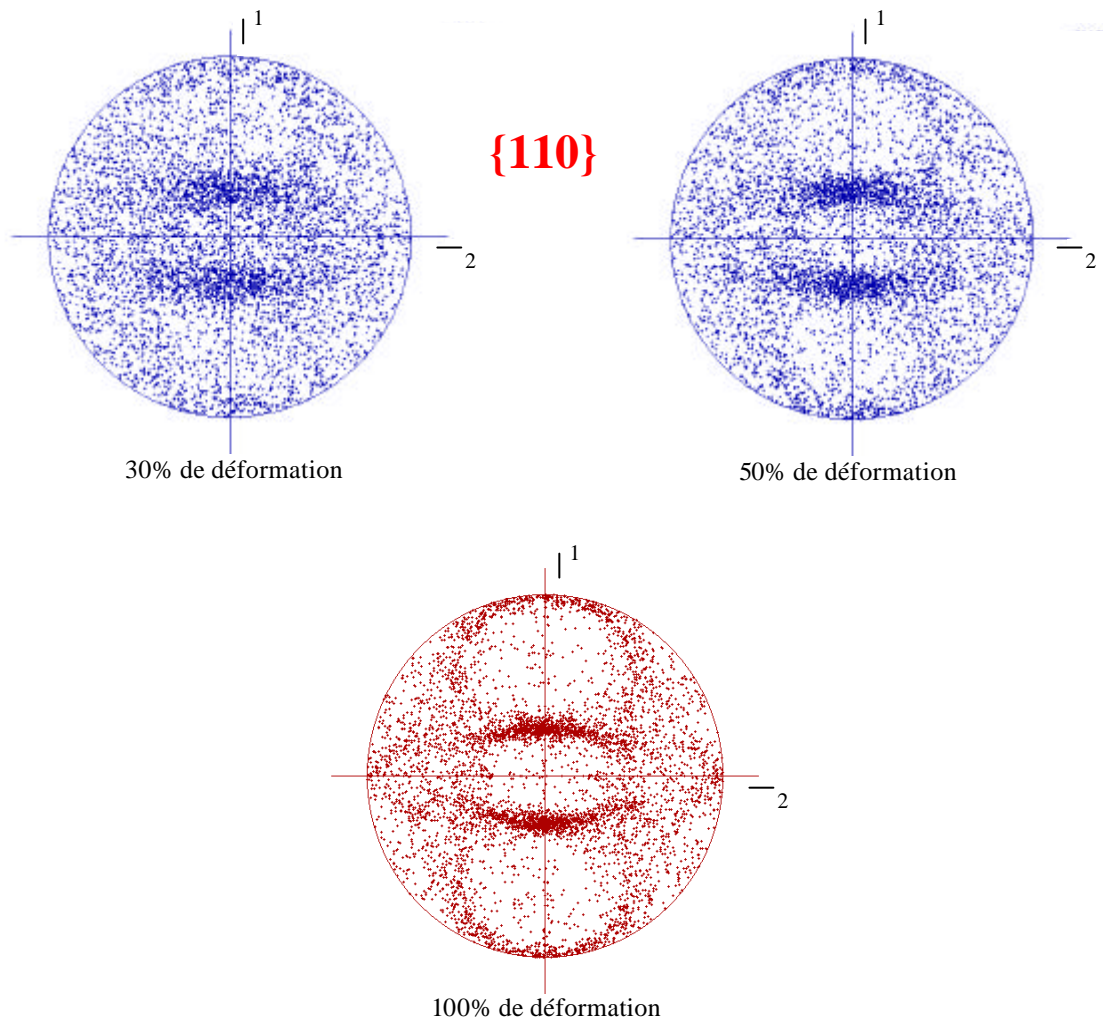


Figure IV-13 : évolution de la texture cristallographique au cours du chargement (matériau cubique centré ; traction axisymétrique)

Le modèle permet de prédire l'évolution des textures cristallographiques au cours du chargement (matériau cubique centré), que ce soit en traction axisymétrique (cf figure IV-13) ou pour du laminage (cf figure IV-14).



**Figure IV-14 : évolution de la texture cristallographique au cours du chargement  
(matériau cubique centré ; laminage)**

Les figures de pôles {110} obtenues sont tout à fait classiques (voir mesures expérimentales de [3] Bunge) ; en pratique, le matériau d'étude ne subit évidemment pas des taux de déformation aussi importants (maximum : 12% à -60°C), mais cela nous permet valider une deuxième fois notre modèle, et en particulier la géométrie du glissement et la réorientations des grains (à noter : les textures simulées par le modèle ont également été validées pour un système cubique faces centrées, et pour des trajets autres que de la traction ou du laminage (cisaillement, ...)).



#### B.4. Simulation des courbes $e_{fy} = f(\sin^2 \gamma)$

Le modèle polycristallin est également capable de calculer les déformations  $e_{fy}$  dans la ferrite, au cours du chargement et après décharge, par une opération de moyenne des déformations élastiques appartenant à l'orientation  $\gamma$  considérée (à  $f = 0^\circ$  par exemple) et de projection normale aux plans diffractants :

$$\mathbf{e}_{fy} = \langle n_i \cdot \mathbf{e}_{ij} \cdot n_j \rangle,$$

où  $n_i = (\cos f \cdot \sin \gamma, \sin f \cdot \sin \gamma, \cos \gamma)$  est le vecteur de la direction de mesure pour la déformation des plans diffractants  $\mathbf{e}_{fy}$ .

En pratique, pour chaque couple  $f\gamma$ , on recherche un grain offrant un plan (parmi les multiplicités possibles de la même famille) en position de diffraction, et ceci à  $\pm 5^\circ$  près. Ensuite, il suffit de calculer la moyenne des déformations.

Dans la littérature, plusieurs travaux ont montré des ondulations sur les courbes  $e_{fy} = f(\sin^2 \gamma)$  obtenues par DRX, mais elles ont toutes été observées pour des matériaux initialement texturés et le plus souvent monophasés.

#### **Fraction volumique de cémentite f=0**

Une première série de déformations  $e_{fy}$  a donc été calculée par le modèle après décharge (cf figure IV-15a), en considérant une texture initiale de laminage et une fraction volumique de cémentite  $f = 0$  (plans {211}, dans la direction de traction  $f = 0^\circ$ ) : elles ont ensuite été comparées avec celles obtenues par [16] Baczmanski et [17] Krier (cf figure IV-15b).

La relation en  $\sin^2 \gamma$  n'est pas linéaire : des ondulations assez marquées traduisent l'hétérogénéité de la déformation plastique liée aux systèmes de glissement. La distribution des déformations  $e_{fy}$  en fonction des  $\sin^2 \gamma$  (ondulations) est relativement identique dans les deux cas, avec cependant une légère variation de leur intensité (maximum de 0,0008 avec notre modèle, contre 0,0005 avec celui de [17] Krier) : cette petite différence s'explique à la fois par la texture initiale de laminage qui n'est pas la même, et par la cission critique qui est beaucoup plus élevée pour notre matériau (275MPa contre 100MPa pour [17] Krier).

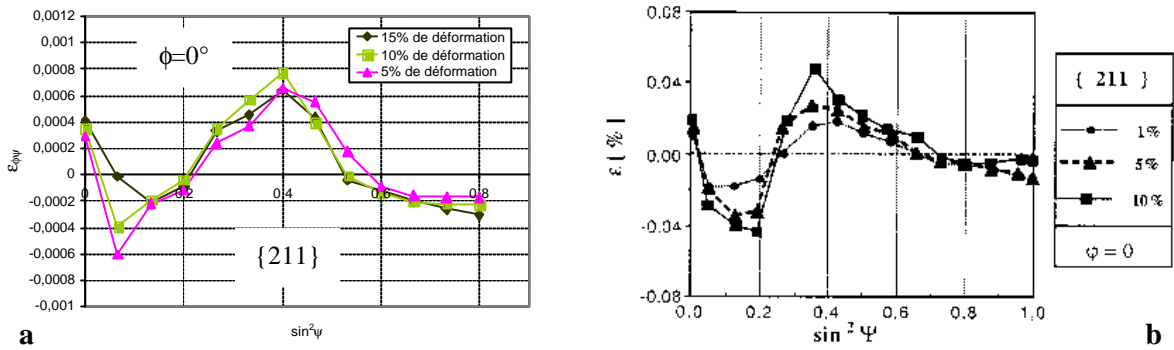


Figure IV-15 : déformations  $e_{fy}$  calculées après décharge

(essai de traction avec texture initiale de laminage CC)

a) Par notre modèle (-60°C) - b) Par le modèle autocohérent de [17] Krier

La pente obtenue est nulle, ce qui caractérise bien l'absence de contraintes résiduelles (ordre I) dans la ferrite, et traduit donc correctement l'absence de cémentite. Le niveau des déformations  $e_{fy}$  s'accroît également avec la déformation appliquée : c'est particulièrement évident au cours du chargement (avec de plus, des pentes de plus en plus grandes : cf figure IV-16a), traduisant ainsi un état de contrainte plus important dans le matériau.

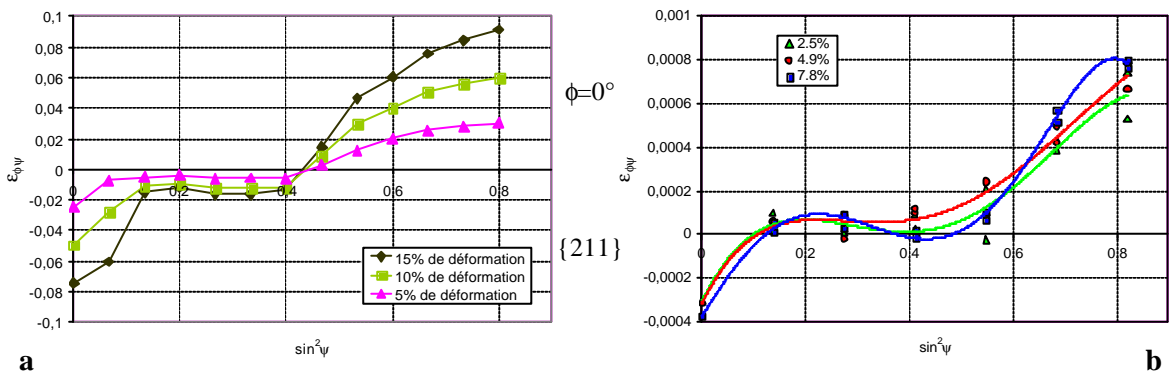


Figure IV-16 : déformations  $e_{fy}$  au cours du chargement a) Calculées avec notre modèle

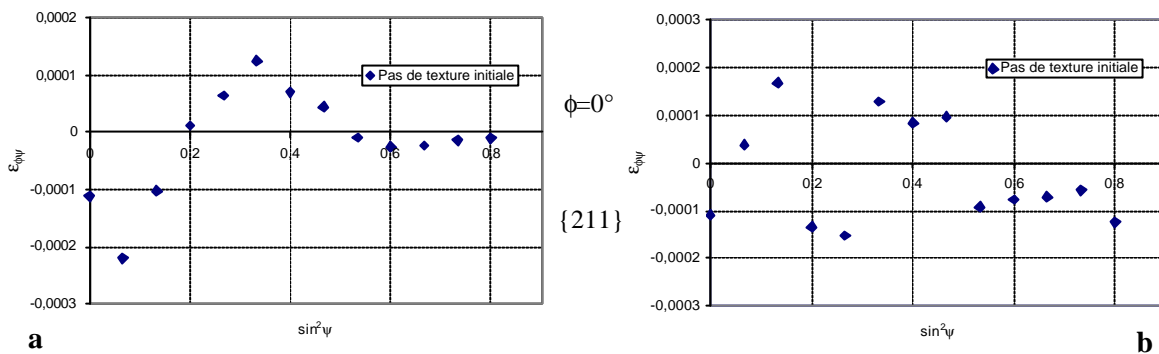
(traction à -60°C ; texture initiale de laminage) - b) Mesurées par DRX

([18] Inal *et al.* : traction à température ambiante sur un acier bas carbone IF laminé)

Les ondulations obtenues avec notre modèle ( $f=0$  ; texture initiale de laminage) sont donc conformes à celles obtenues au cours du chargement par [18] Inal *et al.* (cf figure IV-16b : mesures par DRX sur un acier bas carbone IF laminé à température ambiante), et après décharge par [17] Krier (cf figure IV-15b : modèle autocohérent), [18] Inal *et al.* et [16] Baczmanski (mesures par DRX + modèle). Elles nous permettent ainsi

de valider une nouvelle fois notre modèle en contraintes, mais cette fois-ci à l'échelle des orientations cristallographiques.

Lorsque nous considérons un matériau sans texture initiale, les ondulations observées après décharge sont moins marquées que celles obtenues pour un matériau laminé (cf figure IV-17a). Néanmoins, si le taux de déformation est trop élevé (taux qui n'est pas atteint expérimentalement, puisque la rupture a lieu avant), elles ne sont plus identiques : elles traduisent alors une hétérogénéité des déformations différente par orientations cristallographiques (cf figure IV-17b).



**Figure IV-17 : déformations  $e_{fy}$  calculées après décharge (essai de traction à  $-60^{\circ}\text{C}$ , sans texture initiale)**  
**a) 5% de déformation appliquée - b) 15% de déformation appliquée**

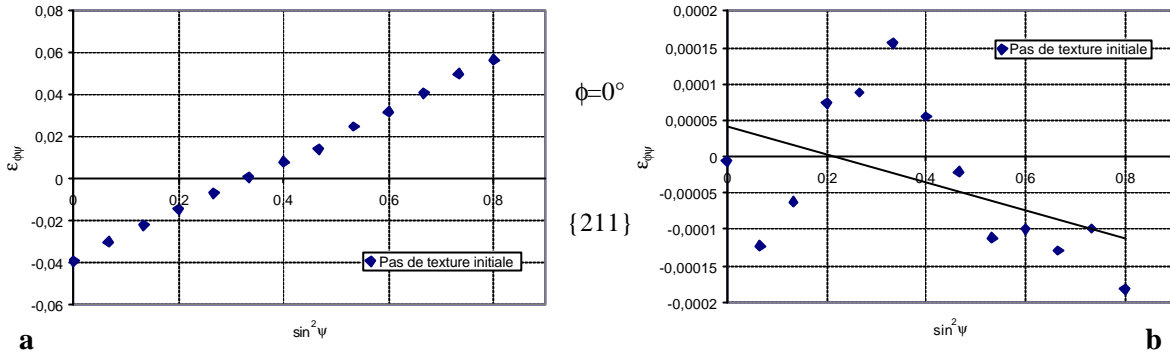
Examinons maintenant l'influence de la fraction volumique de cémentite.

### **Fraction volumique de cémentite $f=0.05$**

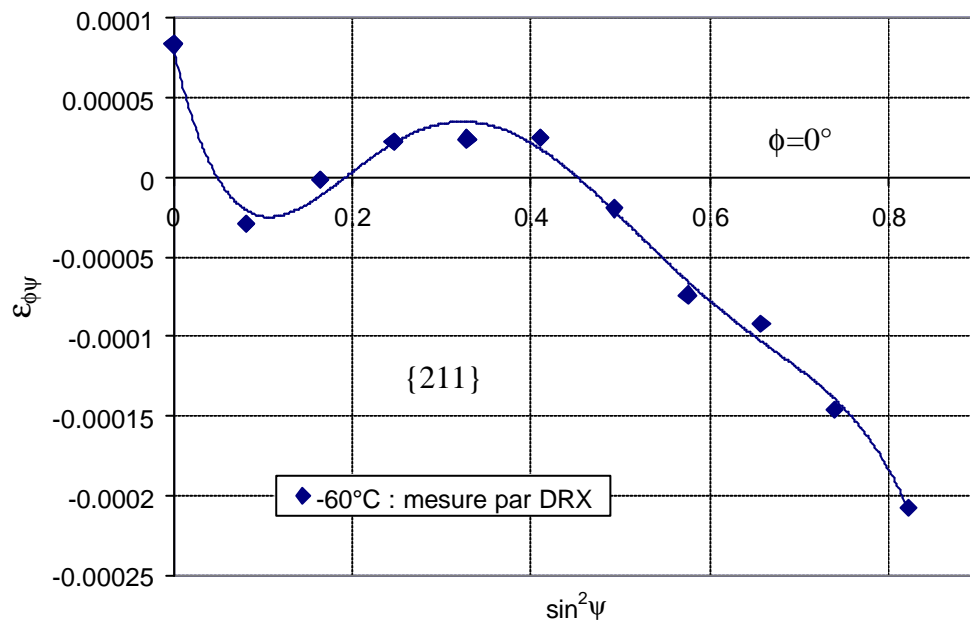
Les déformations  $e_{fy}$  obtenues en considérant cette fois-ci un matériau non texturé et une fraction volumique de cémentite  $f = 0,05$  lors d'un essai de traction à  $-60^{\circ}\text{C}$  (plans  $\{211\}$ , dans la direction de traction  $f = 0^{\circ}$ ), sont présentées à la figure IV-18.

Au cours du chargement, la pente moyenne obtenue est bien positive car la ferrite est en traction ; après décharge, elle devient négative, car elle est en relation avec l'état de compression résiduel dans cette phase. Le modèle reproduit donc bien les ondulations expérimentales obtenues par DRX, que ce soit au cours du chargement (leur amplitude est quasiment nulle, comme lors des essais in-situ à  $-150^{\circ}\text{C}$  (voir chapitre III)), mais également après décharge, lors d'essais de traction séquencés (charges/décharges) réalisés entre  $-150^{\circ}\text{C}$  et  $-60^{\circ}\text{C}$  : dans ce cas, elles sont quasiment identiques (deux optima

locaux en  $\sin^2 \psi \approx 0,12$  et  $\sin^2 \psi \approx 0,4$ ), même si le niveau des déformations  $e_{fy}$  varie légèrement ( $e_{fy}^{Modèle} > e_{fy}^{Expérience}$  : cf figures IV-18b et IV-19).



**Figure IV-18 : déformations  $e_{fy}$  calculées par le modèle a) Au cours du chargement - b) Après décharge (essai de traction à  $-60^\circ\text{C}$  : 8% de déformation appliquée, avec  $f=0,05$ )**



**Figure IV-19 : déformations  $e_{fy}$  mesurées par DRX lors d'un essai de traction à  $-60^\circ\text{C}$  (8% de déformation appliquée)**

Cette légère différence peut s'expliquer de plusieurs façons. Tout d'abord, l'orientation cristallographique des grains introduits dans le modèle n'est pas exactement la même que celle présente dans le matériau. Ensuite, notre matériau d'étude n'est pas tout à fait

isotrope, mais légèrement texturé (même si les rapports d'intensité obtenus lors des mesures par DRX sont inférieurs à 3 : voir chapitre III) : or, cette texture initiale peut avoir une influence sur les ondulations obtenues au cours du chargement et après décharge (voir annexe F). De plus, les déformations mesurées à la surface des éprouvettes par DRX subissent les « effets » de la surface libre (conditions limites), ce qui n'est pas le cas de celles prédites par le modèle. Enfin, il ne faut pas oublier non plus que cela reste un modèle ! Nous avons proposé ici une manière de retranscrire le biphasage du matériau, mais il reste très difficile de modéliser le grain bainitique (d'autant plus que l'on ne connaît pas la valeur exacte de la fraction volumique de cémentite), et de traduire en particulier les relations d'orientation qui existent dans les différents paquets à l'intérieur de l'ancien grain austénitique.



# Conclusion

---

Le modèle polycristallin développé permet de décrire le comportement de l'acier de cuve bainitique 16MND5 à différentes échelles (Mori-Tanaka/autocohérent), en partant de critères cristallographiques et en particulier d'un critère énergétique qui traduit l'activation de systèmes de glissement (élastoplasticité).

Après avoir identifié les différents paramètres ( $t_c^g$ ,  $h_1$  et  $h_2$ ) avec les essais de traction réalisés, il est ainsi capable de reproduire non seulement la distribution des états de contrainte dans chaque phase déterminés par DRX, mais aussi les déformations des plans diffractants  $e_{fy}$  (en considérant un matériau texturé, sans texture initiale ou avec une fraction volumique de cémentite non nulle).

Le type de modélisation proposé donne donc des résultats extrêmement satisfaisants et semble par conséquent bien adapté à la microstructure du matériau étudié, puisqu'il simule correctement le comportement du matériau, aussi bien à l'échelle macroscopique qu'à celle des orientations cristallographiques. Nous verrons au chapitre suivant s'il traduit aussi bien l'influence de la température, que ce soit sur les états de contrainte par phase et par orientations, ou sur le critère de rupture que nous avons introduit.





## Références

- [1] Franciosi P., Berveiller M. et Zaoui A., « *Latent hardening in copper and aluminum single crystals* », Acta Metallurgica 28, 1980, p. 273-283.
- [2] Franciosi P. et Zaoui A., « *Crystal hardening and the issue of uniqueness* », International Journal of Plasticity 7, 1991, p. 295-311.
- [3] Bunge H.J., « *Texture analysis in materials science - Mathematical Methods* », Butterworths Publishers, London, 1982.
- [4] Eshelby J.D., « *The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion and related problems* », Proceedings of the Royal Society of London A 241, 1957, p. 376-396.
- [5] Morris P.R., « *Elastic constants of polycrystals* », International Journal of Engineering Science 8 (Issue 1), 1970, p. 49-61.
- [6] Lebensohn R.A. et Tomé C.N., « *A self-consistent anisotropic approach for the simulation of plastic deformation and texture development of polycrystals: application to zirconium alloys* », Acta Metallurgica et Materialia 41 (Issue 9), 1993, p. 2611-2624.
- [7] Drapkin B.M. et Fokin B.V., « *On the Young's modulus of cementite* », The Physics of Metals and Metallography 49, 1980, p. 177-183.
- [8] Benveniste Y., « *A new approach to the application of Mori-Tanaka's theory in composite materials* », Mechanics of Materials 6 (Issue 2), 1987, p. 147-157.
- [9] Schjødt-Thomsen J. et Pyrz R., « *The Mori-Tanaka stiffness tensor: diagonal symmetry, complex fibre orientations and non-dilute volume fractions* », Mechanics of Materials 33 (Issue 10), 2001, p. 531-544.
- [10] Mori T. et Tanaka K., « *Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions* », Acta Metallurgica 21 (Issue 5), 1973, p. 571-574.
- [11] Hashin Z. et Strikman S., « *A variational approach to the theory of the elastic behaviour of polycrystals* », Journal of the Mechanics and Physics of Solids 10 (Issue 4), 1963, p. 343-352.
- [12] Hosford W.F., « *The mechanics of crystals and textured polycrystals* », Oxford University Press, New-York, 1993.
- [13] Berveiller M. et Zaoui A., « *An extension of the self-consistent scheme to plastically flowing polycrystals* », Journal of the Mechanics and Physics of Solids 26, 1979, p. 325-344.

- [14] Lipinski P. et Berveiller M., « *Elastoplasticity of micro-inhomogeneous metals at large strains* », International Journal of Plasticity 5, 1989, p. 149-152.
- [15] Schmitt C., Lipinski P. et Berveiller M., « *Micromechanical modelling of the elastoplastic behavior of polycrystals containing precipitates – Application to hypo- and hyper-eutectoid steels* », International Journal of Plasticity 13 (Issue 3), 1997, p. 183-199.
- [16] Baczmanski A., « *Microstresses in textured polycrystals studied by the multireflection diffraction method and self-consistent model* », Philosophical Magazine 1, 2003, p. 3225-3246.
- [17] Krier J., « *Influences des hétérogénéités élastoplastiques sur les contraintes du deuxième ordre dans les polycristaux métalliques mono- et polyphasés : calculs autocohérents - Mesures par diffraction X* », Rapport de thèse de l'Université de Metz, 1993.
- [18] Inal K., Lebrun J.L. et Belassel M., « *Mean second order stresses and strains in heterogeneous steels. Self-consistent modelling and X-ray diffraction analysis* », Metallurgical Transitions A, In press, 2004.

**Chapitre V**  
**Comportement et endommagement -**  
**Influence de la température**



---

## **Comportement et endommagement - Influence de la température**

---

De multiples essais de traction et analyses microscopiques et diffractométriques ont été réalisés entre  $-196^{\circ}\text{C}$  et  $-60^{\circ}\text{C}$ , afin de caractériser les différents modes de rupture de l'acier 16MND5. L'objectif principal est de déterminer tout particulièrement la nature des sites d'amorçage et les conditions de déclenchement des fissures, ainsi que l'influence de la température et la distribution des contraintes dans le matériau. Pour cela, toutes les éprouvettes testées ont été observées non seulement en surface, mais également au niveau des faciès de rupture. Des outils très performants (MEB, DRX, EBSD, essais in-situ) ont ainsi permis de mettre en évidence les différents mécanismes qui sont en jeu (microfissures, contraintes internes, plans de clivage), et d'établir par conséquent des critères décrivant le comportement et l'endommagement de l'acier bainitique 16MND5 à l'échelle cristallographique.

Nous verrons également si la modélisation polycristalline est capable de reproduire l'influence de la température constatée expérimentalement, à la fois sur les états de contrainte dans chaque phase, les déformations des plans diffractants  $e_{fy}$ , et la rupture du matériau (cette dernière peut être introduite par l'intermédiaire d'un critère de clivage microscopique, ou par un critère de rupture macroscopique dans la ferrite).



## A. Comportement et rupture de l'acier 16MND5 à basses températures

### A.1. Essais de traction

#### A.1.1. Essais séquencés à $-60^{\circ}\text{C}$ et $-80^{\circ}\text{C}$ : mode de rupture ductile

Plusieurs essais de traction séquencés à  $-60^{\circ}\text{C}$  ont été réalisés sur les deux matériaux d'étude (voir chapitre II), mais faute de matière, nous nous sommes ensuite concentrés sur le matériau de mise au point, et en particulier pour les essais à  $-80^{\circ}\text{C}$  avec la machine MTS de l'ENSAM de Metz, en maintenant les éprouvettes immergées dans un mélange carboglace + toluène (grâce à une enceinte isotherme protectrice construite en mousse expansive). Le principe est identique aux essais à  $-60^{\circ}\text{C}$  : chaque éprouvette a été préalablement cartographiée (longueur utile : 24mm), afin d'identifier les mécanismes et les sites à l'origine de l'initiation et de la propagation des fissures. Un essai a également été effectué en commun avec le LMS : des microgrilles ont permis de déterminer les champs de déformation locaux, autour des inclusions de MnS et à l'intérieur des différents paquets d'un ancien grain austénitique (voir annexe D).

Les états de contrainte dans le matériau sont représentés à la figure V-1.

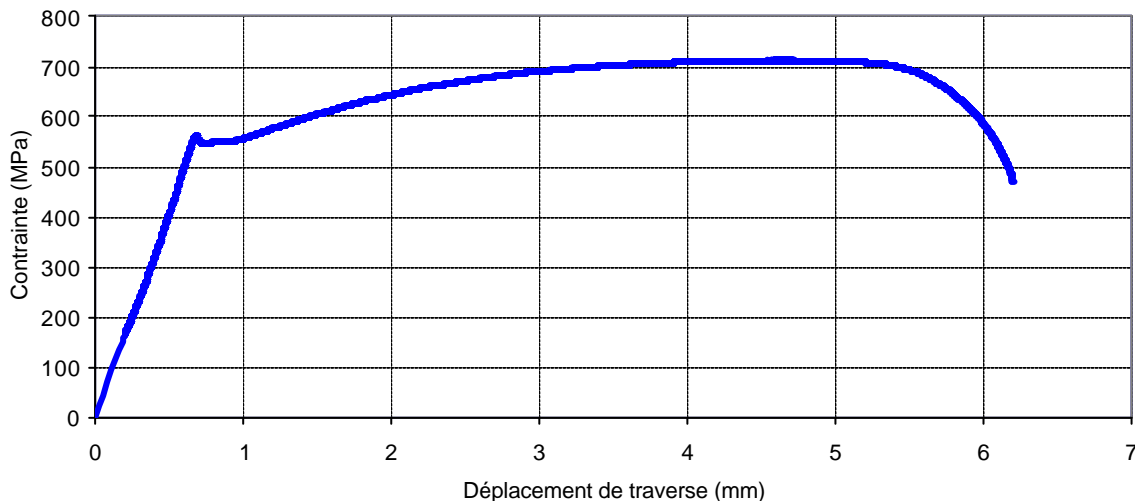


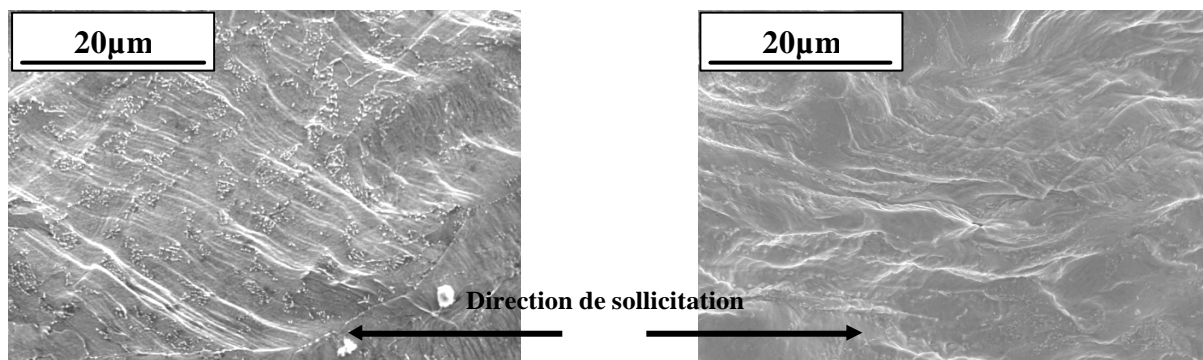
Figure V-1 : essai de traction réalisé à  $-80^{\circ}\text{C}$  (mélange toluène + carboglace)

L'extensomètre n'étant pas conçu pour supporter de telles températures, le déplacement de traverse est donné en abscisses à la place de la déformation. La limite d'élasticité est un peu plus élevée qu'à  $-60^{\circ}\text{C}$  (560MPa au lieu de 530MPa), tandis que l'allongement à rupture

est moins important (il correspond à environ 8% de déformation, contre 9,6% à -60°C) : c'est une conséquence directe de l'abaissement de la température.

### **Endommagement à -60°C (deux matériaux)**

Bien que la déformation plastique démarre plus tôt, les lignes de glissement ne deviennent visibles au MEB qu'à partir de 3% ou 4% de déformation : elles sont plus ou moins marquées à la surface des grains, sans doute à cause de leur orientation cristallographique (certaines orientations sont plus enclines à l'activité plastique que d'autres), et elles ne recouvrent alors qu'une petite partie de la surface des deux matériaux étudiés. Leur intensité augmente ensuite avec la déformation (cf figure V-2), si bien qu'après rupture, on ne parvient plus à distinguer la microstructure près du faciès de rupture : il devient alors difficile de retrouver les différents sites cartographiés à la surface des éprouvettes.



**Figure V-2 : lignes de glissement très marquées (16MND5 : 7% de déformation appliquée à -60°C)**

### **Acier 16MND5**

A la surface de l'acier 16MND5 qui est riche en sulfures de manganèse, d'autres mécanismes se déclenchent. En effet, les inclusions de MnS subissent une forte décohésion dès 1% de déformation, qui s'intensifie ensuite au cours du chargement (c'est particulièrement vrai pour les MnS sphériques) ; les MnS allongés sont même préalablement fissurés en de multiples endroits, si bien que plusieurs d'entre eux ont même été en partie expulsés du matériau, à la suite de l'ouverture de certaines fissures (voir chapitre II).

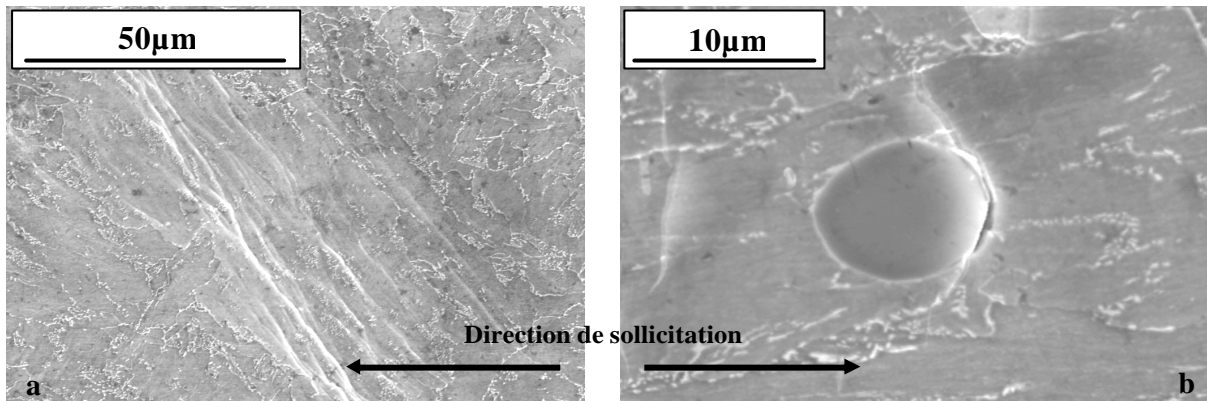
L'observation du faciès de rupture révèle que cette dernière est 100% ductile, avec de nombreuses fissures (certaines sont très importantes, puisqu'elles dépassent 300µm) et cavités



sphériques, au fond desquelles se trouvent des résidus de MnS qui ont subi une forte décohésion.

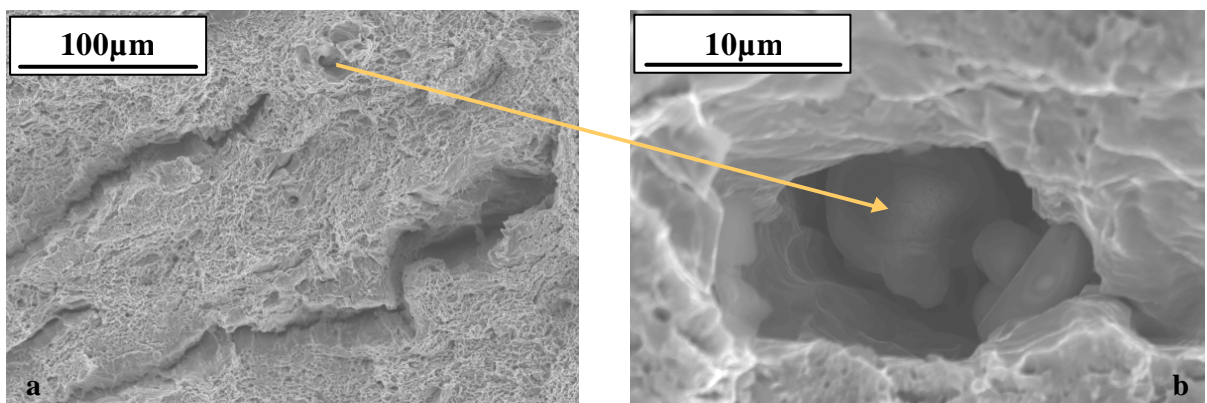
### **Matériau de mise au point**

Comme pour l'acier 16MND5, l'activité plastique est importante à la surface du matériau (cf figure V-3a) et les seules inclusions de MnS présentes montrent des traces de décohésion (MnS sphériques de très petite taille cf figure V-3b).



**Figure V-3 : matériau de mise au point (-60°C) a) Activité plastique - b) Décohésion d'un MnS sphérique**

Le mode de rupture est également entièrement ductile (cf figure V-4a), avec moins de fissures et très peu de cavités (car les MnS sont quasi-inexistants : cf figure V-4b) ; par contre, la déformation à rupture est moins importante que pour l'acier 16MND5 (voir chapitre II).



**Figure V-4 : matériau de mise au point (-60°C) a) Faciès de rupture ductile - b) Cavité + MnS**

Plusieurs essais de traction séquencés ont également été réalisés sur des éprouvettes de traction plates, préalablement entaillées (cf figure V-5) dans le but de localiser la déformation et d'augmenter la triaxialité des contraintes (et donc favoriser la rupture par clivage).

Epaisseur : 1.5mm

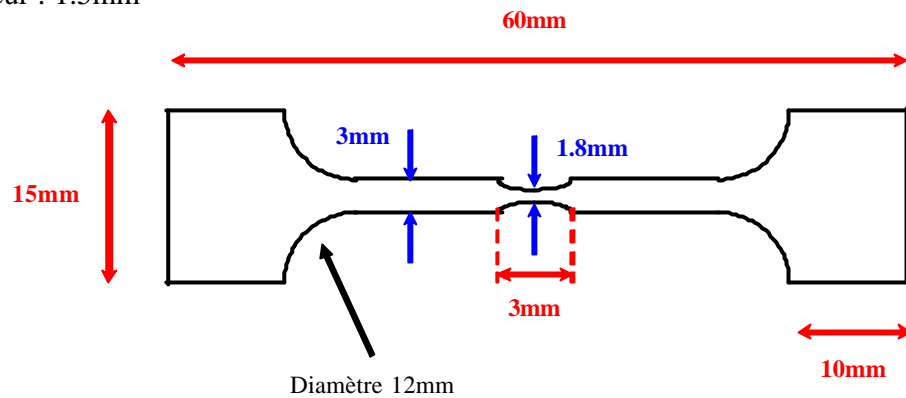


Figure V-5 : dimensions des éprouvettes entaillées

S'il y a bien concentration de contrainte à fond d'entaille - la rupture s'est produite pour 5% de déformation (le calcul de la déformation a été réalisé par éléments finis, en fonction de la géométrie de l'entaille) alors qu'elle survient après 9,6% dans le cas des éprouvettes non entaillées -, elle n'est toutefois pas suffisante pour induire un mode de rupture fragile. En effet, le faciès reste globalement ductile (cf figure V-6), avec la présence de quelques facettes de clivage (environ 10 %), très peu de fissures et quasiment aucune cavité (pas de MnS).

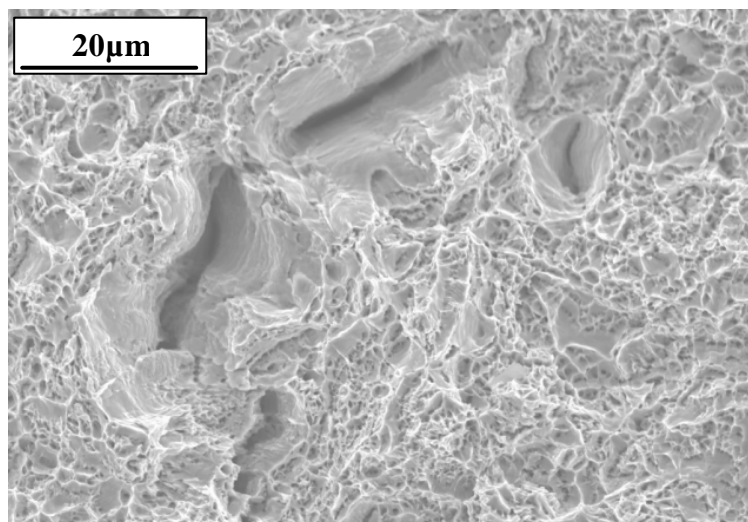
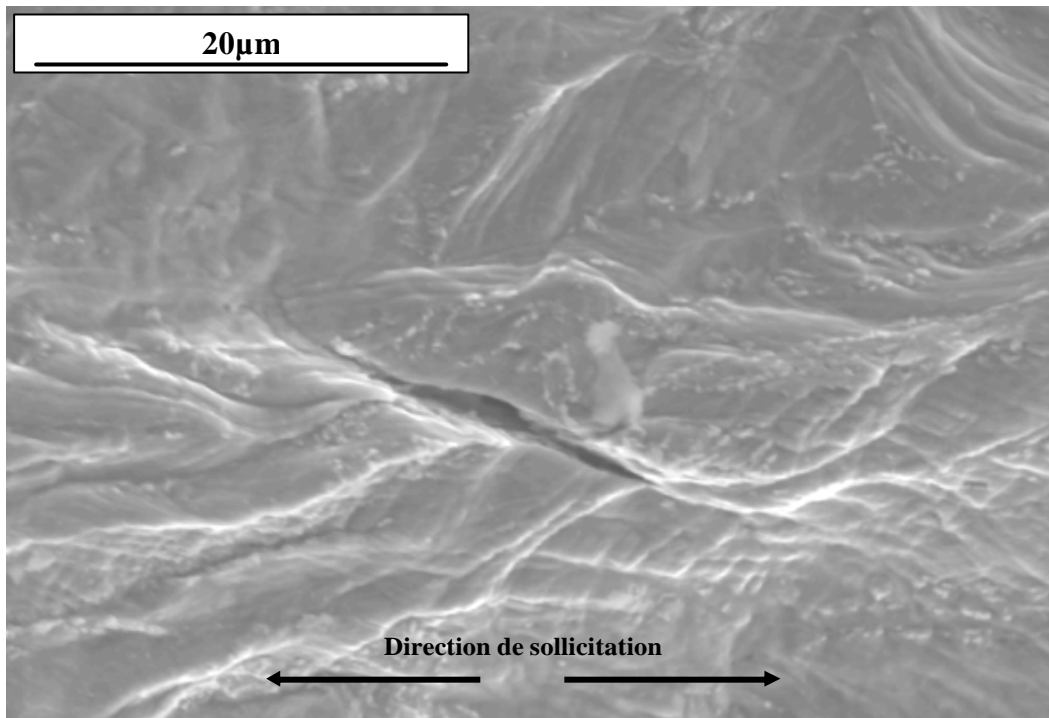


Figure V-6 : faciès de rupture ductile (éprouvette entaillée : matériau de mise au point à -60°C)

Contrairement aux éprouvettes non entaillées utilisées précédemment, les lignes de glissement à la surface des éprouvettes sont observables au MEB dès 2% de déformation

(concentration de contrainte due à l'entaille) : l'activité plastique devient rapidement très importante entre les deux entailles, si bien que la microstructure ne se distingue quasiment plus.

Plusieurs microfissures sont également présentes à la surface des éprouvettes (cf figure V-7).



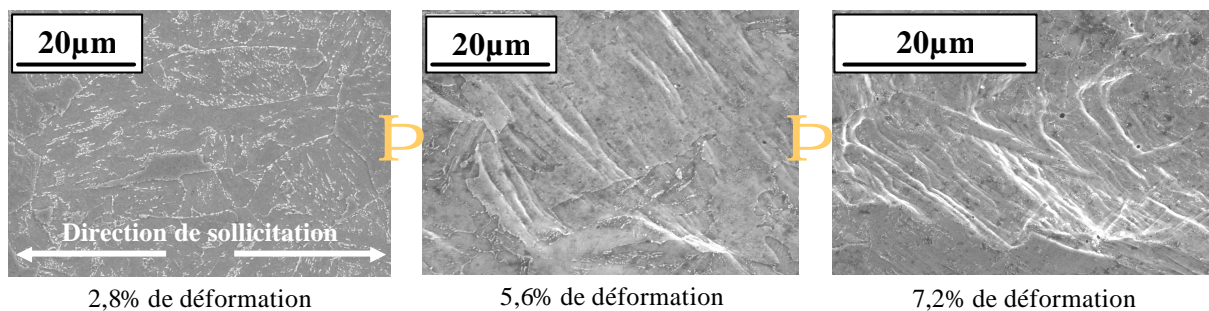
**Figure V-7 : microfissure à la surface d'une éprouvette (matériau de mise au point à  $-60^{\circ}\text{C}$ ) :  
fissuration de la matrice ou présence de MnS sous la surface du matériau ?**

Le séquençage de ces essais de traction ne permet pas de déterminer s'il s'agit d'une fissuration de la matrice, ou bien si elles résultent de la présence de sulfures de manganèse (subissant par exemple un endommagement assez important) se trouvant à proximité sous la surface du matériau.

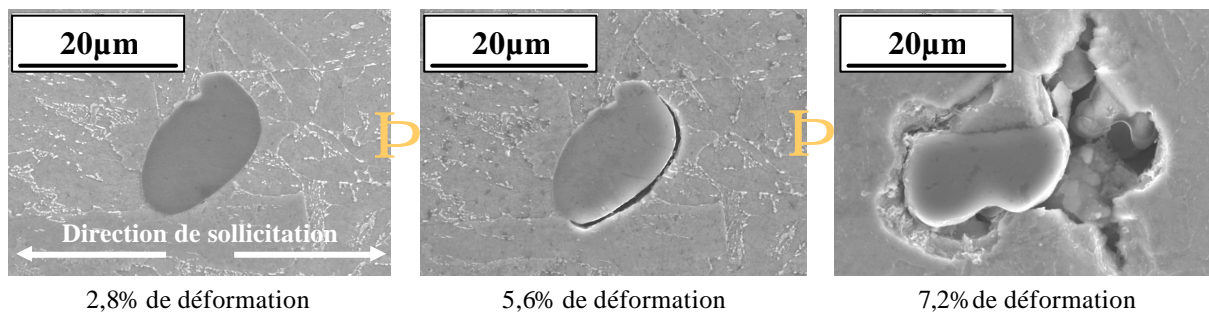
### **Endommagement à $-80^{\circ}\text{C}$**

L'endommagement du matériau de mise au point à cette température est en tout point identique à celui observé au MEB à  $-60^{\circ}\text{C}$ . A la surface, l'activité plastique s'intensifie avec le chargement (cf figure V-8) ; il n'y a aucune trace de fissuration de la matrice bainitique avant rupture.

De très petits MnS sont visibles (leur diamètre est de l'ordre de  $5\mu\text{m}$  à  $15\mu\text{m}$ ). Contrairement aux essais précédents, ces inclusions sont fissurées (à  $-60^\circ\text{C}$ , seuls les MnS allongés l'étaient) après avoir subi une très forte décohésion, ce qui peut conduire à leur expulsion (en partie) hors du matériau (cf figure V-9 et voir chapitre II) : les « cavités » qui en résultent peuvent jouer un rôle dans l'amorçage des microfissures (champs de déformation locaux sont très importants : voir microgrilles en annexe D), comme sources de concentration de contrainte (cela reste toutefois à vérifier).



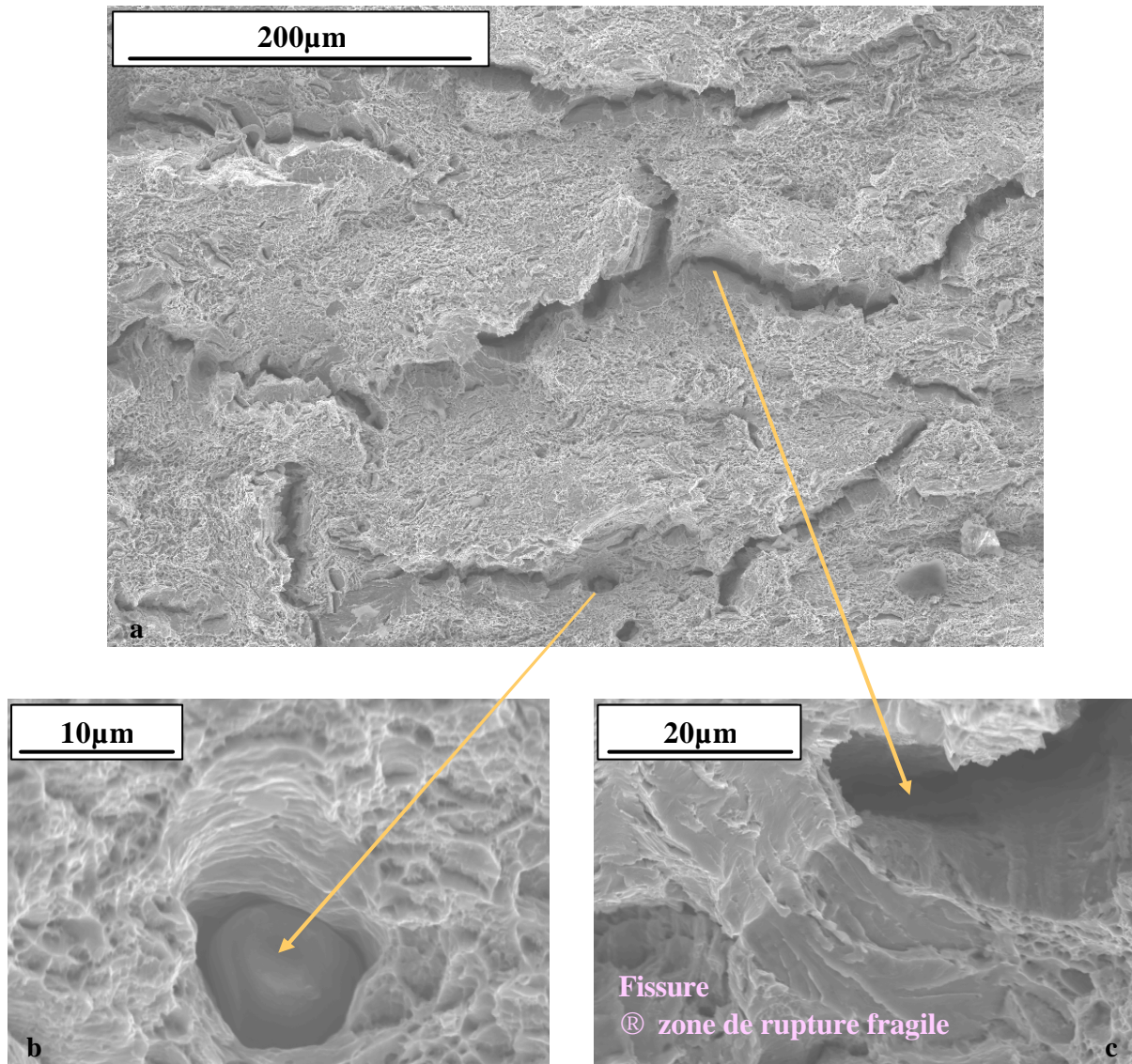
**Figure V-8 : évolution de l'activité plastique dans un même grain au cours du chargement**  
(surface des éprouvettes : matériau de mise au point à  $-80^\circ\text{C}$ )



**Figure V-9 : évolution de l'endommagement des MnS**  
(surface des éprouvettes : matériau de mise au point à  $-80^\circ\text{C}$ )

Le faciès de rupture reste globalement ductile (cf figure V-10). Il est quasi-identique à celui observé lors des essais de traction à  $-60^\circ\text{C}$ , avec la présence de multiples cupules caractéristiques du mode de rupture ductile, de nombreuses fissures qui présentent des traces de rupture fragile sur leurs parois (observables en inclinant l'échantillon d'un angle adéquat) et de quelques cavités sphériques dont le diamètre est très petit (peu de MnS dans le matériau).





**Figure V-10 : matériau de mise au point à -80°C a) Faciès de rupture ductile  
b) Cavité avec un MnS sphérique - c) Fissure présentant des traces de rupture fragile**

#### A.1.2. Essais de traction séquencés à -120°C et -150°C

Les essais de traction à -120°C et -150°C ont été réalisés à l'IRSID (matériau de mise au point uniquement, pour les mêmes raisons que celles énoncées précédemment), avec une machine équipée d'une enceinte thermique pouvant descendre jusqu'à -150°C. Plusieurs thermocouples ont été placés sur les éprouvettes et dans l'air ambiant, afin de contrôler l'uniformité de la température lors du refroidissement ; une fois la température souhaitée atteinte, elle a été maintenue pendant 15 minutes, afin de refroidir les éprouvettes à cœur.

### Essais séquencés à -120°C

La limite d'élasticité (600MPa) et les états de contrainte dans le matériau sont encore un peu plus grands qu'à -60°C et -80°C (cf figure V-11), tandis que l'allongement à rupture est beaucoup moins important : ce sont bien les conséquences directes de la baisse de la température attendues (on se rapproche progressivement du domaine fragile).

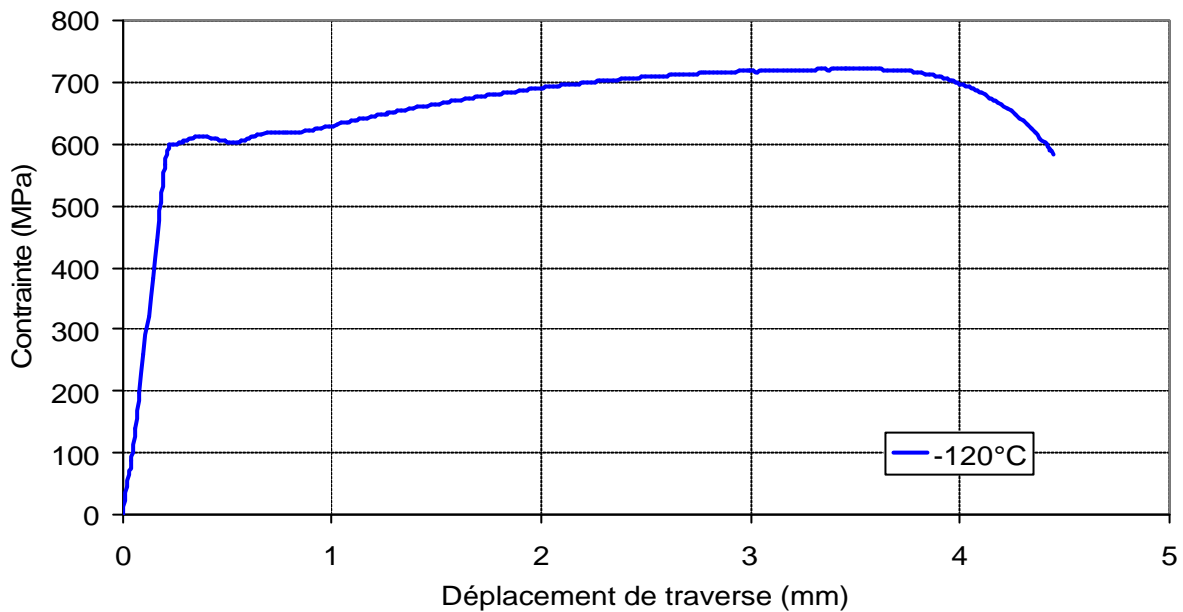


Figure V-11 : essai de traction réalisé à -120°C

### **Eprouvettes non entaillées**

La surface des éprouvettes a difficilement pu être observée au MEB, car la présence des thermocouples l'a beaucoup rayée. Néanmoins, les lignes de glissement semblent être moins marquées qu'aux températures plus élevées (elles ne sont pas présentées ici), quelques microfissures sont visibles sur le bord des éprouvettes et les MnS sphériques sont cette fois fissurés (cf figure V-12).

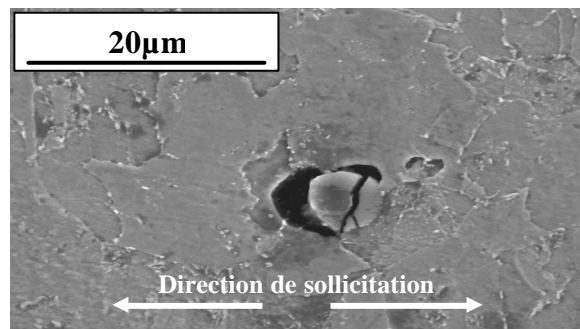
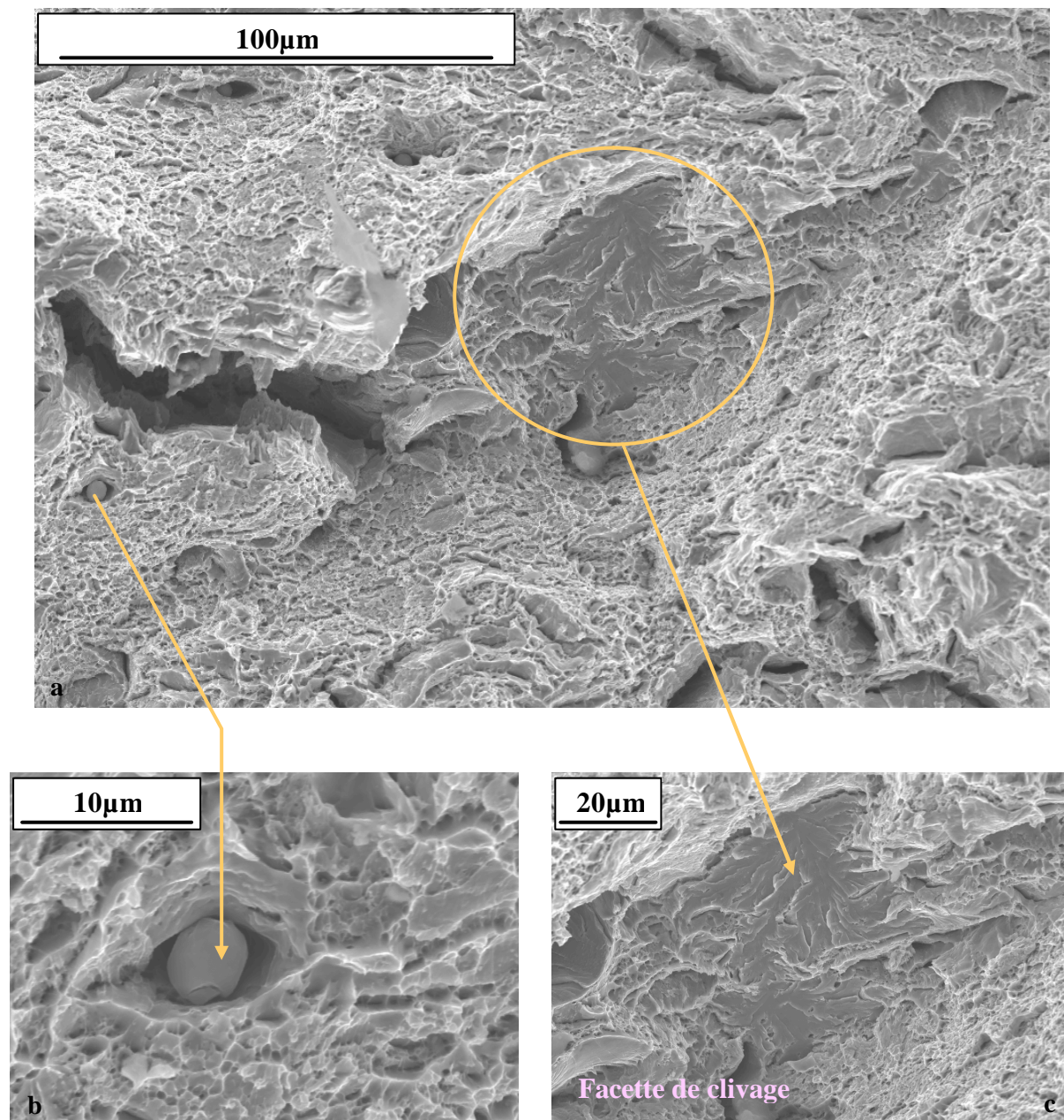


Figure V-12 : MnS fissuré  
(matériau de mise au point à -120°C)

Le faciès de rupture observé au MEB reste toujours globalement ductile (80%), avec de nombreuses fissures et des cavités sphériques dont le diamètre est inférieur à 20 µm



(cf figure V-13). Des zones fragiles sont également présentes par endroits (cf figure V-13c), sous la forme de facettes de clivage.



**Figure V-13 : matériau de mise au point à -120°C a) Faciès de rupture ductile  
b) Cavité avec un MnS sphérique - c) Facette de clivage (rupture fragile)**

Une température de -120°C n'est donc pas encore suffisante pour générer un mode de rupture fragile par clivage, même si la courbe de résilience aurait pu le laisser supposer (obtenues certes pour un autre type d'éprouvettes : voir chapitre II). Pour le favoriser, deux solutions sont envisageables : il s'agit soit de diminuer encore la température d'essai

pour atteindre le domaine fragile, soit de pratiquer des entailles afin d'augmenter la triaxialité des contraintes.

### Eprouvettes entaillées

Des entailles plus ou moins marquées (différents rayons d'entaille ont été testés) ont tout d'abord été pratiquées sur les éprouvettes. L'allongement à rupture devient beaucoup plus faible, car la contrainte à fond d'entaille est jusqu'à deux fois plus importante que la contrainte macroscopique (cela dépend du rayon d'entaille choisi : voir calculs numériques de [1] William Limousin).

Cependant, malgré les géométries d'entaille utilisées, le faciès de rupture change peu, avec seulement quelques zones de rupture fragile. A la surface des éprouvettes, des lignes de glissement et quelques microfissures sont visibles (cf figure V-14).

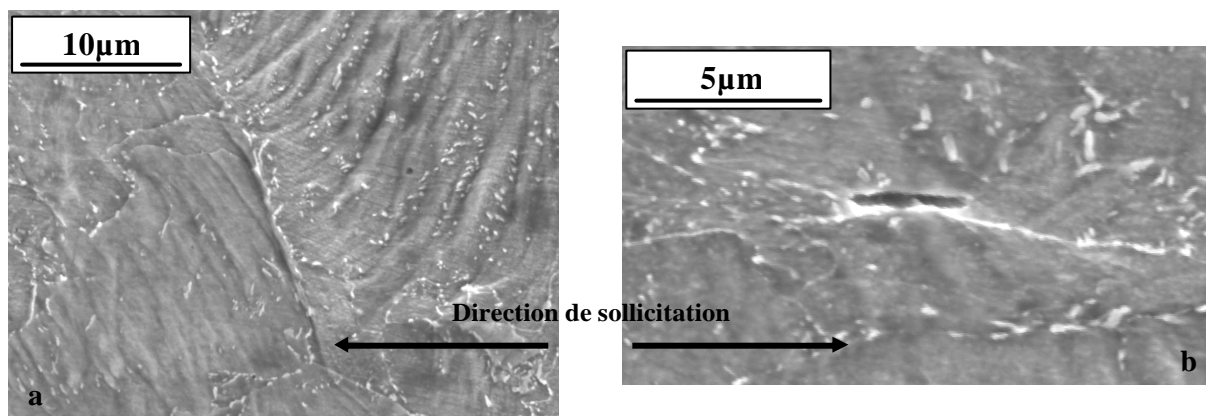


Figure V-14 : éprouvettes entaillées (matériau de mise au point à  $-120^{\circ}\text{C}$ )  
a) Lignes de glissement - b) Microfissure dans la matrice ?

#### A.1.2.2. Essais séquencés à $-150^{\circ}\text{C}$

Les entailles n'étant pas suffisantes pour générer du clivage, la température a donc été encore abaissée jusqu'à  $-150^{\circ}\text{C}$  ; les conditions expérimentales sont identiques aux précédentes (IRSID).

La limite d'élasticité et les états de contrainte ont par conséquent encore augmenté (cf figure V-15), mais l'allongement à rupture est très surprenant, puisqu'il est plus grand qu'à  $-120^{\circ}\text{C}$  : ne disposant plus de matière pour répéter l'essai, il reste donc difficile à



expliquer, d'autant plus qu'à basses températures, certains travaux sur la bainite ont montré une grande dispersion des résultats (en partie liée à la microstructure : inclusions, ...).

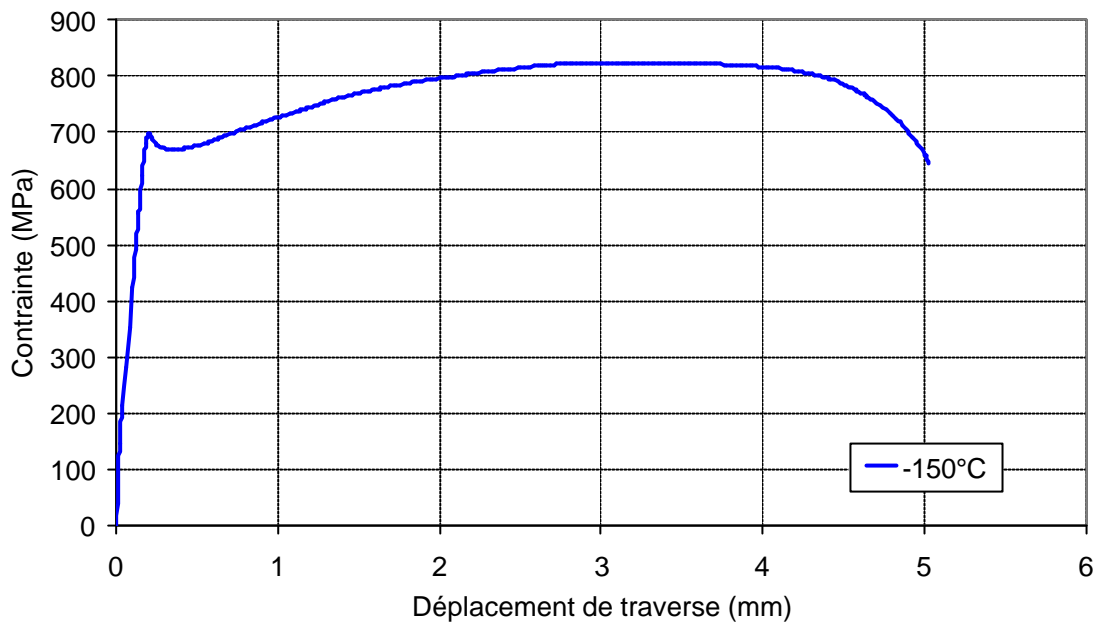


Figure V-15 : essai de traction réalisé à -150°C

Par contre, le faciès de rupture est enfin globalement fragile (80%), avec de nombreuses fissures transgranulaires et rivières de clivage : il subsiste tout de même quelques zones de rupture ductile par endroits (cf figure V-16), réparties de manière uniforme sur tout le faciès. Ces zones ductiles peuvent avoir précédé et même induit la rupture fragile de type clivage, comme cela a été observé dans d'autres matériaux (voir chapitre I).

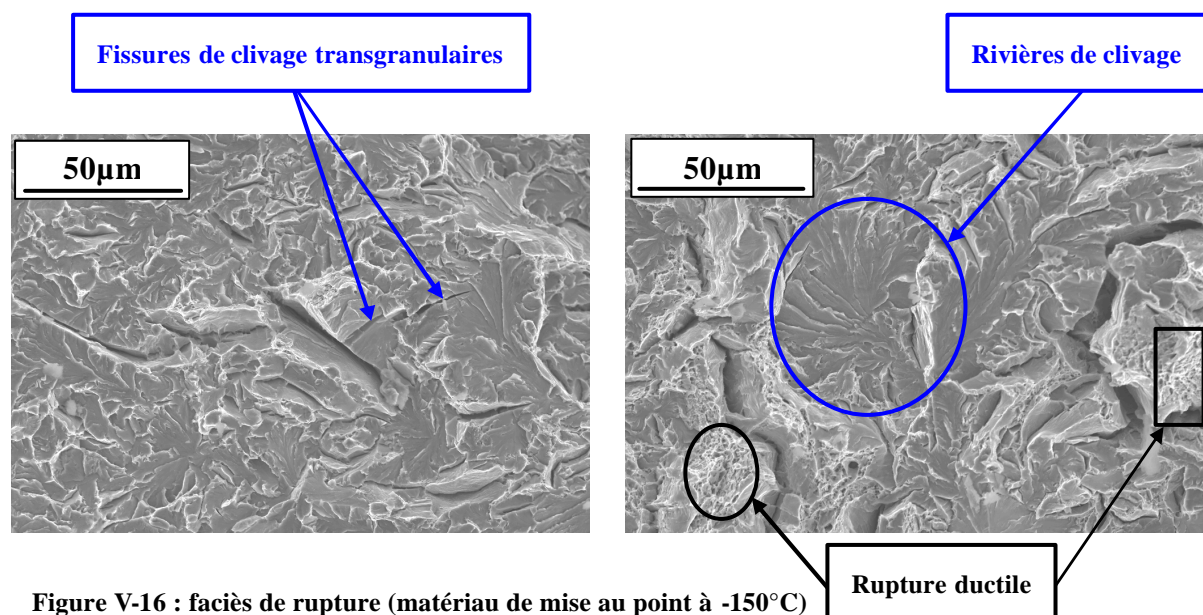
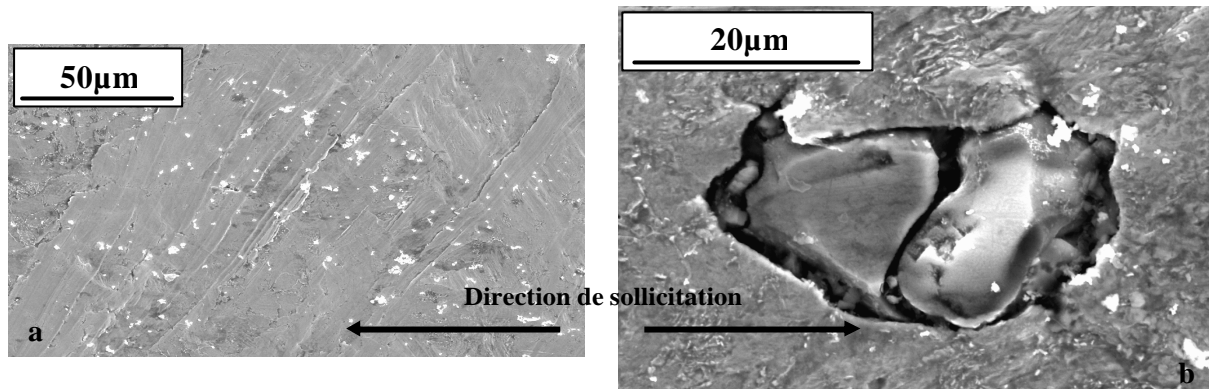


Figure V-16 : faciès de rupture (matériau de mise au point à -150°C)

A la surface des éprouvettes, les lignes de glissement et l'endommagement des MnS sont identiques à ceux observés à  $-120^{\circ}\text{C}$  (cf figure V-17).



**Figure V-17 : surface des éprouvettes (matériau de mise au point à  $-150^{\circ}\text{C}$ )**  
**a) Lignes de glissement - b) MnS (fissuration + décohésion)**

Des essais ont également été réalisés sur des éprouvettes entaillées (différentes géométries d'entailles testées) : elles n'ont eu que peu d'influence sur le mode de rupture, puisqu'il subsiste toujours quelques zones de rupture ductile sur les faciès.

### **Essais de traction séquencés à $-196^{\circ}\text{C}$**

Ces essais de traction ont été réalisés sur le 16MND5 riche en MnS (malgré le peu d'éprouvettes disponibles, les essais réalisés sur ce matériau l'ont été parce que nous étions certains de générer du clivage) et sur le matériau de mise au point, à l'ENSAM de Metz.

#### **16MND5**

L'essai de traction effectué sur ce matériau l'a été avec un petit montage de traction de la taille des éprouvettes, plongée directement dans de l'azote liquide. Les MnS (sphériques et allongés, dans ce cas) présents à la surface de l'éprouvette sont fissurés en de multiples endroits (cf figure V-18), mais ils n'ont par contre subi quasiment aucune décohésion, compte tenu de la brutalité de la rupture à cette température (déformation à rupture estimée à moins de 2%). En outre, les lignes de glissement sont assez marquées (cf figure V-20a), même si elles ne sont visibles que dans certaines parties de l'éprouvette situées très près du faciès de rupture.

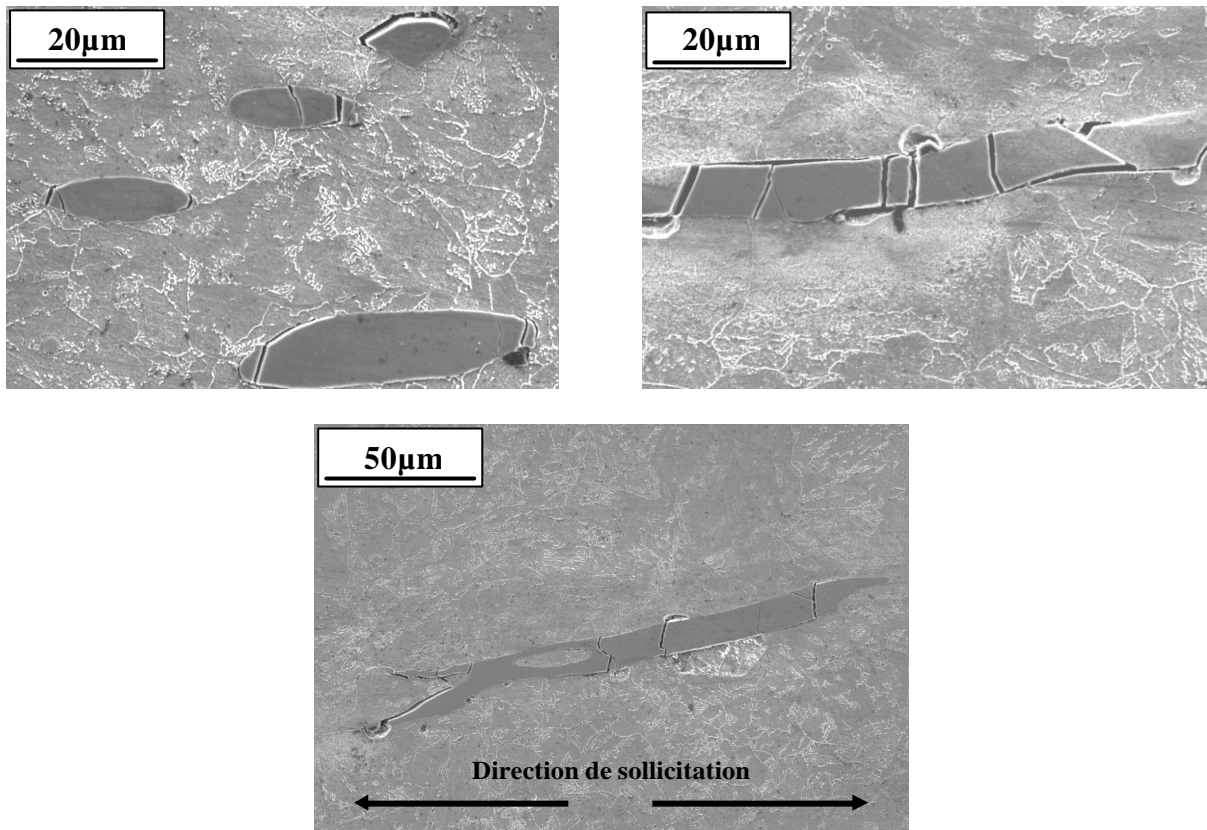


Figure V-18 : inclusions de MnS fissurés (16MND5 à -196°C)

A cette température, la rupture est entièrement fragile de type clivage (cf figure V-19 et voir chapitre II). L'observation du faciès de rupture révèle la présence de nombreuses fissures et rivières de clivage et la présence de rares MnS (contrairement à la rupture ductile) : la fissuration qu'ils ont subie a été si importante, que la plupart d'entre eux ont été « expulsés » du matériau, laissant place à des cavités (cf figure V-19b).

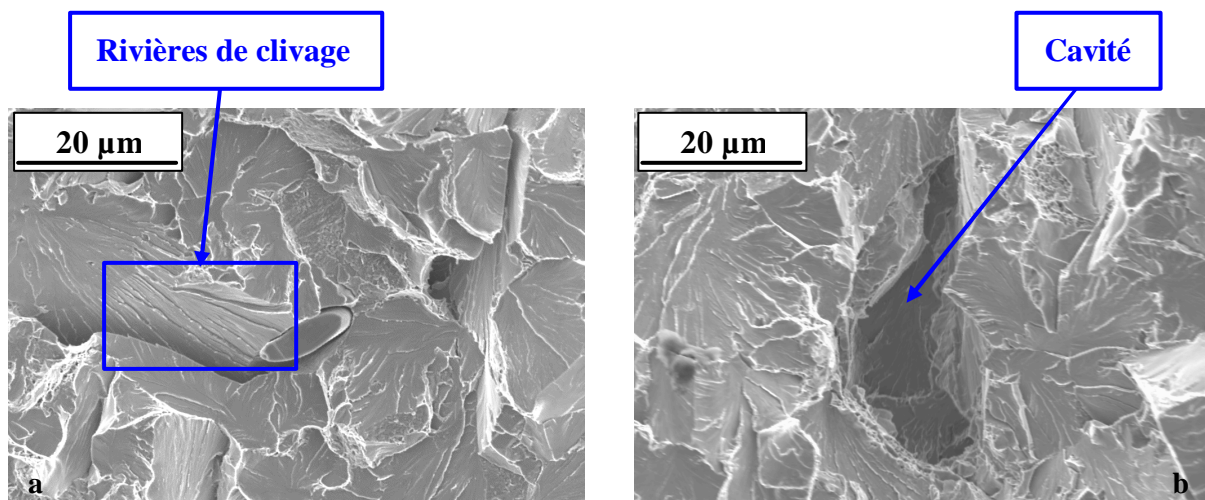


Figure V-19 : rupture fragile à -196°C (16MND5) a) MnS à proximité de rivières de clivage - b) Cavité

Un seul essai ayant pu être effectué sur ce matériau, il est très difficile de déterminer le rôle des MnS dans l'initiation du clivage, même si certaines rivières se trouvent parfois à proximité (cf figure V-19a). Les multiples fissures qui les recouvrent sont peut-être à l'origine d'une concentration de contrainte, tout comme les cavités résiduelles qui sont le résultat de leur expulsion du matériau.

### Matériau de mise au point

Plusieurs essais de traction ont été réalisés sur ce matériau, avec la machine de traction MTS (voir montage au chapitre II). Ils ont permis de mettre en évidence le même mode de rupture que sur le 16MND5, avec une activité plastique assez importante près du faciès et quelques fissures dans la matrice (cf figure V-20).

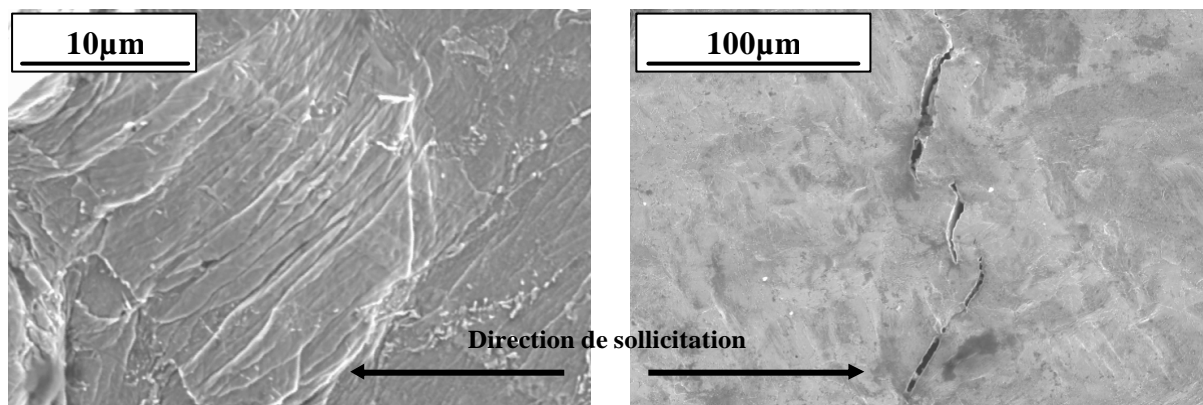


Figure V-20 : matériau de mise au point (-196°C) a) Lignes de glissement - b) Fissuration de la matrice

Nous avons également pratiqué des entailles à cette température : elles accentuent encore tous ces phénomènes, si bien que la rupture survient quasiment dès que la limite d'élasticité est dépassée.

Tous les essais séquencés qui ont été réalisés nous ont permis de déterminer le mode de rupture du matériau étudié, entre -196°C et -60°C. Toutefois, il a été difficile d'observer l'évolution de l'endommagement à la surface des éprouvettes et de comprendre les phénomènes qui sont à l'origine de la rupture du matériau (et en particulier le rôle de chaque élément microstructural) : c'est pourquoi nous avons effectué des essais de traction in-situ complémentaires.

#### A.1.4. Analyse EBSD du faciès de l'essai in-situ à -150°C

Plusieurs essais de traction in-situ ont ainsi été réalisés à -150°C, ce qui constitue la limite actuelle que peut atteindre la machine utilisée. Le principe de la technique a été exposé au chapitre II, tout comme les principaux résultats. Des entailles ont été pratiquées sur les éprouvettes, afin de localiser la déformation et concentrer nos observations sur la zone où va se déclencher la rupture : la forme de ces entailles a été définie par éléments finis, de manière à ce qu'elles puissent favoriser le clivage (voir travaux de [1] William Limousin). Pour rappels, le mode de rupture est mixte lors de ces essais in-situ à -150°C (ductile/fragile avec de multiples facettes de clivage : voir chapitre II), alors qu'il est principalement fragile lors des essais interrompus réalisés à l'IRSID à cette même température : c'est un aspect très intéressant, qui peut s'expliquer par la dispersion assez importante des résultats constatée expérimentalement. L'amorçage de la fissure à l'origine de la rupture du matériau a pu être observée avec précision (voir chapitre II) : elle s'est déclenchée au voisinage d'une facette de clivage (site d'initiation ?) au centre des deux entailles, et s'est ensuite propagée.

L'EBSD doit nous permettre d'identifier les plans de clivage présents sur le faciès de rupture, et en particulier celui qui a initié la fissure principale (cf figure V-21a), et donc de vérifier s'il s'agit bien de plans {100}, comme cela a déjà été démontré dans beaucoup de travaux sur la ferrite (et plus généralement les matériaux à structure cubique centré ([2] Lambert et [3] Haušild).

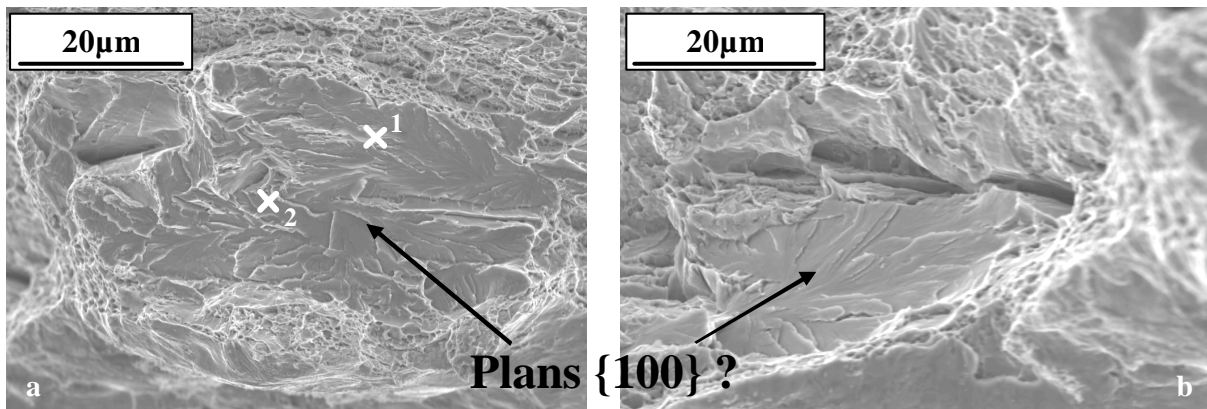
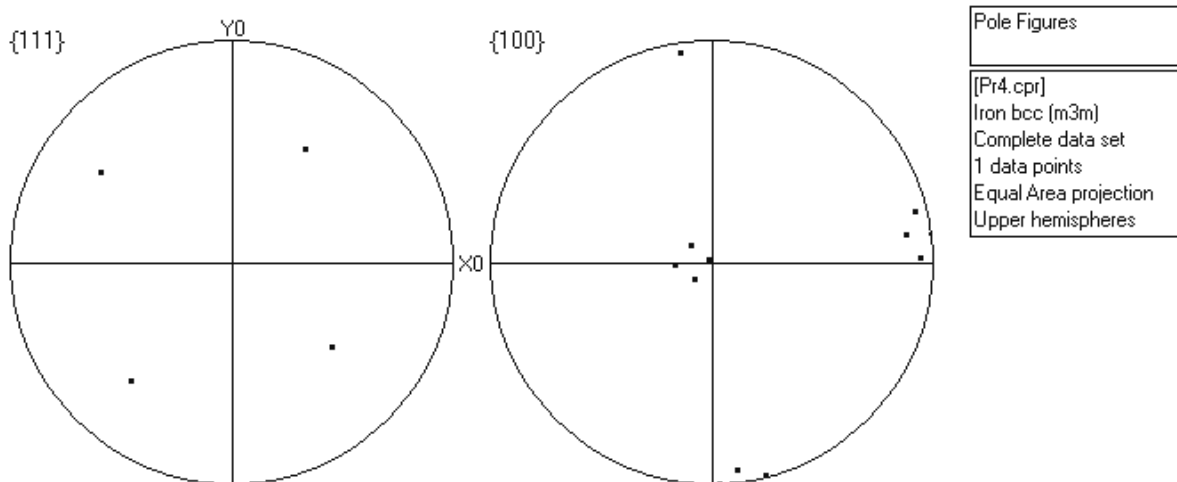
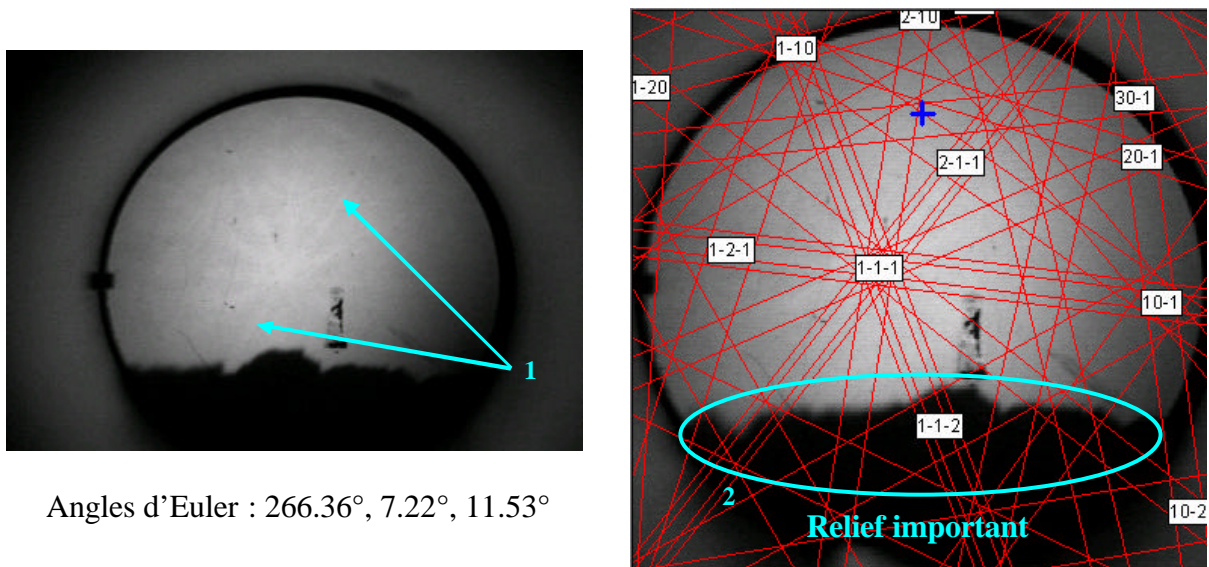


Figure V-21 : facettes de clivage sur le faciès de rupture  
1 et 2 - Pointés réalisés par EBSD

Plusieurs pointés ont donc été effectués sur la facette qui nous intéresse, afin de déterminer le plan de clivage qui lui est associé. Ces manipulations se sont avérées délicates et



finalement extrêmement compliquées, car le faciès de rupture n'est pas parfaitement plat : en effet, le « relief » très important qu'il présente rend tout d'abord difficile l'obtention de l'inclinaison de 70° nécessaire entre le faisceau d'électrons émis et l'échantillon, puis constitue un obstacle potentiel au cheminement des électrons diffractés. Malgré toutes ces difficultés (et après plusieurs jours de tests), nous avons tout de même réussi à indexer deux clichés de lignes de Kikuchi, dont l'une est présentée à la figure V-22 : les angles d'Euler (proches de l'orientation 270°, 0°, 0°) et la figure de pôles qui lui sont associés, permettent d'identifier un plan de clivage de type {100}.



**Figure V-22 : cliché EBSD et figure de pôles associée correspondant à la facette de clivage analysée**  
**1- Lignes de Kikuchi ; 2- Relief du faciès de rupture constituant un obstacle aux électrons diffractés**

Même si deux pointés (effectués sans aucun doute avec la bonne inclinaison de  $70^\circ$  : cf figure V-21a) ont permis d'obtenir des clichés qui ont pu être indexés, il est néanmoins impossible d'obtenir une cartographie complète de la facette de clivage (et donc à fortiori du faciès tout entier) avec ce type de manipulations (essai in-situ jusqu'à rupture + EBSD sur le faciès). Certains auteurs y sont néanmoins parvenus, en combinant diverses techniques très élaborées : [2] Lambert a ainsi pu déterminer par EBSD l'orientation de chaque paquet bainitique présent sur une section présentant des facettes de clivage (vérifiant au passage que les plans de clivage sont bien du type  $\{100\}$  : cf figure V-23), en détectant tout d'abord l'initiation de fissures de clivage par émission acoustique (sans aller par conséquent jusqu'à la rupture de l'échantillon), puis en effectuant des essais de fatigue, de manière à se procurer un faciès «relativement plan» (plus de problème par conséquent pour incliner l'échantillon de  $70^\circ$ , ni d'obstacle au cheminement des électrons rétro-diffusés).

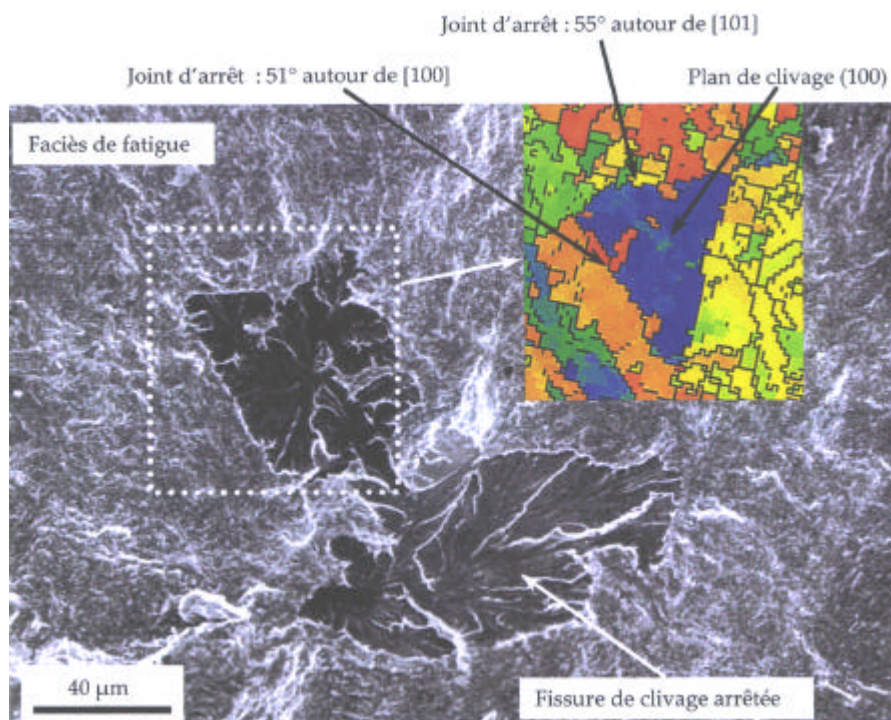
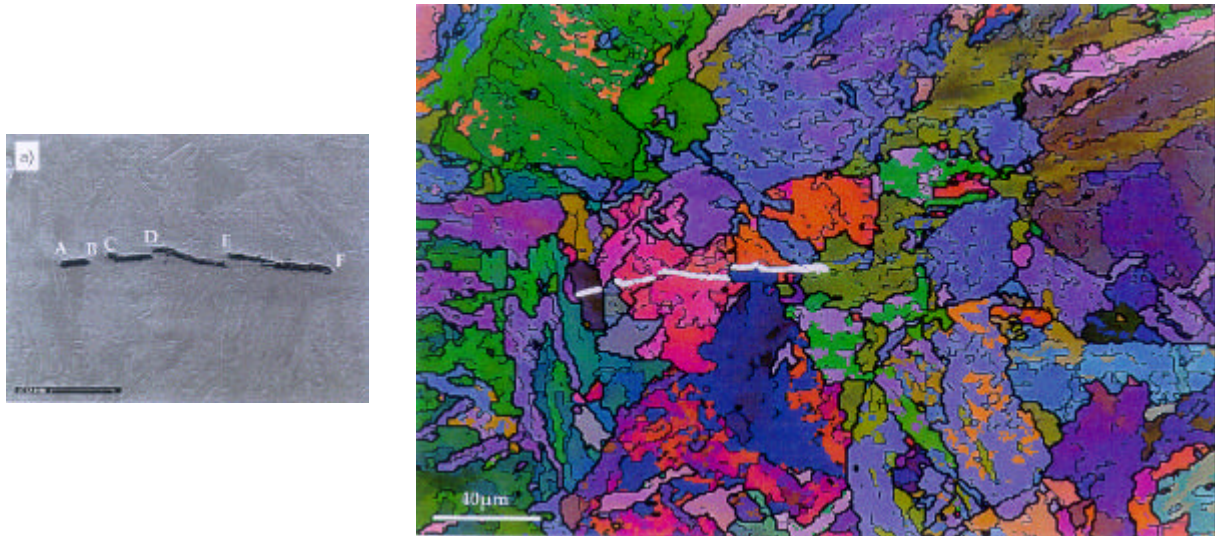


Figure V-23 : plan de clivage de type  $\{100\}$  identifié par EBSD dans un paquet bainitique ([2] Lambert)

L'EBSD est également un outil très intéressant pour cartographier la surface des éprouvettes, à partir de l'orientation cristallographique des différents paquets bainitiques, grains, ... ([3] Haušild, [4] Bouyne *et al.*). Il devient alors possible de suivre la propagation des fissures, et de déterminer des critères en fonction de la désorientation entre ces paquets :

c'est ce qu'a démontré [2] Lambert dans une bainite (cf figure V-24), en montrant que les fissures semblent déviées ou même stoppées dès que la désorientation dépasse 30°.



**Figure V-24 : propagation de fissures en fonction de l'orientation cristallographique des paquets traversés ([2] Lambert)**

Plusieurs manipulations de ce type ont été réalisées sur l'éprouvette rompue à  $-150^{\circ}\text{C}$ . Malheureusement, la légère striction due à l'entaille (toujours le problème de l'inclinaison de  $70^{\circ}$  d'une surface plane) ainsi que la forte activité plastique à la surface du matériau limitent en partie l'indexation des clichés : elle n'est pas encore suffisante (de 50% à 60%, pour l'instant), pour pouvoir donner un résultat sans une marge d'erreur trop importante. Néanmoins, plusieurs travaux sont actuellement en cours pour essayer de réduire et/ou passer outre ces obstacles à l'indexation : d'autres manipulations sont également programmées, certaines même avec des appareillages différents (MEB-FEG, ...).

## **A.2. Analyse de contraintes par DRX**

Parallèlement à l'observation microscopique des éprouvettes déformées, des analyses de contraintes ont été effectuées dans la ferrite après décharge, afin de déterminer le comportement de chaque phase et éventuellement d'associer à chaque mécanisme rencontré (apparition de lignes de glissement, rupture d'une particule, fissuration de la matrice, ...) une valeur de contrainte.



Plusieurs analyses de contraintes ont été réalisées après décharge, lors des essais de traction sur le 16MND5 et le matériau de mise au point à différentes températures : elles ont permis de déterminer les contraintes résiduelles dans la phase ferritique, puis les contraintes internes dans chaque phase (cf tableau 1 et chapitre III).

	<b>Déformation macroscopique appliquée (%)</b>	<b>Contraintes résiduelles (MPa)</b>	<b>Contraintes internes par phase au dernier point de charge (MPa)</b>
<b>Essai de traction à -60°C</b>	2	$s_{Fe}^{IR} = -5 \pm 20$ $s_{Fe_3C}^{IR} = 95$	$s_{Fe}^I = 500$ $s^I = 505$ $s_{Fe_3C}^I = 600$
	6,5	$s_{Fe}^{IR} = -80 \pm 20$ $s_{Fe_3C}^{IR} = 1520$	$s_{Fe}^I = 541$ $s^I = 621$ $s_{Fe_3C}^I = 2141$
	11,9	$s_{Fe}^{IR} = -105 \pm 30$ $s_{Fe_3C}^{IR} = 1995$	$s_{Fe}^I = 545$ $s^I = 650$ $s_{Fe_3C}^I = 2645$
<b>Essai de traction à -80°C</b>	2,5	$s_{Fe}^{IR} = -40 \pm 20$ $s_{Fe_3C}^{IR} = 760$	$s_{Fe}^I = 604$ $s^I = 644$ $s_{Fe_3C}^I = 1404$
	7	$s_{Fe}^{IR} = -85 \pm 20$ $s_{Fe_3C}^{IR} = 1615$	$s_{Fe}^I = 608$ $s^I = 693$ $s_{Fe_3C}^I = 2308$
<b>Essai de traction à -196°C</b>	0,95	$s_{Fe}^{IR} = -70 \pm 30$ $s_{Fe_3C}^{IR} = 1330$	$s_{Fe}^I = 1003$ $s^I = 1073$ $s_{Fe_3C}^I = 2403$
	2,6	$s_{Fe}^{IR} = -150 \pm 30$ $s_{Fe_3C}^{IR} = 2850$	$s_{Fe}^I = 1012$ $s^I = 1162$ $s_{Fe_3C}^I = 4012$

**Tableau 1 : détermination des contraintes par phase lors d'essais de traction à plusieurs températures (matériau de mise au point)**

Il est ensuite possible d'en déduire la distribution des contraintes dans chaque phase du matériau, lors de ces essais de traction (voir -60°C au chapitre III). A plus basses températures (cf figures V-25 et V-26), la cémentite est beaucoup plus chargée (la limite d'élasticité du

matériau augmente) et l'écart de contrainte entre la ferrite et la bainite est plus important : c'est d'ailleurs bien ce que prédit le modèle ! (voir chapitre IV).

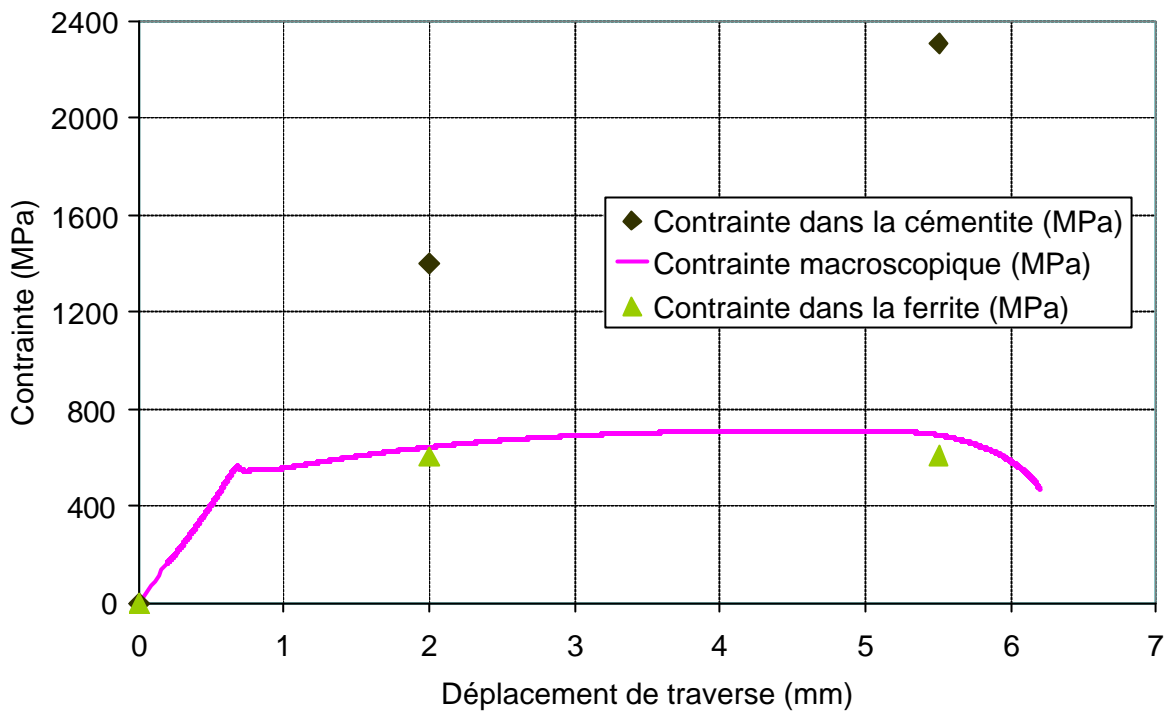


Figure V-25 : détermination des contraintes par phase lors d'un essai de traction à  $-80^{\circ}\text{C}$  (matériau de mise au point)

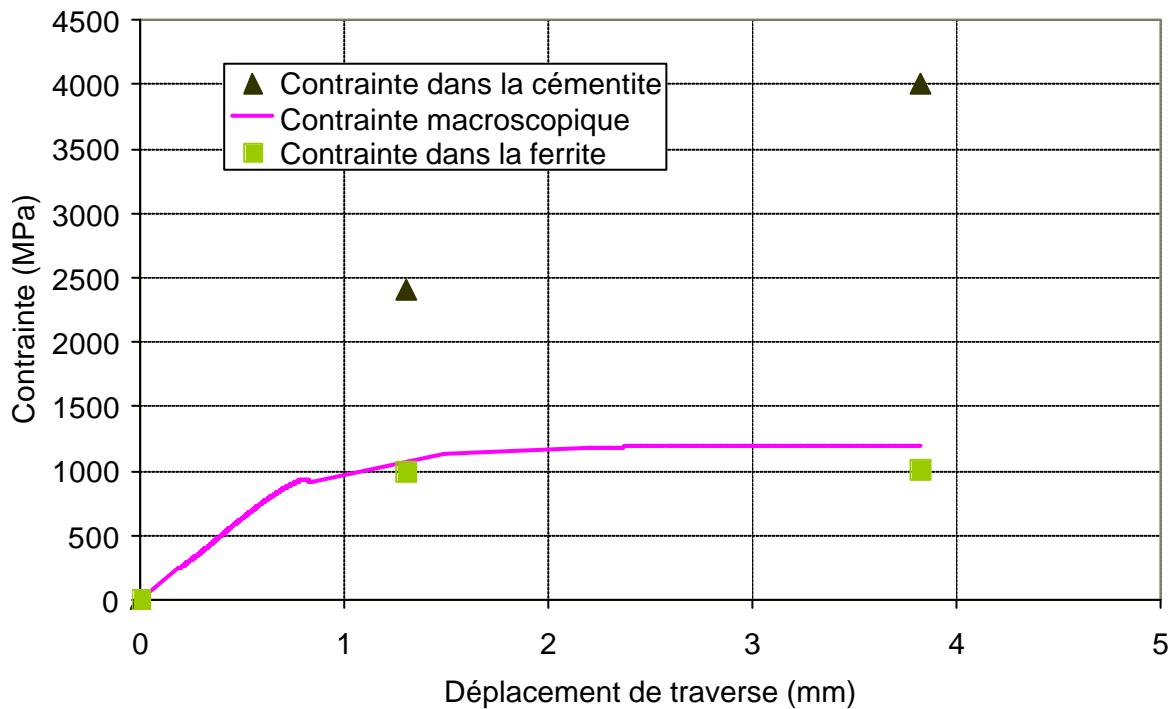


Figure V-26 : détermination des contraintes par phase lors d'un essai de traction à  $-196^{\circ}\text{C}$  (16MND5)

Toutefois, les valeurs de contrainte dans la cémentite sont plus élevées que celles calculées par le modèle (avec toujours une augmentation/diminution d'environ 25%, si l'on fait varier sa fraction volumique de 1%). Il faudra donc envisager une autre technique pour les déterminer (analyses de contraintes directement dans la cémentite par rayonnement synchrotron? ([5] Belassel)), car la loi des mélanges utilisée n'est peut-être pas « adaptée » pour prendre en compte tous les mécanismes qui sont en jeu (interactions entre phases, ...) et mal adaptée à la microstructure, ou bien réajuster la fraction volumique de cémentite, qui n'est cependant pas facile à calculer (analyse d'images, dosage de phases par DRX, ...).

Tous les essais réalisés ont mis en évidence l'influence de la température sur le mode de rupture et la distribution des contraintes dans chaque phase. Il s'agit maintenant de vérifier si le modèle reproduit correctement cet effet.

## B. Modélisation de l'endommagement et de la rupture

### B.1. Identification de la cission critique avec la température

Le modèle polycristallin prend en compte l'influence de la température en identifiant seulement le paramètre  $t_c^g$  dans chaque cas ( $t_c^g = 350\text{MPa}$ ,  $320\text{MPa}$  et  $295\text{MPa}$  respectivement à  $-150^\circ\text{C}$ ,  $-120^\circ\text{C}$  et  $-80^\circ\text{C}$ ).

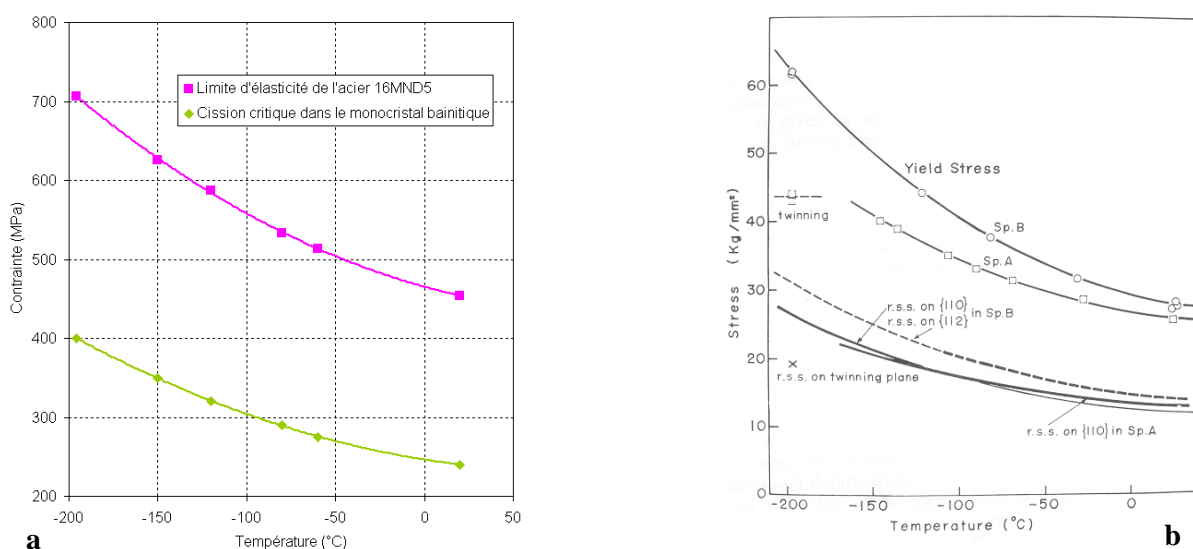


Figure V-27 : variations de la limite d'élasticité et de la cission critique

a) Pour l'acier 16MND5 (modèle) - b) Pour des monocristaux de ferrite/silicium ([6] Taoka et al.)

La figure V-27a (pour toutes les courbes présentées, on considère toujours la contrainte  $\sigma_{11}$  et la déformation  $\epsilon_{11}$ ) montre l'évolution de la limite d'élasticité et de la cission critique identifiées en fonction de la température : plus cette dernière diminue, plus leurs valeurs sont élevées. Leurs variations sont tout à fait comparables avec celles obtenues expérimentalement par de nombreux auteurs, dont en particulier [6] Taoka *et al.* (monocristaux de ferrite/silicium), puisque l'allure des courbes est identique (sortes de demi-paraboles : cf figure V-27b).

Les cissions critiques sont toutefois plus élevées dans notre matériau, car non seulement la fraction volumique de renforts est plus importante (5% de précipités de cémentite) que dans les monocristaux étudiés par [6] Taoka *et al.* (Fe-3%Si), mais le comportement de ces renforts est également différent : c'est la conséquence directe du durcissement par précipitation ( $\sigma_c^{Bainite} > \sigma_c^{Fe-3\%Si} > \sigma_c^{Ferrite}$ ), lorsque les précipités, quoique très petits, sont tellement rapprochés que les dislocations mobiles ont du mal à les franchir. Dans leurs travaux, [6] Taoka *et al.* déterminent même des cissions critiques différentes en fonction des familles de systèmes de glissement étudiées (uniquement la famille  $\{110\}\langle 111 \rangle$  (Sp.A), ou bien les deux familles  $\{110\}\langle 111 \rangle$  et  $\{112\}\langle 111 \rangle$  (Sp.B) simultanément) : c'est un aspect qui n'est pas pris en compte dans notre modèle (les cissions critiques sont identiques pour les deux familles de systèmes de glissement), mais qu'il faudra sans doute considérer par la suite.

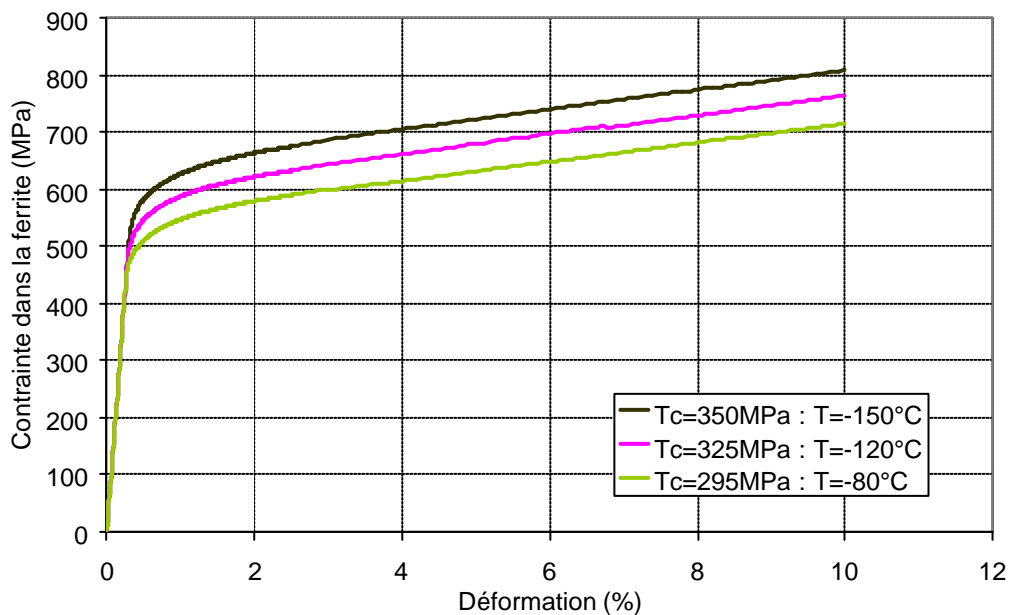


Figure V-28 : influence de la température sur l'état de contrainte dans la bainite (acier 16MND5)

Les états de contrainte ainsi calculés par le modèle sont plus grands dans chaque phase lorsque la température diminue (cf figure V-28 : exemple dans la bainite), ce qui est bien en accord avec tous les essais de traction réalisés entre  $-196^{\circ}\text{C}$  et  $-60^{\circ}\text{C}$ . Ces derniers ont également montré que la pente d'écrouissage reste identique durant ces essais, quelle que soit la température : c'est pourquoi les deux paramètres  $h_1$  et  $h_2$  ont été supposés constants.

## **B.2. Déformations $e_{fy} = f(\sin^2 \mathbf{y})$ ou contraintes intergranulaires calculées par le modèle polycristallin**

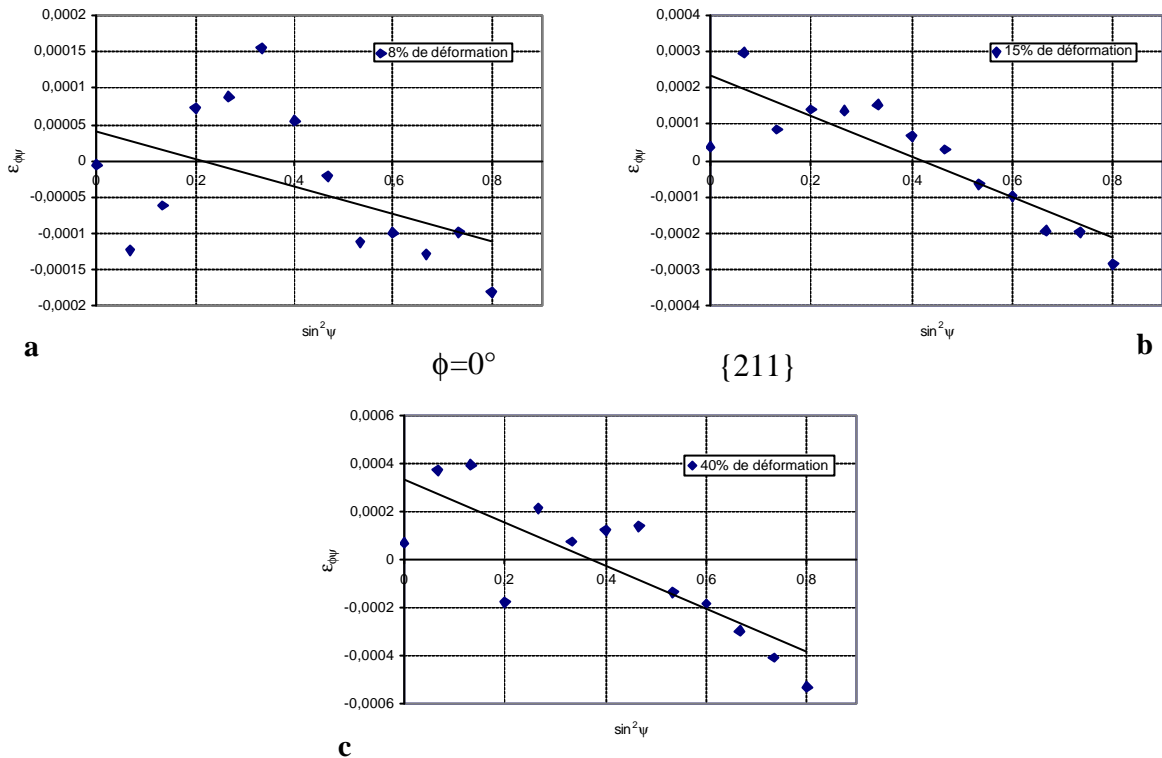
Le modèle à transition d'échelle développé (Mori-Tanaka/autocohérent) permet de calculer la déformation des plans diffractants  $e_{fy} = \langle n_i \cdot e_{ij}^e \cdot n_j \rangle_{fy}$ , qui correspond à la projection du tenseur de déformation élastique  $e_{ij}^e$  des grains de façon normale au plan diffractant considéré, pour plusieurs angles de mesure  $\mathbf{y}$  traduisant l'orientation cristallographique de ces grains. Si les résultats présentés au chapitre III ont montré une bonne adéquation modèle/essai de traction à  $-60^{\circ}\text{C}$ , il s'agit maintenant de regarder l'hétérogénéité des déformations  $e_{fy}$ , ainsi que l'influence de la température sur le niveau des  $e_{fy}$ .

### **B.2.1. Evolution des ondulations avec la déformation macroscopique**

#### **Après décharge**

L'ondulation des courbes  $e_{fy} = f(\sin^2 \mathbf{y})$  évolue beaucoup après décharge, avec la déformation macroscopique imposée (cf figure V-29 : essai de traction à  $-60^{\circ}\text{C}$ ). En effet, le niveau des déformations par orientations cristallographiques prédit par le modèle, varie énormément : pour un  $\sin^2 \mathbf{y}$  compris par exemple entre 0 et 0,2, il est successivement inférieur à la moyenne des  $e_{fy}$  (cf figure V-29a), puis légèrement supérieur (cf figure V-29c). C'est un résultat qui est valable pour toutes les températures testées entre  $-196^{\circ}\text{C}$  et  $-60^{\circ}\text{C}$  (matériau non texturé), avec par ailleurs le niveau global des  $e_{fy}$  ainsi que la pente moyenne

(et par conséquent l'état de contrainte) qui augmentent bien régulièrement avec la déformation macroscopique.



**Figure V-29 : influence de la déformation macroscopique sur l'allure des courbes  $\epsilon_{fy} = f(\sin^2 \psi)$  prédite par le modèle après décharge (essai de traction à  $-60^\circ\text{C}$  ; pas de texture initiale)**

Ainsi, dès 15% de déformation (cf figure V-29b), l'ondulation n'a plus la même allure que celle obtenue par DRX (cf figure V-31 et figure V-19 au chapitre IV) : c'est toutefois un taux de déformation que nous n'atteignons pas expérimentalement (rupture après 10% de déformation).

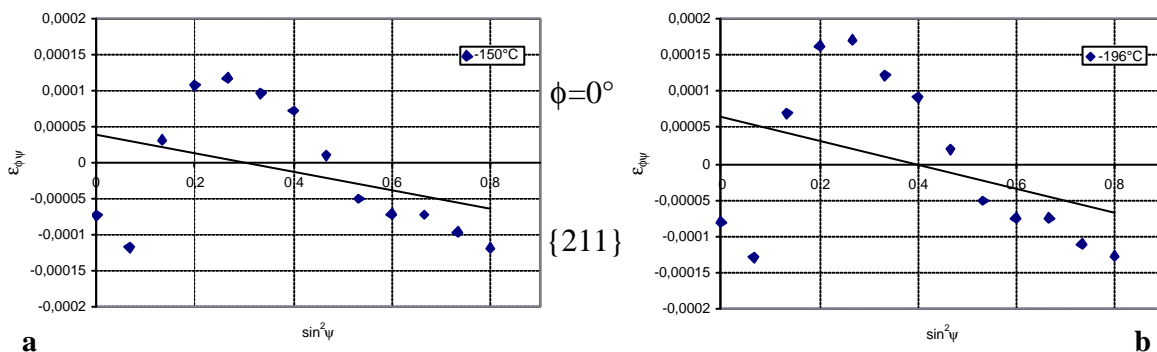
### Au cours du chargement

Au cours du chargement, le problème est tout autre, puisque les ondulations sont très peu marquées (relation presque linéaire). Contrairement au niveau des déformations  $\epsilon_{fy}$ , elles varient peu avec la déformation macroscopique appliquée (domaine plastique), et lorsqu'on va très loin en déformation, ces ondulations semblent tendre progressivement vers celles obtenues par DRX et prédites par le modèle pour un matériau initialement texturé (voir chapitre IV et annexe G).

S'il est pour l'instant impossible de comparer ces ondulations avec les essais in-situ à basses températures (comme c'est le cas après décharge), compte tenu de la courte plage angulaire accessible avec le Set-X, celles-ci sont tout de même très proches de celles obtenues à température ambiante avec ce type de diffractomètre (voir chapitre IV) : elles nous confortent donc un peu plus sur la validité des mesures réalisées au cours du chargement avec le Set-X, puisque l'amplitude des ondulations est vraiment très faible jusqu'à 15% de déformation (la pente moyenne varie par conséquent peu, que l'on se place entre 0 et 0,4 en  $\sin^2 \psi$ , ou entre 0 et 0,8).

### B.2.2. Influence de la température sur le niveau des déformations $e_{fy}$

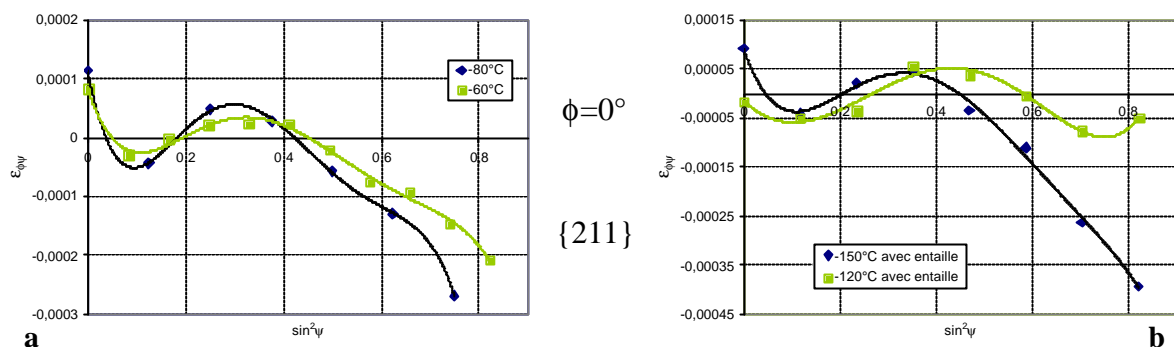
A déformation macroscopique imposée constante, le niveau des déformations  $e_{fy}$  et la pente moyenne des courbes  $e_{fy} = f(\sin^2 \psi)$  après décharge sont plus élevées à basses températures, que nous considérons un matériau non texturé (cf figure V-30) ou possédant une texture initiale (voir annexe G).



**Figure V-30 : courbes  $e_{fy} = f(\sin^2 \psi)$  simulées après décharge (pas de texture initiale ; 4% de déformation) a)  $-150^\circ\text{C}$  - b)  $-196^\circ\text{C}$**

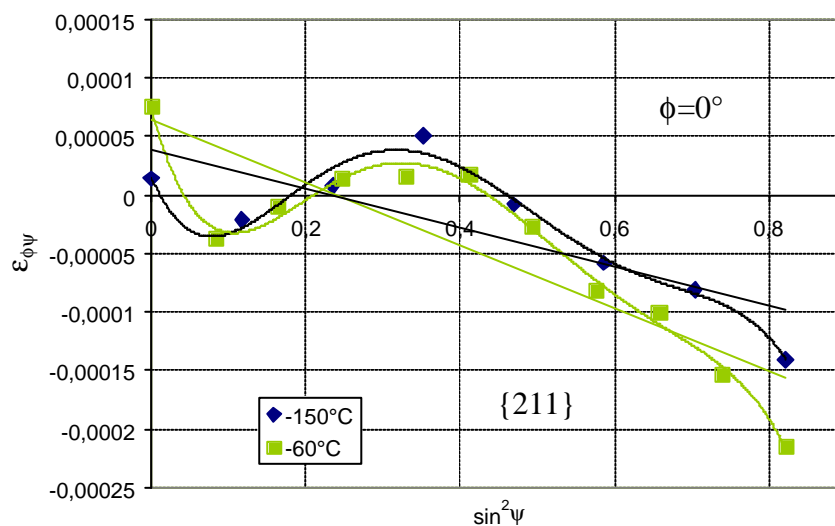
Lorsque la température diminue, ces variations peuvent s'expliquer respectivement par l'augmentation progressive de la limite d'élasticité, qui conduit notamment à un accroissement des déformations dans la ferrite, ainsi que par l'écart de contrainte qui s'accroît entre la bainite et la phase ferritique (au cours du chargement et donc après décharge : voir chapitre IV), et qui engendre par conséquent des contraintes résiduelles de plus en plus élevées dans cette dernière. Tous ces résultats sont semblables à ceux obtenus

expérimentalement par DRX pour différents taux de déformation, lors d'essais de traction entre  $-60^{\circ}\text{C}$  et  $-150^{\circ}\text{C}$  sur des éprouvettes avec ou sans entaille (cf figure V-31).



**Figure V-31 : influence de la température sur les courbes  $e_{fy} = f(\sin^2 \psi)$  obtenues par DRX après**  
**a) 8% de déformation (éprouvettes sans entaille) - b) 2% de déformation (éprouvettes entaillées)**

Au cours du chargement, l'évolution en fonction de la température est beaucoup moins nette que celle observée après décharge - que l'on considère un matériau texturé ou sans texture initiale (voir annexe G) -, puisque les pentes moyennes et l'amplitude des légères ondulations observées sont quasiment les mêmes entre  $-196^{\circ}\text{C}$  et  $-60^{\circ}\text{C}$ .



**Figure V-32 : déformations  $e_{fy}$  mesurées par DRX à différentes températures**  
**et pour différents taux de déformation (4% à  $-150^{\circ}\text{C}$  et 8% à  $-60^{\circ}\text{C}$ )**

Il est également très intéressant de remarquer que le modèle reproduit correctement le même type d'ondulations à des températures différentes (que ce soit au cours du chargement ou



après décharge), lorsque l'on modifie le taux de déformation appliqué (c'est ce que montrent par exemple les figures V-29a et V-30a) : seuls le niveau des déformations  $e_{fy}$  et l'état de contrainte moyen dans la ferrite varient alors, comme cela a été constaté par diffraction après décharge (cf figure V-32).

Cette harmonisation peut s'expliquer par le fait que la grande limite d'élasticité du matériau à  $-150^{\circ}\text{C}$  (qui entraîne donc de forts états de contrainte), se trouve en fait « compensée » à  $-60^{\circ}\text{C}$  par le taux de déformation beaucoup plus élevé.

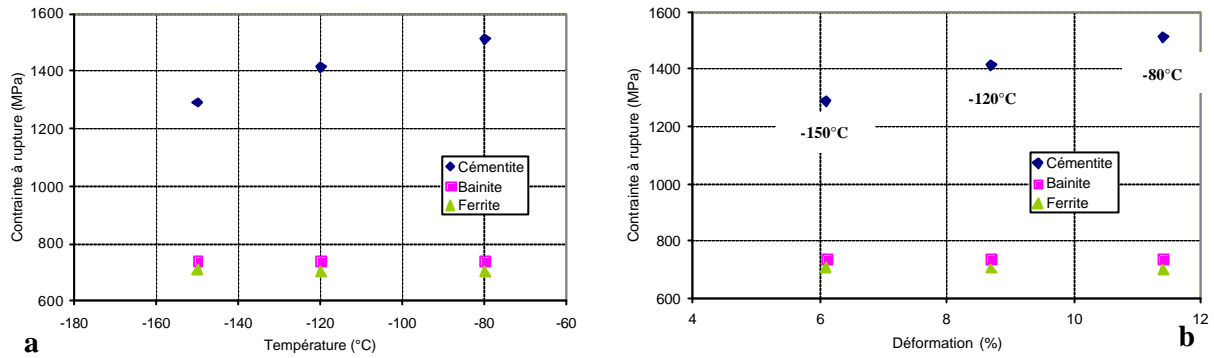
### B.3. Critères de rupture introduits dans le modèle

#### B.3.1. Rupture à contrainte macroscopique constante

Il est facile d'imaginer qu'un matériau (quel qu'il soit) soumis à une quelconque sollicitation est susceptible de rompre, dès qu'il dépasse la contrainte maximale qu'il peut supporter. Nous avons donc introduit dans le modèle un critère de rupture à contrainte macroscopique constante (la rupture a ainsi lieu lorsque la bainite atteint une valeur critique, que nous avons identifiée à  $-120^{\circ}\text{C}$  :  $\sigma_{Fe/Fe_3C}^{lc} = 740\text{MPa}$ ), et nous avons fait varier la température.

La figure V-33a montre l'influence de la température sur les états de contrainte dans chaque phase, lors de la rupture. Si la contrainte à rupture dans la bainite est constante (hypothèse de travail), celle dans les autres phases varie sensiblement : en effet, plus la température augmente, plus la contrainte à rupture dans la cémentite est élevée, et inversement pour la ferrite.

Ceci s'explique par le fait que la limite d'élasticité diminue régulièrement entre  $-196^{\circ}\text{C}$  et  $-80^{\circ}\text{C}$  (la contrainte macroscopique critique est donc atteinte moins rapidement), ce qui entraîne par conséquent un accroissement du taux de déformation à rupture (cf figure V-33b) : cela a également une grande influence sur l'écart de contrainte entre phases, puisque celui-ci augmente progressivement (550MPa entre la cémentite et la bainite et 30MPa entre la ferrite et la bainite à  $-150^{\circ}\text{C}$ , contre respectivement 750MPa et 50MPa à  $-80^{\circ}\text{C}$ ).



**Figure V-33 : influence de la température sur les états de contrainte dans chaque phase lors de la rupture (rupture à contrainte macroscopique constante)**

Cependant, les déformations à rupture simulées ne sont pas identiques à celles obtenues au cours des différents essais de traction réalisés entre  $-196^{\circ}\text{C}$  et  $-80^{\circ}\text{C}$ .

### B.3.2. Critère cristallographique de rupture par clivage

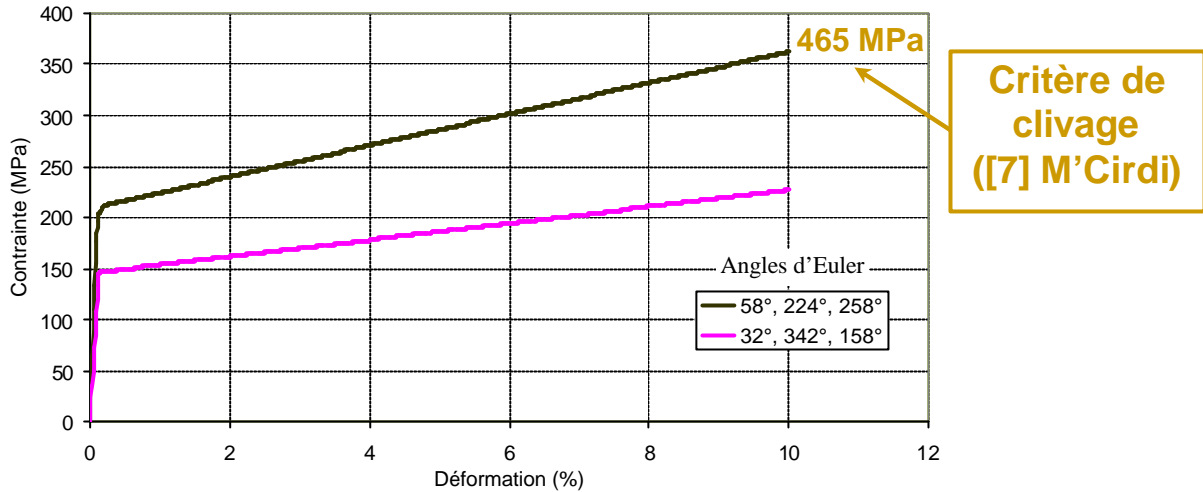
Etant clairement établi dans la littérature que le clivage survient de façon normale aux plans  $\{100\}$  du cristal de ferrite (plans de plus faible énergie de surface : voir [7] Miannay et chapitres V.A.1.4. dans le cas de notre matériau), le modèle peut donc prévoir en particulier dans chaque grain, l'évolution de la contrainte normale à ces plans :

$$\mathbf{s}_{\{100\}} = \sum_{i,j} n_i \cdot \mathbf{s}_{ij} \cdot n_j$$

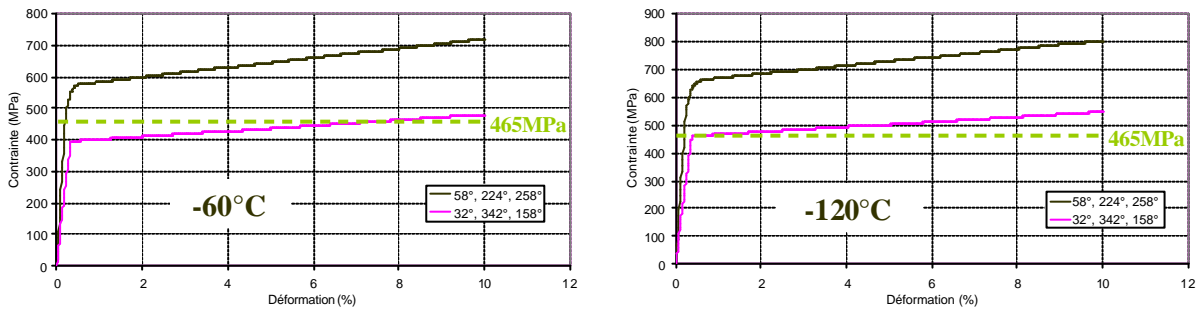
$n_i$  étant la normale aux trois plans de la famille  $\{100\}$ .

Pour prédire la rupture fragile, nous avons considéré les travaux de [8] M'Cirdi, qui a identifié expérimentalement un seuil pour la propagation du clivage dans un grain de ferrite (aciers duplex) : il correspond à une valeur critique de cette contrainte  $\mathbf{s}_{\{100\}}^c = 465\text{MPa}$  (repère du monocristal !), et il est supposé indépendant de la température ([7] Miannay et [9] Argon).

Certains grains vont bien évidemment l'atteindre plus rapidement que d'autres, en fonction de leur orientation cristallographique (cf figure V-34), mais également de la température, puisque celle-ci contrôle la cission critique (cf figure V-35).



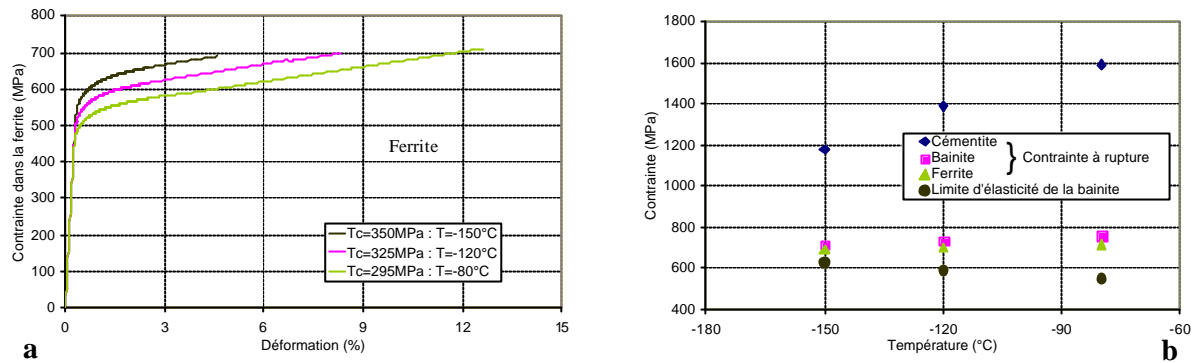
**Figure V-34 : évolution de la contrainte  $S_{\{100\}}$  pour deux monocristaux bainitiques avec des orientations cristallographiques différentes ( $t_c^g = 100\text{MPa}$ )**



**Figure V-35 : influence de la température sur la contrainte  $S_{\{100\}}$  en considérant les deux mêmes monocristaux bainitiques ( $t_c^g = 275\text{MPa}$  à  $-60^\circ\text{C}$  et  $320\text{MPa}$  à  $-120^\circ\text{C}$ )**

Nous considérerons donc que la rupture a lieu lorsque suffisamment de grains ont atteint cette valeur de 465MPa (leur nombre est déterminé de telle sorte que le modèle soit en accord avec les résultats expérimentaux : 70 grains sur 1000, soit 7%), ce qui survient plus rapidement à basses températures (cf figure V-36a) : 4,5% de déformation à  $-150^\circ\text{C}$ , 6% à  $-120^\circ\text{C}$  et 8% à  $-80^\circ\text{C}$ . Les états de contrainte ainsi que l'écart de contrainte entre chaque phase sont alors plus faibles : ceci peut s'expliquer respectivement par l'augmentation de la limite d'élasticité lorsque la température diminue (environ 200MPa entre  $-150^\circ\text{C}$  et  $-80^\circ\text{C}$ ), et par la déformation à rupture qui est par conséquent moins importante.

Pour un nombre constant de grains qui atteignent le critère de clivage, nous retrouvons ainsi les états de contrainte et les déformations à rupture obtenus expérimentalement, et cela pour toutes les températures comprises entre -196°C et -80°C (domaine de température pour lequel nous avons observé un mode de rupture fragile de type clivage, qu'il soit total ou partiel).



**Figure V-36 : influence de la température sur les états de contrainte dans chaque phase lors de la rupture (critère de rupture par clivage)**

Les simulations montrent que la contrainte à rupture dans la ferrite reste quasiment constante pour ces températures (environ 700MPa, ce que nous avons montré par DRX lors d'essais de traction interrompus à -80°C (cf figure V-25) et in-situ à -150°C (cf figure III-22)), ce qui n'est pas le cas dans la bainite et la cémentite (cf figure V-36b) : en outre, elle dépend fortement de l'échelle considérée, sa valeur passant de 465MPa dans le repère du cristal ( $\mathbf{s}_{c\{100\}}^g$ ) à environ 700MPa dans le repère macroscopique.

L'influence d'une éventuelle texture initiale est également très importante, puisque le critère de rupture est atteint plus ou moins rapidement en fonction de celle-ci (voir annexe H) ; par ailleurs, ce résultat montre que l'orientation cristallographique est bien traduite dans notre approche.

Le modèle est donc cohérent, car non seulement les contraintes et déformations à rupture en fonction de la température sont correctement traduites, mais également (et surtout !) le critère de rupture utilisé est identifié dans la ferrite : il n'aurait en effet pas été pertinent (ni même correct) de le considérer dans la bainite, car s'est bien dans la phase ferritique que s'initient les fissures à l'origine de la rupture globale du matériau, comme constaté expérimentalement.

## Conclusion

---

L'influence de la température est très importante, car d'elle dépend non seulement les mécanismes de rupture de l'acier 16MND5, mais également la distribution des contraintes dans chaque phase à l'échelle des orientations cristallographiques. En effet, le mode de rupture ductile à  $-60^{\circ}\text{C}$  devient fragile au-dessous de  $-150^{\circ}\text{C}$ , et les fissures - d'abord d'origine ductile, puis de clivage - deviennent de plus en plus nombreuses ; qui plus est l'écart de contrainte entre la ferrite et la bainite augmente à basses températures, alors que la cémentite devient de plus en plus chargée.

Le modèle polycristallin à transition d'échelle reproduit correctement toutes ces caractéristiques en fonction de la température, à partir d'une simple dépendance de celle-ci en fonction de la limite d'élasticité (cission critique  $t_c^g$ ). Les déformations des plans diffractants (ordre II) sont également bien calculées, puisque l'ondulation des courbes  $e_{fy} = f(\sin^2 \psi)$  est identique à celle obtenue par DRX, et le critère de rupture par clivage dans la ferrite (suivant les plans  $\{100\}$  identifiés par EBSD) s'avère judicieux, car il permet de simuler correctement les déformations et contraintes à rupture en fonction de la température. C'est bien une contrainte à rupture dans la phase ferritique d'environ 700MPa qu'il faut considérer, comme l'ont également montré les essais de traction et les analyses diffractométriques réalisés.



## Références

- [1] Limousin W., « *In-situ experiments at very low temperatures and notched specimen modeling for a pressure vessel steel* », Rapport de Projet de Fin d'Etude de l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers de Metz, 2003.
- [2] Lambert A., « *Rupture par clivage de microstructures d'aciers bainitiques obtenues en conditions de soudage* », Rapport de thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001.
- [3] Haušild P., « *Transition ductile-fragile dans un acier faiblement allié* », Rapport de thèse de l'Ecole Centrale de Paris, 2002.
- [4] Bouyne E., Flower H.M., Lindley T.C. et Pineau A., « *Use of EBSD technique to examine microstructure and cracking in a bainitic steel* », Scripta Materialia 39, 1998, p. 295-300.
- [5] Belassel M., « *Etude de la distribution des contraintes d'ordre I et II par diffraction des rayons X dans un acier perlitique* », Rapport de thèse de l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers de Paris, 1994.
- [6] Taoka T., Takeuchi S. et Furubayashi E., « *Slip systems and their critical shear stress in 3% silicon iron* », Journal of the Physical Society of Japan 19 (Issue 5), 1964, p. 701-711.
- [7] Miannay D., « *Monographie de matériologie 1 : mécanique de la rupture* », Les éditions de physique, Les Ulis (France), 1995.
- [8] M'Cirdi L., « *Comportement et endommagement sous sollicitation mécanique d'un acier austéno-ferritique moulé vieilli* », Rapport de thèse de l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers de Paris, 2000.
- [9] Argon A.S., « *Mechanics and Physics of brittle to ductile transitions in fracture* », Journal of Engineering Materials and Technology 123, 2001, p. 1-11.





---

## Conclusion générale

---

La fragilité de l'acier de cuve 16MND5 irradié est une de ses propriétés les plus importantes, car elle joue un rôle déterminant dans l'intégrité de la structure des réacteurs nucléaires dans des conditions particulières d'utilisation (refroidissement brutal, par exemple). La compréhension des mécanismes de rupture fragile de type clivage est donc essentielle dans une démarche où la caractérisation expérimentale a pour but d'établir des critères qui vont alimenter un modèle polycristallin de comportement et d'endommagement qui se veut avant tout prédictif.

Deux microstructures légèrement différentes ont par conséquent été étudiées à différentes échelles, à des températures comprises entre  $-196^{\circ}\text{C}$  et  $-60^{\circ}\text{C}$ . Des essais de traction interrompus et surtout in-situ ont permis d'obtenir les états de contrainte en fonction de la température, et en particulier les déformations et contraintes à rupture, qui ont confirmé le caractère fragile de l'acier 16MND5 à basses températures. Il a également été possible d'identifier certains micromécanismes à l'origine de la rupture du matériau, en suivant non seulement l'évolution de l'activité plastique à la surface des éprouvettes (présence de nombreuses lignes de glissement intra- ou transgranulaires, même en dessous de  $-150^{\circ}\text{C}$  (domaine fragile)), mais surtout l'endommagement très important des inclusions de MnS (fissuration + décohésion), l'initiation et le mode de propagation (qui dépend probablement de la désorientation des grains) des microfissures de clivage dans la matrice ferritique, ainsi que le mode de rupture (fragile/ductile). Couplés aux états de contrainte déterminés dans chaque phase et aux déformations des plans diffractants mesurées par DRX, ces résultats ont

permis d'établir des critères pertinents, relatifs au comportement et à la rupture de l'acier étudié. Ainsi, le comportement de la ferrite reste proche de celui de la bainite (l'écart reste toujours inférieur à 150MPa) tandis que la cémentite est beaucoup plus chargée, les états de contrainte dans chaque grain varient énormément avec leur orientation cristallographique, et la rupture par clivage survient suivant les plans {100} (plans de plus faible énergie de surface, identifiés par EBSD lors d'un essai de traction in-situ à -150°C), pour une contrainte macroscopique dans la phase ferritique constante, d'environ 700MPa.

Ces critères locaux (phase  $\mathbf{s}_{Ferrite}^c$ , grain  $\mathbf{s}_{\{100\}}^c$ ) alimentent un modèle de comportement et d'endommagement à deux échelles, qui est développé parallèlement à la caractérisation expérimentale de l'acier 16MND5. Le type de modélisation choisi (Mori-Tanaka/autocohérent) et l'échelle microscopique - et même cristallographique (systèmes de glissement, rupture par clivage) - considérée s'avèrent donc judicieux (voire décisifs) et bien adaptés à la microstructure du matériau, puisqu'ils permettent de simuler correctement son comportement macroscopique. En effet, le modèle reproduit bien en fonction de la température, l'hétérogénéité des déformations et des contraintes par orientations cristallographiques, la distribution des états de contrainte dans chaque phase (les écarts entre ferrite et bainite sont en accord avec l'expérience), ainsi que les déformations et contraintes à rupture (rupture par clivage).

Plusieurs essais in-situ complémentaires restent à effectuer entre -150°C (voire même -180°C, si certaines améliorations sont apportées à la machine de traction) et -60°C, afin d'affiner le comportement et l'endommagement de l'acier 16MND5 en fonction de la température. Les sites de germination et la propagation des fissures (clivage) restent notamment à étudier pour mieux comprendre tous les mécanismes qui sont en jeu, et tout particulièrement l'influence de la désorientation des grains : il faudrait pour cela réaliser des cartographies systématiques des éprouvettes par EBSD, avant sollicitation et avant rupture, pour connaître à tout moment l'orientation cristallographiques des différents paquets ferritiques et bainitiques. L'utilisation de jauges de déformation ou capteurs d'allongement capables d'atteindre les basses températures souhaitées devraient également nous permettre de mieux identifier les déformations à rupture avec le modèle. En diffraction, l'analyse monocristalline doit être utilisée pour déterminer les états de contrainte par orientations cristallographiques, en distinguant notamment celles qui sont plus enclines à induire du clivage ou à générer de l'activité plastique, tandis que la microdiffraction Kossel

([1] Berveiller *et al.*) développée au LPMM/ENSAM de Metz est une technique très prometteuse pour déterminer les contraintes à l'échelle du micron.

Pour toutes ces mesures, il est essentiel de bien connaître la microstructure du matériau, et surtout de bien estimer la fraction volumique de cémentite (analyse d'images, DRX, ...), car si elle reste un paramètre encore mal connu, elle joue néanmoins un rôle très important dans l'initiation des microfissures (empilements de dislocations ?), la distribution des états de contrainte par phase et par conséquent le critère de rupture par clivage introduit dans le modèle.

La modélisation polycristalline va encore être améliorée grâce aux essais in-situ, qui vont nous permettre d'établir de nouveaux critères d'endommagement cristallographiques (en particulier d'initiation et de propagation de fissures), et d'accroître ainsi la base de données expérimentale : la multiplication de ces essais sera très importante, car la dispersion des résultats demeure une des caractéristiques très importantes de l'acier 16MND5 (essais rhéologiques). Toutefois, la représentation de la microstructure proposée (matrice ferritique renforcée par des précipités de cémentite) peut - et même doit ! - encore évoluer, en considérant par exemple que le matériau est plutôt constitué d'une combinaison de paquets ferritiques et bainitiques (ferrite + précipités de cémentite). Certains paramètres doivent également être reconsidérés, comme les cissions critiques différentes pour les familles de systèmes de glissement et l'écrouissage variant avec la température ; il serait aussi très intéressant de valider le modèle à une échelle encore plus fine, par l'intermédiaire des contraintes par orientations cristallographiques (comparaison avec DRX et peut-être aussi microdiffraction Kossel). Enfin, la plasticité cristalline va être implémentée dans un code à éléments finis (ASTER), afin de mieux simuler et prédire le comportement et l'endommagement de cet acier en fonction de la température.

## Référence

[1] Berveiller S., Dubos P., Inal K., Eberhardt A. et Patoor E., « *Inter- and intragranular strain analysis by microdiffraction Kossel* », Proceedings of the 7<sup>th</sup> International Conference on Residual Stresses (ICRS-7), 2004.



# **Annexes**



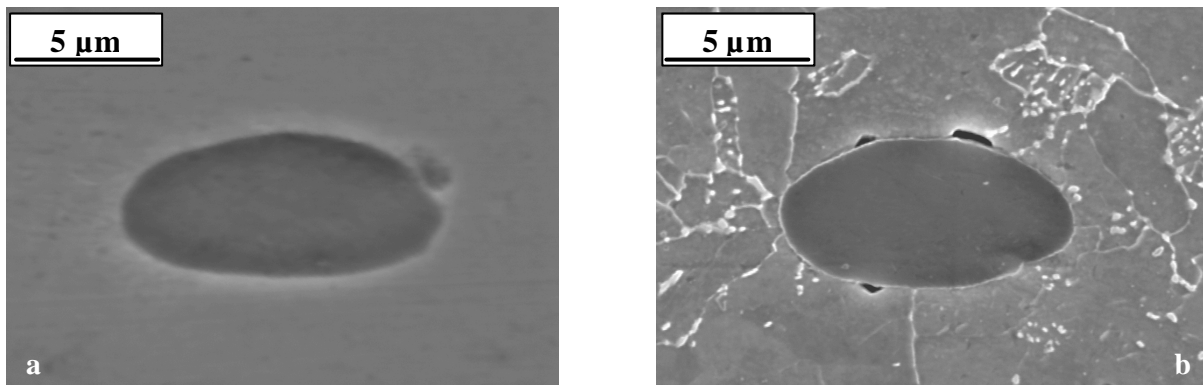
# Annexe A

## Les différents types de MnS dans l'acier de cuve 16MND5

Différents types d'inclusions de MnS sont présents dans l'acier de cuve 16MND5, avec une fraction volumique inférieure à 1% :

- des inclusions sphériques dont le diamètre n'excède pas  $20\mu\text{m}$  (cf figure A-1).

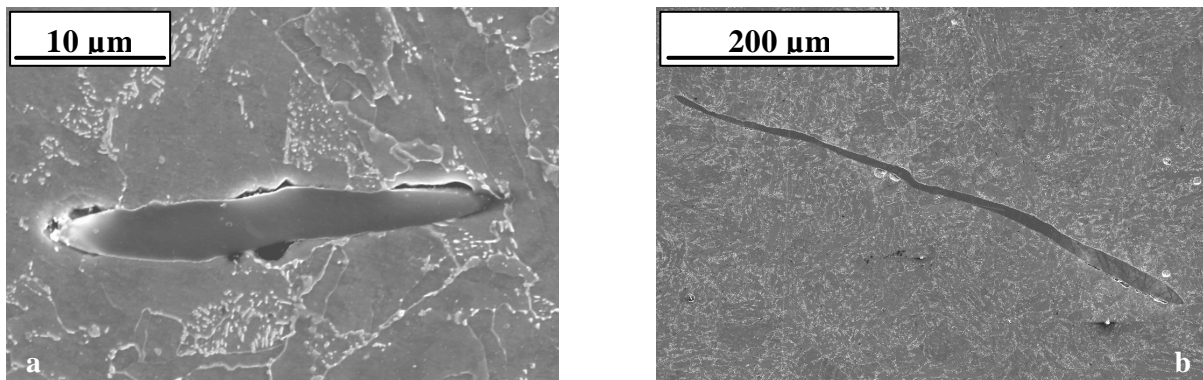
Ce sont sûrement les plus nombreuses (les seules présentes dans le matériau de mise au point, avec un diamètre inférieur à  $5\mu\text{m}$ ), mais leur fraction volumique reste très faible.



**Figure A-1 : MnS sphériques**

**a) Eprouvette polie - b) Eprouvette polie et attaquée (NitAl 2%)**

- des inclusions allongées dont la taille est comprise entre  $20\mu\text{m}$  et  $100\mu\text{m}$  (certaines peuvent même aller jusqu'à  $350\mu\text{m}$  ! : cf figure A-2).

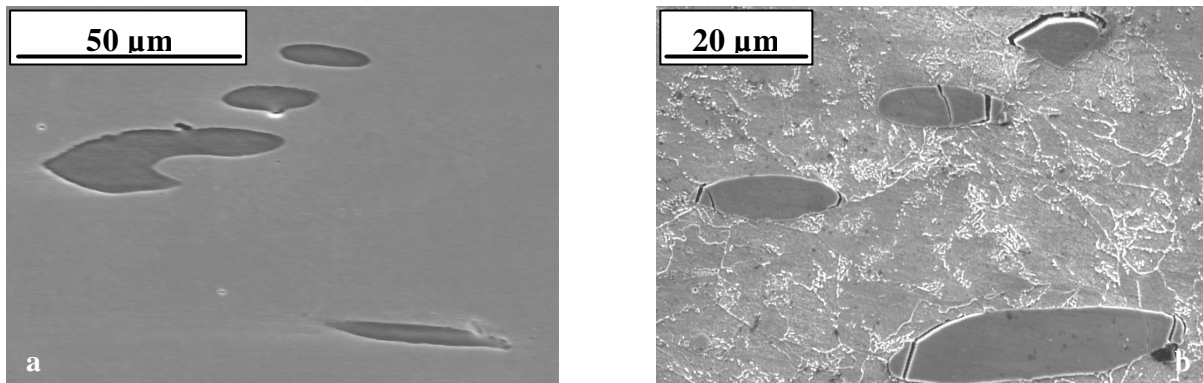


**Figure A-2 : MnS allongés**

**a) Taille la plus courante - b) MnS le plus long observé**

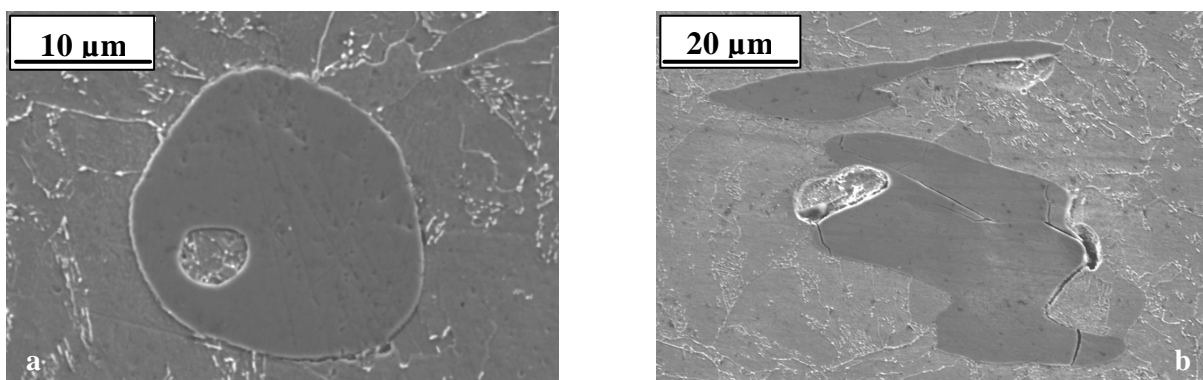
Ce type de MnS est très répandu dans le 16MND5 : leur fraction volumique est de loin la plus importante, compte tenu de leur nombre assez élevé et surtout de leur taille par rapport aux MnS sphériques.

- des amas d'inclusions composés de 3 à 8 éléments. Très peu ont été observés, mais tous sont constitués d'inclusions allongées (cf figure A-3).



**Figure A-3 : amas de MnS allongés**  
a) Epreuve polie - b) Epreuve rompue à -196°C

Lors de l'observation des éprouvettes de traction avant essai, diverses inclusions de MnS « atypiques » ont également été repérées, mais leur nombre reste relativement limité (cf figure A-4).



**Figure A-4 : MnS « originaux »**  
a) MnS « creux » - b) MnS « ondulé » après rupture de l'éprouvette à -196°C



# Annexe B

## Méthode d'analyse monocristalline (Ortner)

Dans un repère orthonormé  $(i, j, k)$ , le tenseur des déformations  $\mathbf{e}_{ij}$  est défini à partir de la relation suivante (la convention de sommation sur les indices muets est utilisée) :

$$dS^2 - ds^2 = 2\mathbf{e}_{ij}.dx_i.dx_j, \quad (1)$$

où  $ds$  et  $dS$  sont les distances séparant deux points voisins de coordonnées  $x_i$  et  $x_i + dx_i$ , respectivement avant et après déformation.

Ces deux éléments de longueur peuvent également s'exprimer à partir des trois vecteurs  $(e_1, e_2, e_3)$  ou  $(E_1, E_2, E_3)$  constituant une base du réseau cristallin, respectivement non déformé et déformé. Si  $g_{ij}^0$  est le tenseur métrique fondamental associé à la base  $(e_1, e_2, e_3)$ , le module  $ds$  d'un vecteur du réseau non déformé de composantes  $da^i$ , est déterminé par :

$$ds^2 = g_{ij}^0.da^i.da^j \quad (2)$$

De même, si l'on suppose la déformation homogène, et si l'on appelle  $g_{ij}$  le tenseur métrique associé à la base du cristal déformé  $(E_1, E_2, E_3)$ , le module du vecteur déformé est donné par :

$$dS^2 = g_{ij}.da^i.da^j \quad (3)$$

Comme  $\mathbf{e}_{ij}$  est un tenseur deux fois covariant, si  $P$  est la matrice de passage qui permet de passer du repère orthonormé  $(i, j, k)$  au repère  $(e_1, e_2, e_3)$  selon la relation matricielle  $(e_1, e_2, e_3) = (i, j, k).P$ , le tenseur des déformations s'écrit dans la base  $(e_1, e_2, e_3)$  :

$$E = {}^t P.e.P$$

La relation (1) s'écrit alors dans cette base :

$$dS^2 - ds^2 = 2E_{ij}.da^i .da^j \quad (4)$$

Des équations (2), (3) et (4), il vient :

$$2E_{ij} = g_{ij} - g_{ij}^0 \quad (5)$$

Cette dernière équation montre que le tenseur des déformations du cristal se déduit directement du tenseur métrique du cristal déformé, c'est à dire des paramètres du réseau, ce qui nécessite la mesure d'au moins six distances réticulaires.

Dans le cas d'un cristal cubique, le problème est particulièrement simple : la matrice P est une matrice diagonale ayant ses trois termes égaux au paramètre  $a$  de la maille cubique. Le tenseur métrique  $g_{ij}^0 = a^2 \mathbf{d}_{ij}$ , où  $\mathbf{d}_{ij}$  est le symbole de Kronecker ( $\mathbf{d}_{ij} = 1$ , lorsque  $i = j$  ;  $\mathbf{d}_{ij} = 0$ , sinon). La relation (5) s'écrit alors :

$$2a^2 \mathbf{e}_{ij} = g_{ij} - a^2 \mathbf{d}_{ij}, \quad (6)$$

$$\text{soit} \quad g_{ij} = a^2 \cdot (2\mathbf{e}_{ij} + \mathbf{d}_{ij}) \quad (7)$$

Les distances réticulaires  $d_{hkl}$ , qui sont des paramètres de rangées du réseau réciproque, sont déterminées à partir de la relation de Bragg, connaissant les positions angulaires des pics de diffraction. Il est donc préférable d'écrire la relation (7) dans l'espace réciproque, afin d'éviter une opération d'inversion de matrice dans les programmes de calcul, ce qui peut se traduire par une perte de précision.

La matrice des composantes du tenseur métrique associé à la base réciproque (tenseur fondamental deux fois contravariant) s'obtient par inversion de la matrice des composantes du tenseur métrique associé à la base directe (tenseur fondamental deux fois covariant). Si l'on tient compte du fait que les composantes du tenseur des

déformations sont petites devant l'unité, l'équation (7) permet d'écrire (on rappelle la relation suivante :  $g^{ik} \cdot g_{kj} = \mathbf{d}_j^i$ ) :

$$g^{ij} = a^{-2} \cdot (\mathbf{d}_{ij} - 2\mathbf{e}_{ij}),$$

soit  $\mathbf{e}_{ij} = (\mathbf{d}_{ij} - a^2 \cdot g^{ij}) / 2$  (8)

Le tenseur des déformations  $\mathbf{e}$  étant exprimé dans une base orthonormée, ses composantes covariantes et contravariantes sont identiques ( $\mathbf{e}^{ij} = \mathbf{e}_{ij}$ ). Sa détermination se réduit donc à celle du tenseur métrique associé à la base réciproque du cristal déformé, à partir de la relation utilisée pour le calcul des distances réticulaires :

$$d_{hkl}^{-2} = g^{ij} \cdot a_i \cdot a_j,$$

où  $d_{hkl}$  est la distance réticulaire de la famille de plans (hkl), et les  $a_i$  ( $i = 1$  à  $3$ ) les coordonnées du nœud h k l du réseau réciproque.

Le calcul des composantes du tenseur métrique  $g^{ij}$  s'effectue donc par régression multilinéaire, à partir du système d'équations représenté par l'égalité matricielle suivante :

$$\begin{pmatrix} d_1^{-2} \\ d_2^{-2} \\ d_3^{-2} \\ \dots \\ \dots \\ d_n^{-2} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} h_1^2 & k_1^2 & l_1^2 & 2h_1 \cdot k_1 & 2k_1 \cdot l_1 & 2h_1 \cdot l_1 \\ h_2^2 & k_2^2 & l_2^2 & 2h_2 \cdot k_2 & 2k_2 \cdot l_2 & 2h_2 \cdot l_2 \\ h_3^2 & k_3^2 & l_3^2 & 2h_3 \cdot k_3 & 2k_3 \cdot l_3 & 2h_3 \cdot l_3 \\ \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots \\ \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots \\ h_n^2 & k_n^2 & l_n^2 & 2h_n \cdot k_n & 2k_n \cdot l_n & 2h_n \cdot l_n \end{pmatrix} \begin{pmatrix} g^{11} \\ g^{22} \\ g^{33} \\ g^{12} \\ g^{23} \\ g^{13} \end{pmatrix}, \quad (9)$$

dans laquelle n, le nombre de distances réticulaires mesurées, est supérieur ou égal à 6, les plans  $(h_i k_i l_i)$  étant choisis de manière à ce qu'au moins six des équations du système (9) soient linéairement indépendantes.

La relation (8) permet donc de déterminer le tenseur des déformations, et le tenseur des contraintes est calculé à l'aide de la relation de Hooke :

$$\mathbf{s}_{ij} = C_{ijkl} \cdot \mathbf{e}_{kl}, \quad (10)$$

où  $C_{ijkl}$  est le tenseur de rigidité élastique du cristal.

Les contraintes dans un cristal sont calculées grâce à une analyse relativement complexe, à partir de la mesure d'au moins six distances réticulaires. Cependant, comme toutes les méthodes basées sur la diffraction, elle se heurte à une difficulté liée à la méconnaissance de l'état de référence, qui intervient dans les équations précédentes sous la forme générale du tenseur métrique  $g_{ij}^0$ , ou sous la forme particulière du paramètre  $a$  dans le cas d'un cristal cubique.

En effet, il est très difficile (voire impossible) de mesurer expérimentalement le paramètre du cristal considéré, exempt de contraintes. Tout traitement destiné à provoquer une relaxation des contraintes du cristal est susceptible d'entraîner des modifications physico-chimiques, et donc d'avoir des répercussions sur le paramètre cristallin.

Toutefois, la DRX ne concerne qu'un volume de matière localisé au voisinage de la surface libre du cristal, et dans lequel il est raisonnable d'admettre vérifiée la condition limite qui impose la nullité du vecteur contrainte ( $T_i = \mathbf{s}_{ij} \cdot \mathbf{n}_j$ ) sur une surface libre. Si le repère  $(i, j, k)$  est choisi de manière à ce que le vecteur qui aurait le cristal cubique non contraint  $k$  soit normal à la surface libre irradiée, la condition précédente entraîne en particulier :

$$\mathbf{s}_{33} = 0, \quad (11)$$

qui lève l'indétermination liée à la méconnaissance du paramètre de maille du matériau non contraint.

Dans le cas d'un cristal de symétrie cubique, l'ensemble des équations (8), (9), (10) et (11) conduit alors à la résolution du problème sans ambiguïté, et à la détermination de l'état de contraintes/déformations ainsi que du paramètre qui aurait le cristal cubique non contraint.





# Annexe D

## Les champs de déformation locaux

Nous avons décidé, avec le LMS/Polytechnique, de placer des microgrilles sur des éprouvettes préalablement cartographiées, afin de déterminer les champs de déformations locaux au niveau de certains sites «intéressants» (anciens grains austénitiques, MnS, ...), susceptibles d'influencer le comportement du matériau lors d'un essai de traction à -80°C. La partie expérimentale s'est déroulée au LPMM-ENSAM de Metz, tandis que le traitement des microgrilles a été réalisé au LMS/Ecole Polytechnique.

L'essai de traction a été décomposé en une succession de charges et décharges, afin d'observer au MEB l'évolution de l'endommagement à la surface des éprouvettes et de déterminer les variations des champs de déformation à l'aide des microgrilles. L'analyse de ces champs à partir des microgrilles placées sur les différents sites cartographiés, a permis de révéler des hétérogénéités intragranulaires au cours du chargement : en effet, en utilisant une échelle très fine des champs représentés, on parvient à minimiser l'effet de la présence d'une inclusion de sulfure de manganèse et on observe alors une variation du champ de déformation entre différents paquets d'un même grain (cf figure D-1). Cela est rendu possible, car le pas des microgrilles (environ 1 $\mu$ m) est inférieur à la taille des paquets. On peut noter que la quasi-totalité des sites se trouvant au voisinage d'inclusions de sulfure de manganèse, il sera judicieux de cartographier d'autres sites par la suite (sur d'autres éprouvettes), afin de pouvoir analyser plutôt les différences de comportement entre les divers paquets ferritiques et bainitiques (ferrite + précipités de cémentite).

On peut également remarquer que « les lignes de niveau » suivent quelquefois la limite des barrières microstructurales : sur la figure D-2, on distingue nettement un joint de grain, de part et d'autre duquel l'intensité du champ de déformation varie sensiblement.

L'EBSD devrait permettre de mettre en évidence la désorientation entre les différents paquets qui composent la microstructure : il sera alors possible de voir si on observe en particulier une désorientation importante entre les paquets qui présentent par ailleurs des variations importantes du champ de déformation (relation de cause à effet ?).

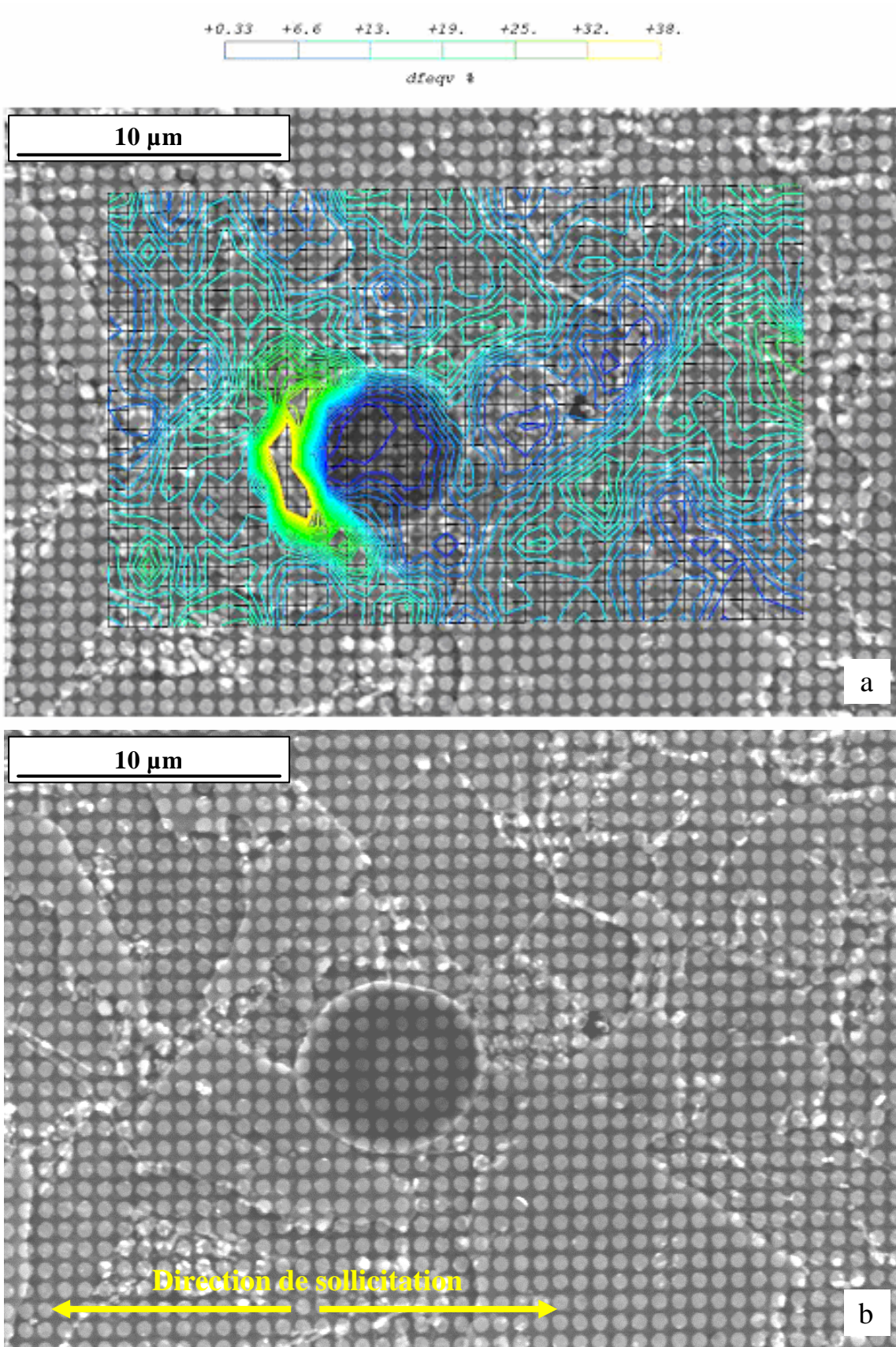


Figure D-1 : champ de déformation autour d'une inclusion de MnS  
 a) Eprouvette déformée - b) Eprouvette non déformée



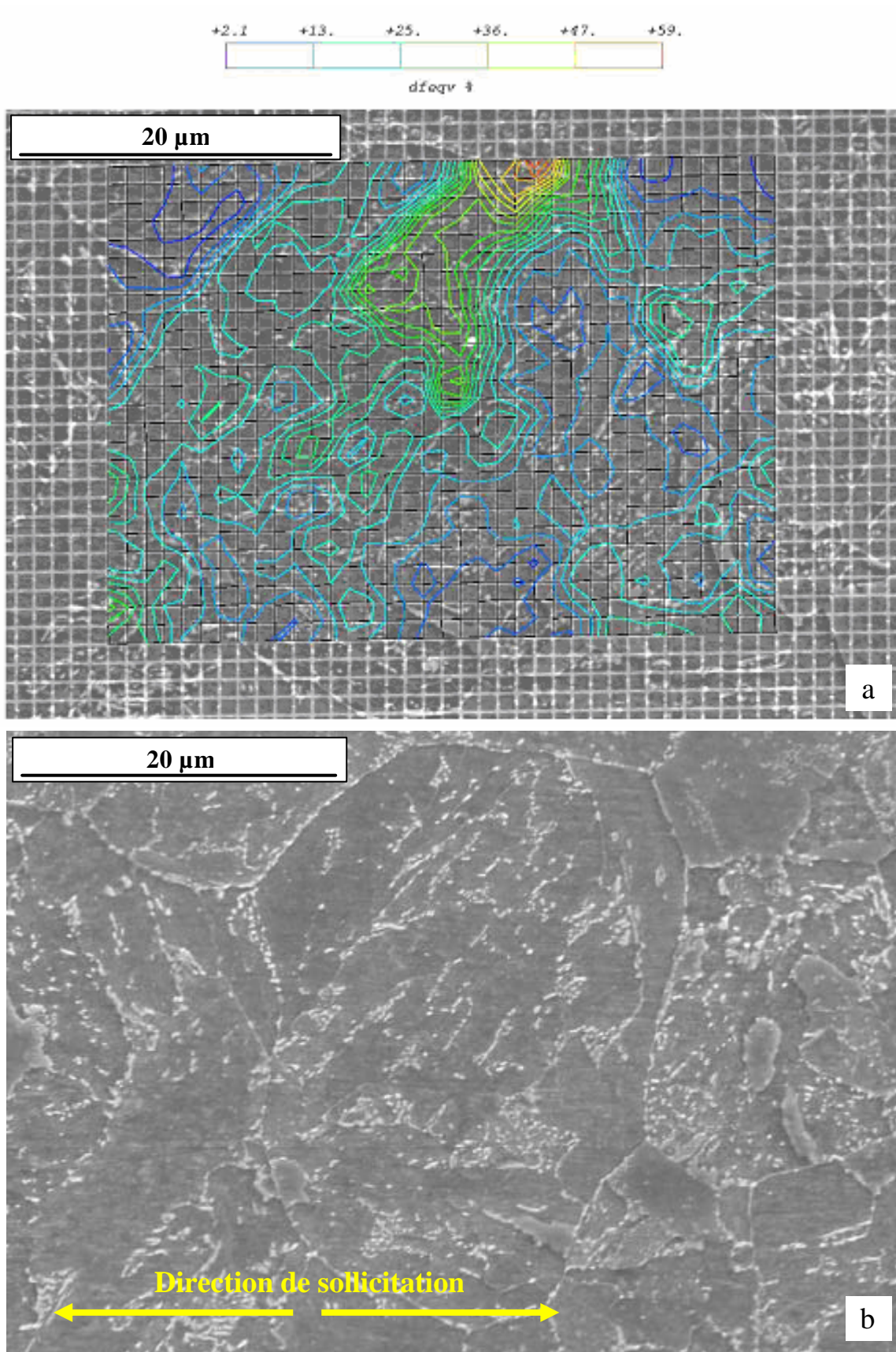


Figure D-2 : variation du champ de déformation à l'intérieur d'un grain  
 a) Eprouvette déformée - b) Eprouvette non déformée

Cette manipulation étant très difficile à mettre en oeuvre (plusieurs semaines de travail sont nécessaires pour chaque éprouvette), elle n'a hélas pas été rééditée lors d'autres essais : elle nous a toutefois permis de mettre au point la technique dans les deux laboratoires (LPMM-ENSAM et LMS) et de prévoir le type de résultats que l'on pourra en sortir. Cette technique peut se révéler très intéressante, si on la couple à l'avenir avec un essai de traction in-situ : il sera alors possible d'associer les champs de déformation locaux calculés par l'intermédiaire des microgrilles, à un état de contrainte déterminé par DRX et à un « évènement » microstructural observé au MEB (apparition de lignes de glissement, fissuration de la matrice, ...), afin d'établir des critères d'endommagement pertinents au cours du chargement.

# Annexe E

## Les modèles de Mori-Tanaka, autocohérent et de Hashin-Strikman

Les modèles de Mori-Tanaka (Hashin-Strikman) et autocohérent ont été développés, dans le but d'établir la distribution des contraintes et des déformations entre la ferrite et la cémentite du grain biphasé. Le matériau est considéré comme un assemblage de  $N+1$  classes de constituants : chacune d'entre elles est définie comme un ensemble de régions de l'espace possédant les mêmes propriétés mécaniques, les mêmes géométries et les mêmes orientations. On considère ensuite un représentant de chaque classe  $i$ , entouré du milieu homogène équivalent (milieu dont on cherche les constantes élastiques  $C$  et élastoplastiques  $L$ ).

### I. Modèle de Mori-Tanaka

Dans ce modèle, on considère une matrice (a) renforcée par une seule famille d'inclusions sphériques (b). On a alors deux phases a et b, de constantes élastiques  $C_a$  et  $C_b$  (voir A.2.2.).

### II. Modèle autocohérent

Si l'on considère un grain biphasé, les constituants seront les deux phases a et b. Par contre, pour le passage au polycristal, le matériau sera constitué de  $N$  grains biphasés (voir chapitre IV.A.).

La loi de comportement de chaque constituant est connue (loi de Hooke) :

$$\mathbf{s}_i = C_i \cdot \mathbf{e}_i$$

Pour chacune d'elle, la solution du problème de l'inclusion équivalente nous donne :

$$\mathbf{e}_i = [I + S \cdot C^{-1} \cdot (C_i - C)]^{-1} \cdot E,$$

où  $S$  est le tenseur d'Eshelby et  $E$  la déformation macroscopique.

Le tenseur de localisation a donc pour expression :

$$A_i = [I + S.C^{-1}.(C_i - C)]^{-1}$$

Avec  $\Sigma = \langle \mathbf{s}_i \rangle$ , on obtient :

$$\langle C.E \rangle = \langle C_i.A_i.E \rangle,$$

$$\text{soit } \langle C.E \rangle = \langle C_i.A_i \rangle.E,$$

$$\text{soit } C = \langle C_i.A_i \rangle,$$

$$\text{d'où } C = \left\langle C_i, [I + S.C^{-1}.(C_i - C)]^{-1} \right\rangle_i$$

Cette équation est implicite, car le terme  $C$  (module effectif recherché) est présent dans les deux membres de l'équation et les propriétés élastiques que l'on recherche sont contenues dans l'expression du tenseur d'Eshelby. Comme il s'agit d'une moyenne, cette relation est en fait une équation intégrale en  $C$ , qui sera résolue par itérations successives.

### III. Modèle de Hashin-Strikman

On procède de la même façon que précédemment, mais les différents constituants sont successivement introduits dans le constituant le plus mou (borne inférieure) ou le plus raide (borne supérieure). Le tenseur de localisation  $A_i$  reste le même.

#### **Bornes de Hashin-Strikman**

Pour les bornes inférieure et supérieure, on a :

$$\begin{cases} A_i^- = [I + S.C_{\min}^{-1}.(C_i - C_{\min})]^{-1} \\ A_i^+ = [I + S.C_{\max}^{-1}.(C_i - C_{\max})]^{-1} \end{cases}$$

La matrice étant soumise à des déformations  $E_0$  à l'infini, on pose ensuite :

$$\mathbf{e} = A^+.E_0$$

Si on calcule le tenseur de localisation pour la phase la plus raide, il vient :

$$A_{\max}^+ = [I + S.C_{\max}^{-1} \cdot (C_{\max} - C_{\max})]^{-1} = I$$

Avec  $\langle \mathbf{e}_i \rangle = \langle A_i^+ \cdot E_0 \rangle$ , on obtient :

$$E_0 = \langle A_i^+ \rangle^{-1} \cdot \langle \mathbf{e}_i \rangle,$$

$$\text{donc } \mathbf{e}_i = A_i^+ \cdot \langle A_i^+ \rangle^{-1} \cdot \langle \mathbf{e}_i \rangle$$

Et finalement :

$$\Sigma = \langle \mathbf{s}_i \rangle = \langle C_i \cdot \mathbf{e}_i \rangle,$$

$$\text{soit } \mathbf{S} = \langle C_i \cdot A_i^+ \langle A_i^+ \rangle^{-1} \cdot \langle \mathbf{e}_i \rangle \rangle,$$

$$\text{soit } \mathbf{S} = \langle C_i A_i^+ \rangle \cdot \langle A_i^+ \rangle^{-1} \cdot \langle \mathbf{e}_i \rangle,$$

$$\text{d'où } \Sigma = \langle C_i A_i^+ \rangle \cdot \langle A_i^+ \rangle^{-1} \cdot E,$$

donc l'expression finale de la borne supérieure de Hashin-Strikman est la suivante :

$$C_{HS^+} = \langle C_i \cdot A_i^+ \rangle \langle A_i^+ \rangle^{-1}$$

De la même façon, on peut montrer que  $C_{HS^-} = \langle C_i \cdot A_i^- \rangle \langle A_i^- \rangle^{-1}$

On remarque que pour la borne inférieure de Hashin-Strikman, on retrouve un tenseur de localisation identique à celui obtenu avec le modèle de Mori-Tanaka, où  $C_{eff} = C_a$

#### IV. Modélisation de la bainite

Considérons un grain biphasé, constitué de ferrite  $Fe$  (matrice) et d'inclusions de cémentite  $Fe_3C$  (inclusion anisotrope dans une matrice anisotrope). On suppose  $C_{Fe} = C_{Fe_3C}$

dans le domaine élastique. Lors du chargement, seule la ferrite plastifie, d'où l'utilisation du tenseur de rigidité élastoplastique  $l_{Fe}$ . Le modèle de Mori-Tanaka nous donne donc :

- les tenseurs de localisation  $e_{Fe}$  et  $e_{Fe_3C}$ ,
- le module tangent élastoplastique biphasé (voir chapitre IV.A.2.2.).

Lorsqu'on utilise le modèle autocohérent pour traduire le comportement du grain biphasé  $Fe/Fe_3C$ , on obtient :

$$C_{Fe/Fe_3C} = f_{Fe} \cdot C_{Fe} \cdot [I + S \cdot C_{Fe/Fe_3C}^{-1} \cdot (C_{Fe} - C_{Fe/Fe_3C})]^{-1} + f_{Fe_3C} \cdot C_{Fe_3C} \cdot [I + S \cdot C_{Fe/Fe_3C}^{-1} \cdot (C_{Fe_3C} - C_{Fe/Fe_3C})]^{-1}$$

→ il s'agit d'une équation implicite en  $C_{Fe/Fe_3C}$ , qui se programme très bien.

De la même façon, lors du passage au polycristal composé de  $N$  constituants  $i$ , il vient :

$$C = \sum_{i=1,N} f_i \cdot C_i \cdot [I + S \cdot C^{-1} \cdot (C_i - C)]^{-1},$$

où  $f_i$  est la fraction volumique de chaque constituant  $i$ .

Enfin, si l'on calcule les bornes de Hashin-Strikman, on trouve :

$$\begin{aligned} & \text{- borne inférieure : } A_i^- = [I + S \cdot C_{Fe}^{-1} \cdot (C_{Fe_3C} - C_{Fe})]^{-1} \\ & \text{- borne supérieure : } A_i^+ = [I + S \cdot C_{Fe_3C}^{-1} \cdot (C_{Fe} - C_{Fe_3C})]^{-1}, \end{aligned}$$

où la cémentite  $Fe_3C$  est la phase la plus dure.

Pour la borne inférieure de Hashin-Strikman, on retrouve bien le tenseur de localisation

$$T = [I + S \cdot C_{Fe}^{-1} \cdot (C_{Fe_3C} - C_{Fe})]^{-1} \text{ obtenu avec le modèle de Mori-Tanaka.}$$

# Annexe F

## Influence de la texture initiale sur les déformations des plans diffractants $e_{fy}$

Il est très intéressant d'introduire une texture initiale dans le modèle, afin de vérifier si nous reproduisons bien les mêmes ondulations que celles obtenues par DRX (voir chapitre III) : toutefois, la légère texture présente dans le matériau n'étant pas facile à générer par le calcul, nous avons tout d'abord considéré une texture initiale de laminage d'un système Cubique à Faces Centrées (cf figure F-1a), puis une texture initiale de laminage d'un système Cubique Centré (cf figure F-1b), lors d'un essai de traction à  $-60^{\circ}\text{C}$ .

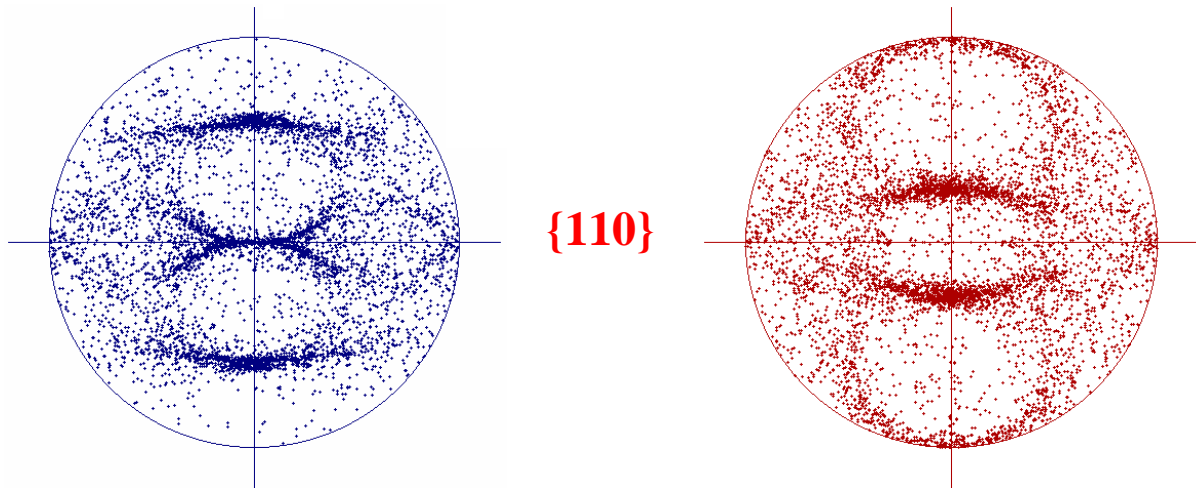


Figure F-1 : textures introduites dans le modèle a) Laminage CFC - b) Laminage CC

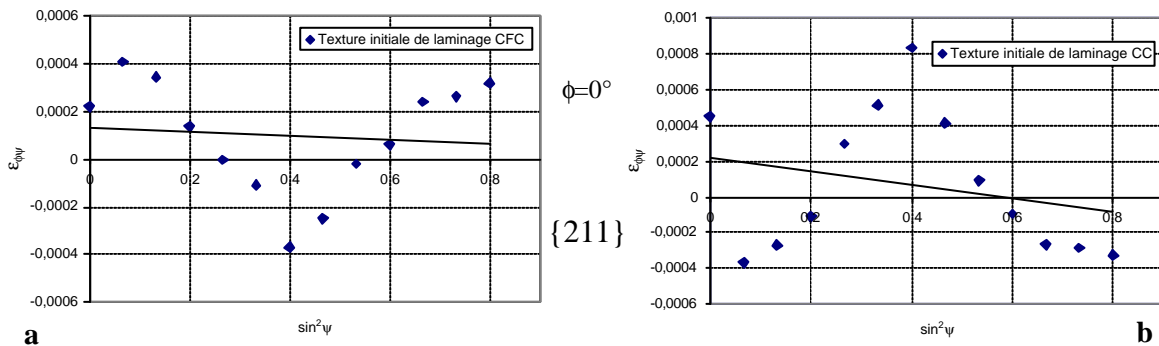
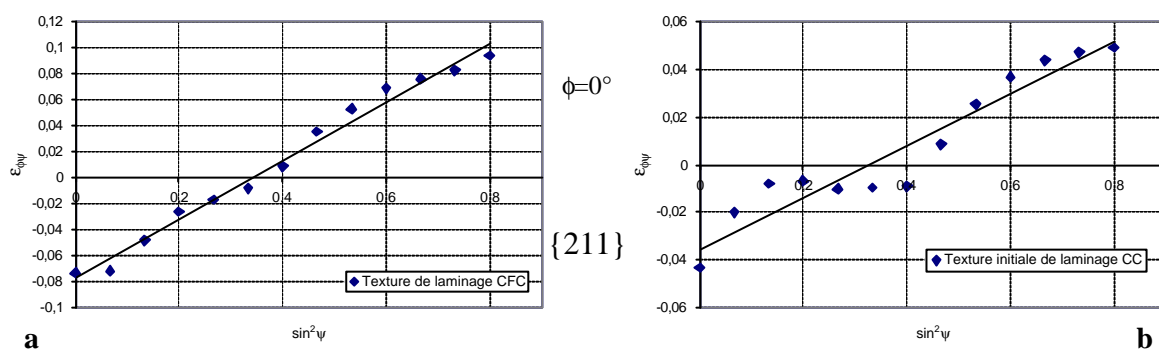


Figure F-2 : calcul des déformations  $e_{fy}$  après décharge (essai de traction à  $-60^{\circ}\text{C}$  : 15% de déformation) en considérant une texture initiale de laminage a) CFC - b) CC

Après décharge, la pente moyenne est négative dans les deux cas (cf figure F-2), ce qui traduit bien l'état de compression dans la ferrite après décharge : elle est plus grande si l'on considère une texture initiale de laminage CC, ce qui caractérise un état de contrainte plus important. En outre, les ondulations observées sont totalement différentes pour les deux textures - et même totalement inversées -, puisque les orientations qui sont moins contraintes que la moyenne macroscopique pour la texture initiale de laminage CFC, le sont beaucoup plus pour la texture initiale de laminage CC (et réciproquement).

Au cours du chargement, les ondulations varient également beaucoup avec la texture initiale (cf figure F-3).



**Figure F-3 : calcul des déformations  $\epsilon_{fy}$  au cours du chargement (traction à  $-60^{\circ}\text{C}$  : 15% de déformation) en considérant une texture initiale de laminage a) CFC - b) CC**

Elles sont globalement mieux définies (plus marquées) que pour un matériau non texturé (cf figure IV-18a), et lorsqu'on considère la texture initiale de laminage CC, elles sont parfaitement conformes à celles mesurées par [1] Inal *et al.* (cf figure IV-16b). Toutefois, pour comparer efficacement résultats expérimentaux et modélisation polycristalline, il faudrait bien sûr introduire dans cette dernière la véritable texture présente originellement dans le matériau.

L'existence d'une texture initiale est donc un paramètre très important dont il faut tenir compte, puisque non seulement les états de contrainte macroscopiques ne sont pas les mêmes en fonction de la texture considérée (surtout après décharge : la pente moyenne varie sensiblement), mais les ondulations obtenues sont également totalement différentes. Elles traduisent bien l'hétérogénéité des déformations intergranulaires en fonction des



orientations cristallographiques de chaque grain, qui est donc bien reproduite par le modèle : cette hétérogénéité provient de l'anisotropie de comportement élastique et plastique exacerbée par les fortes textures cristallographiques prises en compte.

## **Référence**

[1] Inal K., Lebrun J.L. et Belassel M., « *Mean second order stresses and strains in heterogeneous steels. Self-consistent modelling and X-ray diffraction analysis* », Metallurgical Transactions A, In press, 2004.

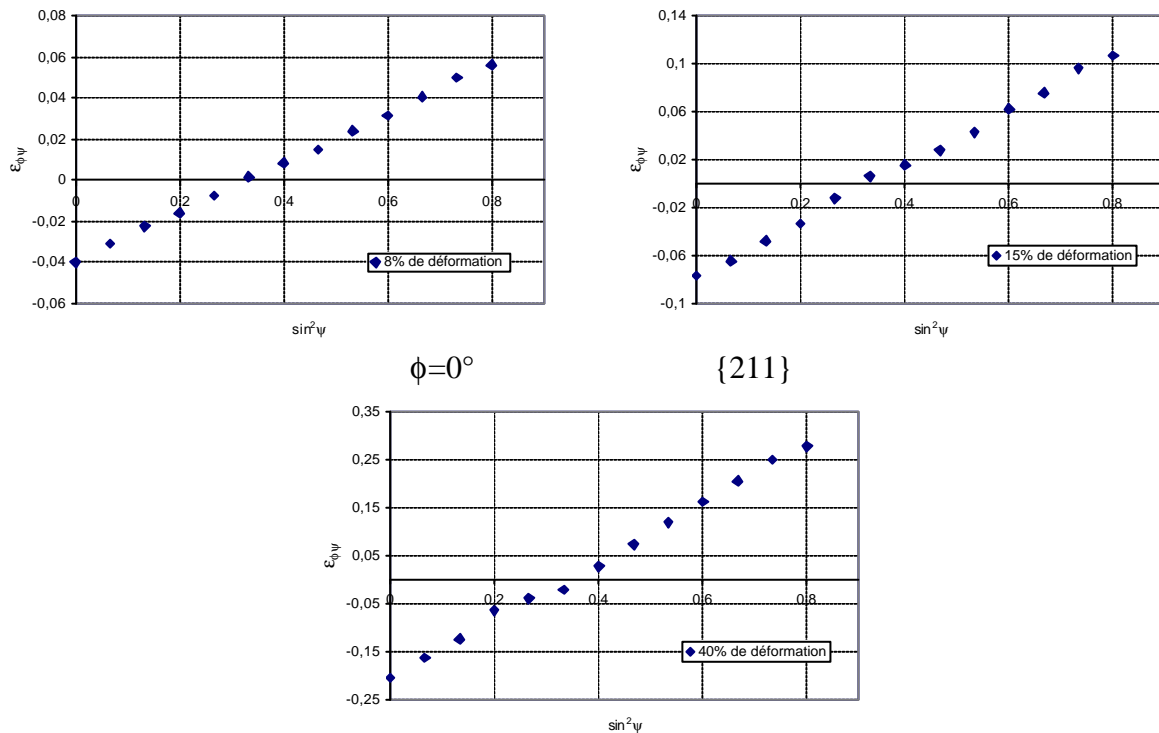


# Annexe G

Influence de la déformation macroscopique et de la température sur le niveau des déformations  $\epsilon_{fy}$

## I. Influence de la déformation macroscopique

Au cours du chargement, les ondulations des courbes  $\epsilon_{fy} = f(\sin^2 y)$  prédites par le modèle polycristallin varient très peu avec la déformation macroscopique appliquée (cf figure G-1).

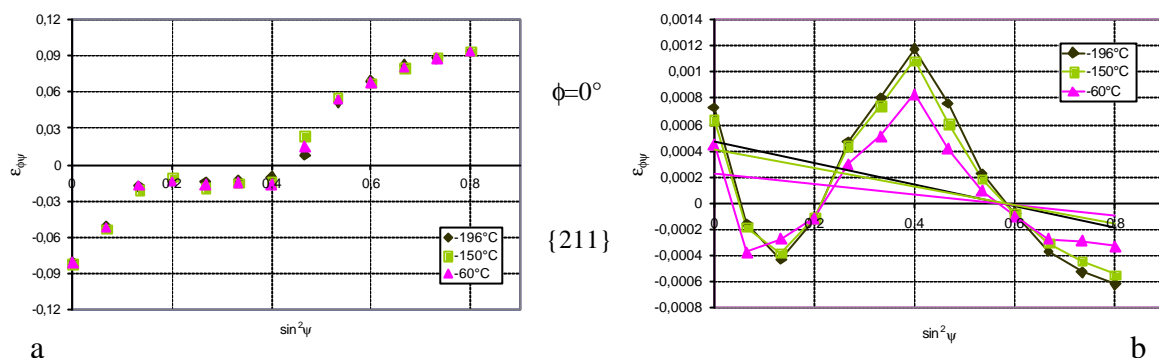


**Figure G-1 : influence de la déformation macroscopique sur l'allure des courbes  $\epsilon_{fy} = f(\sin^2 y)$  prédite par le modèle au cours du chargement (essai de traction à  $-60^\circ\text{C}$  ; pas de texture initiale)**

Par contre, le niveau des déformations  $\epsilon_{\phi\psi}$  augmente progressivement, comme c'est le cas après décharge.

## II. Influence de la température

Lorsqu'on introduit une texture initiale de laminage dans le modèle, l'évolution des courbes  $e_{fy} = f(\sin^2 \psi)$  au cours du chargement est quasiment identique entre  $-196^\circ\text{C}$  et  $-60^\circ\text{C}$  (cf figure G-2a) : la température n'a alors aucune influence sur les déformations  $\varepsilon_{\phi\psi}$ .

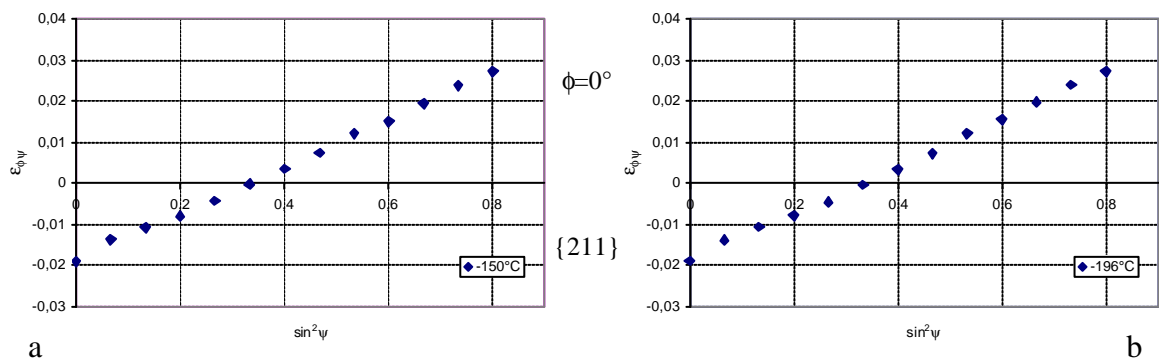


**Figure G-2 : influence de la température sur les courbes  $e_{fy} = f(\sin^2 \psi)$  simulées par le modèle (texture initiale de laminage ; 15% de déformation appliquée)**

a) Au cours du chargement - b) Après décharge

Après décharge, son rôle devient beaucoup plus important : lorsqu'elle diminue, la pente des courbes  $e_{fy} = f(\sin^2 \psi)$  augmente, ce qui traduit un état de contrainte résiduel dans la phase ferritique plus grand (cf figure G-2b).

Ces résultats sont identiques à ceux obtenus pour un matériau sans texture initiale (cf figure G-3 et chapitre V), ainsi que par DRX lors des mesures sur l'acier 16MND5.



**Figure G-3 : courbes  $e_{fy} = f(\sin^2 \psi)$  simulées au cours du chargement (pas de texture initiale ; 4% de déformation) a)  $-150^\circ\text{C}$  - b)  $-196^\circ\text{C}$**

# Annexe H

## Influence de la texture initiale sur le critère de rupture par clivage

Une texture de traction a été introduite dans le modèle, afin de déterminer son influence sur le critère de rupture par clivage lors d'un essai de traction à -150°C (cf figure F-1).

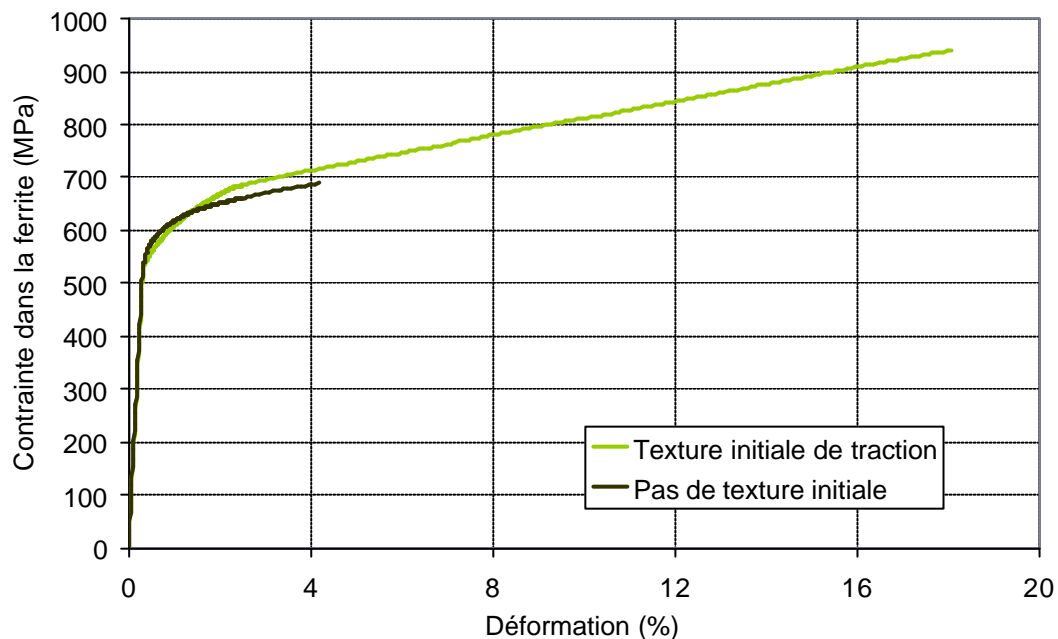


Figure F-1 : influence de texture initiale sur le critère de rupture par clivage (essai de traction à -150°C)

Cette figure montre clairement que le critère de rupture est atteint beaucoup moins rapidement avec une texture initiale de traction, bien que le niveau de contrainte macroscopique dans la ferrite soit beaucoup plus élevé : les grains ne sont alors pas orientés favorablement pour cliver, mais plutôt enclins à l'activité plastique, compte tenu de leur orientation stable de traction. Il faut donc bien faire attention à l'échelle considérée, car même si les déformations et les états de contrainte macroscopiques à rupture varient avec les textures introduites dans le modèle (que ce soit une contrainte dans la phase ferritique de 700MPa et une déformation de 4,1% pour un matériau sans texture initiale, ou une contrainte de 940MPa et une déformation de 18,1% pour un matériau texturé), le critère de clivage reste identique : dans tous les cas, le nombre de grains à avoir atteint la contrainte critique normale aux plans  $\{100\}$  ( $\sigma_{\{100\}}^c = 465\text{MPa}$ ) est toujours le même !

**Ecole Nationale Supérieure  
d'Arts et Métiers  
CER Franco-Allemand  
de METZ  
4, rue Augustin Fresnel  
57078 METZ CEDEX 3**

# ETUDE MICROMECHANIQUE ET CARACTERISATION EXPERIMENTALE DU COMPORTEMENT ET DE L'ENDOMMAGEMENT DE L'ACIER DE CUVE 16MND5 A BASSES TEMPERATURES

**RESUME :** Dans le cadre d'un vaste programme de recherche expérimental et numérique lancé par Electricité De France sur l'acier de cuve 16MND5, des essais de traction interrompus et in-situ sont réalisés à basses températures [-196°C;-60°C]. Ils permettent de coupler l'observation des éprouvettes entièrement cartographiées au microscope électronique à balayage (endommagement, initiation et propagation des microfissures) avec les états de contrainte déterminés par diffraction des rayons X, dans le but d'établir des critères pertinents. Toutes ces mesures permettent d'alimenter un modèle polycristallin de comportement et d'endommagement à deux échelles (Mori-Tanaka/autocohérent), qui est développé parallèlement à la caractérisation expérimentale. Ce modèle s'avère très performant, car il reproduit correctement l'influence de la température constatée expérimentalement : l'état de contrainte dans la ferrite reste inférieur à celui de la bainite (l'écart ne dépasse jamais 150MPa), alors que la cémentite est beaucoup plus chargée. L'hétérogénéité des déformations et des contraintes par orientations cristallographiques est également bien traduite, tout comme la rupture par clivage suivant les plans {100} du cristal de ferrite (plans identifiés par electron back scattered diffraction lors d'un essai de traction in-situ à -150°C), qui survient plus rapidement lorsque la température diminue, pour une contrainte constante dans cette phase d'environ 700MPa.

**Mots-clés :** *microstructure, matériau biphasé, essais de traction in-situ, microscopie électronique à balayage, diffraction des rayons X, comportement, contraintes internes, mécanismes d'endommagement, influence de la température, modélisation polycristalline*

## A MICROMECHANICAL ANALYSIS AND AN EXPERIMENTAL CHARACTERISATION OF THE BEHAVIOR AND THE DAMAGING PROCESSES OF A 16MND5 PRESSURE VESSEL STEEL AT LOW TEMPERATURES

**ABSTRACT:** As part of an important experimental and numerical research program launched by Electricité De France on the 16MND5 pressure vessel steel, sequenced and in-situ tensile tests are realized at low temperatures [-196°C;- 60°C]. They enable to associate the observation of specimens, the complete cartography of which has been made with a scanning electron microscope (damaging processes, initiation and propagation of microcracks), with the stress states determined by X-ray diffraction, in order to establish relevant criteria. All these measurements enable to supply a two-scale polycrystalline modeling of behavior and damage (Mori-Tanaka/self-consistent) which is developed concurrently with the experimental characterization. This model proves to be a very efficient one, since it correctly reproduces the influence of temperature experimentally defined: the stress state in ferrite remains less important than in bainite (the difference never exceeds 150MPa), whereas it is much higher in cementite. The heterogeneity of strains and stresses for each crystallographic orientation is well rendered; so is cleavage fracture normal to the {100} planes in ferrite (planes identified by electron back scattered diffraction during an in-situ tensile test at -150°C), which occurs sooner when temperature decreases, for a constant stress of about 700MPa in this phase.

**Keywords:** *microstructure, two-phase material, in-situ tensile tests, scanning electron microscopy, X-ray diffraction, behavior, internal stresses, damaging processes, influence of temperature, polycrystalline modeling*

