



**HAL**  
open science

**Étude du comportement mécanique à chaud de l'acier  
P91 : vers la compréhension du rôle des mécanismes  
intra/intergranulaires sur la tenue en fluage. Application  
aux structures soudées**

Mathieu Touboul

► **To cite this version:**

Mathieu Touboul. Étude du comportement mécanique à chaud de l'acier P91 : vers la compréhension du rôle des mécanismes intra/intergranulaires sur la tenue en fluage. Application aux structures soudées. Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2012. Français. NNT : 2012ENMP0075 . pastel-00819229

**HAL Id: pastel-00819229**

**<https://pastel.hal.science/pastel-00819229>**

Submitted on 30 Apr 2013

**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.

École doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

**Doctorat ParisTech**

**T H È S E**

pour obtenir le grade de docteur délivré par

**l'École nationale supérieure des mines de Paris**  
**Spécialité Sciences et Génie des matériaux**

*présentée et soutenue publiquement par*

**Mathieu TOUBOUL**

le 27 novembre 2012

***Etude du comportement mécanique à chaud de l'acier P91  
Vers la compréhension des mécanismes intra/intergranulaires  
sur la tenue en fluage:  
Application aux structures soudées***

Directeurs de thèse : **Jérôme CRÉPIN**  
Co-directeur de thèse : **Gilles ROUSSELIER**

**Jury**

**M. François HILD**, Directeur de recherche CNRS, LMT-Cachan  
**M. Bertrand WATTRISSE**, Professeur des Universités, LMGC Montpellier  
**M. Laurent TABOUROT**, Professeur des Universités, Symme, Université de Savoie  
**Mme Eva HERIPRE**, Ingénieure de recherche CNRS, LMS Ecole Polytechnique  
**M. Ludovic VINCENT**, Ingénieur de recherche CEA, CEA, Saclay  
**M. Jérôme CREPIN**, Maître de recherche, Centre des Matériaux Mines ParisTech  
**M. Félix LATOURTE**, Ingénieur de Recherche EDF, EDF les Renardières  
**M. Gilles ROUSSELIER**, Conseiller Scientifique, Centre des Matériaux Mines ParisTech  
**M. Sylvain LECLERCQ**, Chercheur Sénior EDF, EDF les Renardières

Président  
Rapporteur  
Rapporteur  
Examinatrice  
Examinateur  
Directeur de thèse  
Examinateur (co-encadrant)  
Invité (co-encadrant)  
Invité

**T  
H  
È  
S  
E**







## **REMERCIEMENTS**

Je tiens à remercier tout d'abord Jacques Besson pour avoir accepté ma candidature au sein de la chaire EDF/GDF, GrT Gaz.

Je tiens ensuite à adresser mes remerciements à l'ensemble des membres de mon jury : François Hild pour avoir accepté la présidence de mon jury de thèse, Bertrand Wattrisse et Laurent Tabourot en tant que rapporteurs de ce travail ainsi que Ludovic Vincent pour sa participation à ce jury. La prise en compte de leurs remarques durant la séance de questions et dans les rapports ont permis d'améliorer ce manuscrit.

Je tiens à remercier doublement Eva Héripré, d'une part sa participation à mon jury de thèse et surtout d'autre part pour son aide lors des essais de microlithographie que j'ai réalisés au LMS. A travers elle, je remercie également les quelques personnes que j'ai croisées dans ce laboratoire (Daniel, Alexandre, ...) qui ont également permis la réalisation de ces manip parfois compliquées.

Je remercie également Félix Latourte et Sylvain Leclercq, mes encadrants industriels EDF, pour l'intérêt qu'ils ont porté à cette étude. Leurs remarques et questions tout au long de ces trois ans m'ont permis d'apporter rigueur et précision à chacun des résultats obtenus. J'espère ainsi que ces derniers leur seront utiles pour des sujets futurs.

Je remercie évidemment mes deux directeurs de thèse (et oui pour me supporter, il en fallait bien deux...) Jérôme Crépin et Gilles Rousselier. Ils m'ont laissé une totale liberté pour mener à bien ce sujet de recherche. Je tiens également à les remercier pour leur soutien et encouragements pendant toute cette thèse et surtout dans la dernière ligne droite de préparation à la soutenance.

Gilles, merci pour ta disponibilité et tes conseils sur tous les aspects numériques qui composent cette thèse.

Jérôme, tout d'abord merci de ta confiance en m'ayant proposé à la fin de mon stage de fin d'étude cette étude. Je tiens à te remercier pour ta disponibilité et ses longues discussions que cela soit sur des sujets plus sérieux comme la mesure de champ ou plus légers comme le PSG ou le tennis...

Je voudrais profiter de ces quelques lignes pour remercier les membres de la société ARMELIO qui m'ont accueilli juste après la fin de ma thèse. Merci à Catherine, Alain, Grégory, Gautier et Sandra (ton vœux est exaucé !!!) pour leur soutien et encouragements durant cette période de 2 mois où j'ai cumulé les fonctions de thésard préparant sa soutenance de thèse et ingénieur de recherche. Je tiens également à les remercier pour m'avoir laissé une souplesse d'organisation dans mes nouvelles fonctions pour préparer au mieux cette soutenance.

Un grand merci à l'ensemble du personnel du Centre des Matériaux.

Tout d'abord l'ensemble de l'atelier qui permet à nous les expérimentateurs d'avoir des éprouvettes d'une grande qualité grâce à leur savoir-faire.

Je voudrais également remercier tous les techniciens du groupe MM : Anne pour ton aide sur la microscopie à balayage et l'EBS, Julie pour ton soutien lors des essais de fluage sous vide (mais aussi pour ta patience lors de phase de remise en état de cette machine) ainsi qu'Abdenour pour ton appui lors des essais de traction.

Je tiens également à remercier Maria, Fabrice et Lyn-Thy pour leur aide des manips liés à la microscopie.

J'adresse aussi mes remerciements à Djamel pour son aide et son humour lors de tous mes blocages (et il y en a eu...) sur Zébulon.

Je tiens à remercier également l'ensemble des responsables scientifiques de mon groupe de recherche : Anne Françoise Gourgues avec qui j'ai pu beaucoup échanger sur les 9%Cr, Lucien Laiarinandrasana pour sa gentillesse à chaque passage dans mon bureau.

Merci à l'équipe administrative du CdM qui aide les thésards dans les différentes démarches : Liliane, Odile pour trouver des articles « introuvables », Véronique pour l'organisation des déplacements en conférence, Konaly pour son aide pour l'organisation de cette soutenance.

Je n'oublie pas non plus Catherine à l'accueil pour son « bonjour » quotidien.

Je n'oublierai pas dans cette liste de remerciements Troy pour ces cours d'anglais très amusants (mais aussi instructifs). Ces deux heures hebdomadaires étaient comme une pause dans la thèse. Merci également pour la vidéo qui sera gardée précieusement... *Thank you for all.*

Je tiens à remercier chaleureusement l'ensemble des thésards avec lesquels j'ai passé ces trois années : Anthony, Olivier, Antonin, Emmanuel, Laure-Line, Morgane, Julian, Guillaume, Prajwal, Auréliane, Antoine, Alice, Flora et Charlotte avec lesquels j'ai passé d'agréables moments mais également ceux (encore thésards ou non) que j'ai croisé pendant une période un peu plus courte Victor, Mamane, Judith, Delphine, Clara, Edouard, Pierre-François, Laurent, Thomas, Florine, Aurélie, Pauline... J'espère n'avoir oublié personne dans cette liste.

Je souhaiterais également remercier Dominique et Noémie (doctorants à l'ONERA) : merci pour votre aide dans tout ce qui a concerné les éléments cohésifs et merci d'être venus me soutenir le jour de ma soutenance.

Je voudrais aussi remercier mes « supporters » du 27 Novembre Mériadeg, Mélanie, Mériem, Guillaume, Franck, Minghao et Emma pour votre soutien en ce jour particulier. Merci pour vos encouragements et plein de courages pour la suite de vos thèses.

Un grand merci également aux thésards qui m'ont « subi » (je pense que l'on peut légitimement employer ce terme quand on me connaît) dans ce fameux bureau B106, bureau dans lequel se mêlaient discussions hautement scientifiques et grandes rigolades : merci à Arthur, Henri-Alexandre, Philippe et Melchior. Merci pour leur soutien. Je vous souhaite beaucoup de réussites dans la fin de la rédaction de vos manuscrits. Je n'oublie pas non plus les « anciennes » Clémence et Florence.

Enfin, je remercie ma famille pour son soutien sans faille au cours de toutes ses années. J'espère que cette soutenance ainsi que ces quelques pages qui suivent vous permettront de mieux comprendre mon travail de thèse.

# TABLES DES MATIERES

<b>REMERCIEMENT .....</b>	<b>5</b>
<b>TABLES DES MATIERES .....</b>	<b>7</b>
<b>LISTE DES ABRÉVIATIONS UTILISÉES DANS CE MANUSCRIT.....</b>	<b>11</b>
<b>INTRODUCTION.....</b>	<b>13</b>
<b>CHAPITRE 1 : LES CENTRALES THERMIQUES A FLAMMES .....</b>	<b>17</b>
1. PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT .....	18
2. LE THERMIQUE A FLAMME DANS LE MONDE.....	19
3. LE THERMIQUE A FLAMME EN FRANCE .....	20
4. LE PROBLEME DE POLLUTION (REJET DE CO <sub>2</sub> , SO <sub>2</sub> ET NO <sub>x</sub> ).....	21
5. LES CENTRALES A CYCLES COMBINES .....	21
6. LES CENTRALES A CHARBON DE DEMAIN .....	22
<b>CHAPITRE 2 : LES PROCEDES DE SOUDAGE.....</b>	<b>23</b>
1. DEFINITION .....	24
2. PRESENTATION DES PRINCIPAUX PROCEDES DE SOUDAGE POUR LES METAUX.....	24
2.1. Quelques exemples.....	24
2.2. Procédé de soudage de mon étude : soudage à arc submergé (SAW : Submerged Arc Welding)	25
3. LES DIFFERENTES PARTIES D'UN CORDON DE SOUDURE.....	26
4. DEFAUTS DE SOUDURE .....	27
5. TENUE MECANIQUE D'UN JOINT SOUDE.....	30
6. LA FISSURE DE TYPE IV .....	31
<b>CHAPITRE 3 : LE MATERIAU, UN JOINT SOUDE P91 .....</b>	<b>33</b>
1. PRESENTATION DU MATERIAU.....	34
1.1. Composition chimique et condition d'utilisation.....	34
1.2. Structures cristallographiques.....	35
1.3. Les carbures et précipités MX et M <sub>23</sub> C <sub>6</sub> .....	40
1.4. Les phases de Laves.....	42
1.5. La phase Z.....	42
2. LA SOUDURE DU P91.....	44
2.1. La soudabilité de cet acier.....	44
2.2. Le procédé de soudage et le traitement thermique choisi .....	44
2.3. La composition de la ZAT et sa cristallographie .....	45
2.4. La zone faible : l'ICHAZ.....	51
<b>CONCLUSION .....</b>	<b>53</b>



---

**CHAPITRE 4 : IDENTIFICATION DES LOIS DE COMPORTEMENT DE MATERIAUX A GRADIENT DE PROPRIETES DEMONTRANT L'INTERET DES MESURES DE CHAMP ..... 55**

<b>1. LE CONTEXTE .....</b>	<b>56</b>
<b>2. LA METHODE DE CORRELATION D'IMAGES .....</b>	<b>56</b>
2.1. <i>Le principe .....</i>	56
2.2. <i>Les problèmes de contraste.....</i>	58
2.3. <i>Influence de la température.....</i>	59
<b>3. DEMARCHE EXPERIMENTALE.....</b>	<b>60</b>
<b>4. IDENTIFICATION DE PARAMETRES DE LOIS DE COMPORTEMENT A L'AIDE DE LA MESURE DE CHAMP .....</b>	<b>62</b>
4.1. <i>Méthode de l'écart à l'équilibre .....</i>	64
4.2. <i>Méthode des champs virtuels.....</i>	64
4.3. <i>Méthode de l'erreur en relation de comportement (ERC).....</i>	65
4.4. <i>Méthode par recalage par éléments finis .....</i>	66
4.5. <i>Méthode de l'écart à la réciprocité .....</i>	67
<b>CONCLUSION .....</b>	<b>68</b>

**CHAPITRE 5 : ETUDE EXPERIMENTALE EN TRACTION DE LA ZONE SOUDEE ..... 69**

<b>1. GEOMETRIE DES EPROUVETTES .....</b>	<b>70</b>
<b>2. PROTOCOLE EXPERIMENTAL .....</b>	<b>71</b>
2.1. <i>Choix du motif élémentaire .....</i>	71
2.2. <i>Essais à température ambiante.....</i>	73
2.3. <i>Essais à 625°C.....</i>	74
<b>3. SIMULATIONS NUMERIQUES .....</b>	<b>76</b>
<b>4. COMPORTEMENT A TEMPERATURE AMBIANTE .....</b>	<b>77</b>
4.1. <i>Courbe de traction.....</i>	77
4.2. <i>Zone de rupture.....</i>	82
4.3. <i>Modèle de comportement.....</i>	83
4.4. <i>Méthode d'optimisation.....</i>	84
4.5. <i>Comparaison des champs de déformations .....</i>	85
4.6. <i>Comparaison expérience – simulation .....</i>	86
4.7. <i>Influence du taux de triaxialité des contraintes .....</i>	87
4.8. <i>Analyse de l'influence des conditions de chargement.....</i>	88
4.9. <i>Robustesse de l'identification (ajout de bruit).....</i>	92
<b>5. COMPORTEMENT A 625°C.....</b>	<b>94</b>
5.1. <i>Courbes de traction .....</i>	94
5.2. <i>Zone de rupture.....</i>	97
5.3. <i>Evolution de la loi matériau .....</i>	98
5.3.1. <i>Simple Norton .....</i>	98
5.3.2. <i>Double Norton et ajout de paramètres dans l'écrouissage.....</i>	102
<b>CONCLUSION .....</b>	<b>106</b>

**CHAPITRE 6 : ETUDE DU COMPORTEMENT EN FLUAGE DU P91 107**

<b>1. LE FLUAGE .....</b>	<b>111</b>
1.1. <i>Une microstructure adaptée pour résister au fluage .....</i>	111
1.2. <i>Etude des propriétés mécaniques du matériau en fluage .....</i>	112
<b>2. NOS CONDITIONS EXPERIMENTALES .....</b>	<b>112</b>
2.1. <i>Le dispositif expérimental.....</i>	112
2.2. <i>Les conditions d'essais choisis .....</i>	115
<b>3. DEPOUILLEMENT MACROSCOPIQUE .....</b>	<b>115</b>
<b>4. LES MECANISMES D'OXYDATION.....</b>	<b>117</b>
<b>5. LES MECANISMES DE RUPTURE EN FLUAGE .....</b>	<b>118</b>
5.1. <i>Rupture intergranulaire dans la zone soudée.....</i>	118
5.2. <i>Etude des hétérogénéités de déformation à l'échelle microstructurale.....</i>	120
5.2.1. <i>Microextensométrie appliquée aux essais de fluage.....</i>	120
5.2.2. <i>Essai de fluage à fort niveau de contrainte (100MPa).....</i>	132
5.2.3. <i>Essai de fluage à faible niveau de contrainte (60MPa).....</i>	134
<b>6. ETUDE PAR SIMULATION NUMERIQUE DU GLISSEMENT AUX JOINTS DE GRAINS .....</b>	<b>137</b>
6.1. <i>Présentation générale des éléments cohésifs.....</i>	137
6.2. <i>Loi cohésive utilisée.....</i>	142
6.3. <i>Choix du modèle cristallin .....</i>	144
<b>7. VALIDATION SUR UNE STRUCTURE TEST DES LOIS DE COMPORTEMENTS CHOISIES .....</b>	<b>146</b>
7.1. <i>Description du maillage.....</i>	147
7.2. <i>Description des conditions aux limites .....</i>	147
7.3. <i>Simulations sans éléments cohésifs.....</i>	147
7.4. <i>Simulation avec utilisation d'éléments cohésifs.....</i>	156
<b>CONCLUSION .....</b>	<b>171</b>
 <b>CONCLUSIONS GENERALES ET PERSPECTIVES .....</b>	 <b>173</b>
 <b>ANNEXE .....</b>	 <b>175</b>
<b>ANNEXE A : MESURE DE DEFORMATION EN 2D PAR CORRELATION D'IMAGES PAR APPROCHE LOCALE .....</b>	<b>177</b>
<b>ANNEXE B: FLUAGE .....</b>	<b>189</b>
<b>ANNEXE C : INFLUENCE DES PARAMETRES DE LA LOI COHESIVE SUR LA REPOSE D'UNE INTERFACE.....</b>	<b>199</b>
<b>ANNEXE D: COUPLAGE CHAMPS EXPERIMENTAUX/ CHAMPS NUMERIQUES .....</b>	<b>203</b>
 <b>BIBLIOGRAPHIE .....</b>	 <b>207</b>



## **LISTE DES ABRÉVIATIONS UTILISÉES DANS CE MANUSCRIT**

**MB:** métal de base ou **BM** en anglais pour base metal

**ZAT:** Zone Affectée Thermiquement

**ICHAZ:** (Intercritical Heat Affected Zone)  
Zone Affectée Thermiquement chauffée dans le domaine intercritique

**FGHAZ:** (Fine grain Heat Affected Zone)  
Zone affectée Thermiquement à petits grains

**CGHAZ:** (Coarse grain Heat Affected Zone)  
Zone Affectée Thermiquement à Gros Grains

**WM:** (Weld Metal) Métal Fondu

Sauf mention contraire, les teneurs en éléments chimiques sont données en pourcentage massique.



## INTRODUCTION

L'amélioration continue de la performance et du rendement des centrales électriques ne peut être obtenue qu'au prix d'un élargissement constant du domaine de fonctionnement de leurs composants. Dans ce cadre, l'augmentation des pressions et températures de services (jusqu'à 625°C dans le cadre des centrales thermiques à flamme) nécessite le développement et l'utilisation de nouveaux matériaux aux performances accrues. De plus, cette augmentation du rendement des centrales thermiques devra s'accompagner d'une baisse de rejet de CO<sub>2</sub> de la part de ces équipements, car ceci est une problématique essentielle du XXI<sup>ème</sup> siècle, identifiée par le Grenelle de l'environnement [[www.legrenelle-environnement.fr](http://www.legrenelle-environnement.fr)]. En outre augmenter le rendement de 30-35% à 42-47% réduit les émissions de CO<sub>2</sub> de 30% [Hald 2008]. A l'heure actuelle, les aciers ferrito-martensitiques de la famille 9Cr, tels le P91, sont considérés comme les meilleurs candidats permettant d'optimiser le rapport performance mécanique à haute température sur coût de fabrication, du fait notamment de leurs excellentes propriétés thermomécaniques et de leur bonne résistance à la corrosion. Dans cette étude, nous nous intéresserons aux conduits qui relient la chaudière à la turbine. Ces derniers sont de très grandes dimensions (plusieurs dizaines de mètres) et donc impossibles à fabriquer en une seule opération. Il faut par conséquent souder des segments les uns aux autres. En outre, certains incidents récents survenus au cours du fonctionnement de centrales thermiques ont montré que les soudures de ces alliages pouvaient développer des mécanismes d'endommagement à plus ou moins long terme, aboutissant parfois à des ruptures précoces des composants réalisés en P91. De fait, il existe un besoin de prédiction de l'évolution de ces mécanismes de dégradation et de leur nocivité, qui passe par la caractérisation et la modélisation du comportement des soudures en P91.

Dans les domaines de contrainte et de température auxquels nous nous intéressons dans cette étude (au dessous de 100MPa et 625°C) les ruptures ont lieu dans la ZAT (Zone Affectée Thermiquement). Or cette zone est de petite dimension, seulement quelques millimètres, vis-à-vis de la structure et présente une hétérogénéité microstructurale importante, source de gradients de propriétés mécaniques. Si l'on souhaite caractériser mécaniquement chacune des zones microstructurales composant le joint soudé, les techniques traditionnelles d'extensométrie ne peuvent être utilisées du fait de la taille de la base de mesure. On s'appuiera sur les techniques de mesure de champs par corrélation d'images. En effet les techniques de mesures de champs cinématiques permettent d'obtenir l'évolution d'une grandeur (déplacement, déformation, température ...) sur une zone étendue avec de très bonnes précisions de la mesure et résolution spatiale. De nombreuses études d'identification de loi de comportement sur matériau hétérogène ont déjà été effectuées [Sierra 2007, Latourte 2008, Molak 2008, Sutton 2008, Tattoli 2010,] mais très peu sur le comportement à haute température de matériaux et pour des lois de comportement de type élasto-viscoplastiques.

Les objectifs de cette étude sont donc les suivants :

Tout d'abord établir et valider une méthode d'identification de paramètres de loi de comportement pour un matériau à gradient de propriétés mécaniques. En effet, le soudage entraîne des cycles thermiques différents selon la distance de la ligne de fusion. Ceci induit des gradients de microstructure et par conséquent de propriétés mécaniques. Cette procédure d'identification se fera sur des essais de traction à température ambiante puis à 625°C (température de fonctionnement des centrales thermiques à flamme). Elle devra permettre la

reproduction par simulations numériques des champs de déformation expérimentaux ainsi que la prédiction de la zone de rupture du matériau testé.

D'autre part, nous proposerons de prendre en compte les effets de vitesse de sollicitation qui se traduisent d'un point de vue expérimental par un changement de mécanismes de déformation et par voie de conséquence de zone de rupture entre le fluage dislocation (pour un fort niveau de contraintes) et le fluage diffusion (pour un faible niveau de contrainte). Le modèle de comportement devra être capable de décrire les localisations de la déformation que se soit pour les mécanismes intra ou intergranulaire.

La présentation de ce travail s'articule autour de 6 chapitres :

Le **chapitre 1** présente le contexte industriel de l'étude à savoir les centrales thermiques à flamme en expliquant le principe de fonctionnement de ces installations. Une présentation de la part d'électricité produite grâce aux centrales thermiques à flamme montre l'importance de ce type de production dans le monde mais également en France pendant les périodes de forte consommation. Ce chapitre présente aussi les motivations d'EDF pour la construction de nouvelles centrales thermiques à flamme et par conséquent les nouvelles conditions d'utilisation des matériaux composant ces équipements.

Le **chapitre 2** introduit la problématique de cette étude qui concerne les zones soudées en décrivant le procédé de soudage utilisé pour la fabrication des tuyauteries en P91 de notre étude. Ce chapitre présente également les défauts qui peuvent être engendrés par l'opération de soudage. La problématique de la fissure de type IV qui réduit la durée de vie des joints soudés en fluage y est exposée.

Le **chapitre 3** présente le matériau de l'étude avec dans un premier temps la description de la microstructure du matériau de base en s'intéressant à la taille de grain et à la description de la cristallographie du matériau ainsi qu'une revue bibliographique des différentes natures de précipités que l'on peut trouver dans ce matériau. Puis la microstructure de chaque partie du joint soudé est décrite en présentant la taille de grain et la texture. Ce chapitre se termine par une description des mécanismes responsables de la rupture en fluage.

Le **chapitre 4** concerne une revue bibliographique sur les techniques de corrélation d'images, avec un intérêt particulier pour les sources d'erreur. Ce chapitre inclut également une description des principales techniques d'identification des paramètres de lois de comportement à l'aide de la mesure de champs.

Le **chapitre 5** présente l'application de la corrélation d'images et notamment l'identification de paramètres de lois de comportement à partir de la mesure de champs à des essais de traction et traction-relaxation à température ambiante et à 625°C. La méthode d'identification utilisée est décrite dans ce chapitre ainsi que sa validation. De plus, il y est décrit les résultats expérimentaux dans les deux domaines de températures étudiés avec une comparaison dans chacun des cas avec des simulations numériques.

Comme j'ai pu l'indiquer précédemment nous nous intéressons ici à des structures soumises à des sollicitations de type fluage ce qui introduit des changements de mécanismes de rupture.

C'est pourquoi le **chapitre 6** s'intéresse au comportement de l'acier P91 en fluage et plus particulièrement à celui de l'ICHAZ (zone mécaniquement la plus faible où se situe les

ruptures pour ce type de sollicitation) en décrivant tout d'abord les différents mécanismes pouvant avoir lieu pendant ce type d'essai mécanique [Eggeler 1994, Masuyama 2000, Gaffard 2005, Tabuchi 2006, Watanabe 2006]. Ce chapitre présente ensuite le protocole expérimental utilisé pour obtenir les champs de déformation en fluage. Par la suite, ce chapitre porte sur la simulation numérique avec l'introduction d'éléments cohésifs dans un agrégat multicristallin afin de simuler à la fois le glissement intragranulaire associé aux déformations plastiques mais aussi le glissement intergranulaire associé au glissement aux joints de grains. Les tests numériques portent sur une microstructure virtuelle composée de 4 grains.





## **Chapitre 1 : Les centrales thermiques à flammes**

### **SOMMAIRE :**

---

<b>1. PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT.....</b>	<b>18</b>
<b>2. LE THERMIQUE A FLAMME DANS LE MONDE .....</b>	<b>19</b>
<b>3. LE THERMIQUE A FLAMME EN FRANCE.....</b>	<b>20</b>
<b>4. LE PROBLEME DE POLLUTION (REJET DE CO<sub>2</sub>, SO<sub>2</sub> ET NOX) .....</b>	<b>21</b>
<b>5. LES CENTRALES A CYCLES COMBINES .....</b>	<b>21</b>
<b>6. LES CENTRALES A CHARBON DE DEMAIN.....</b>	<b>22</b>

---

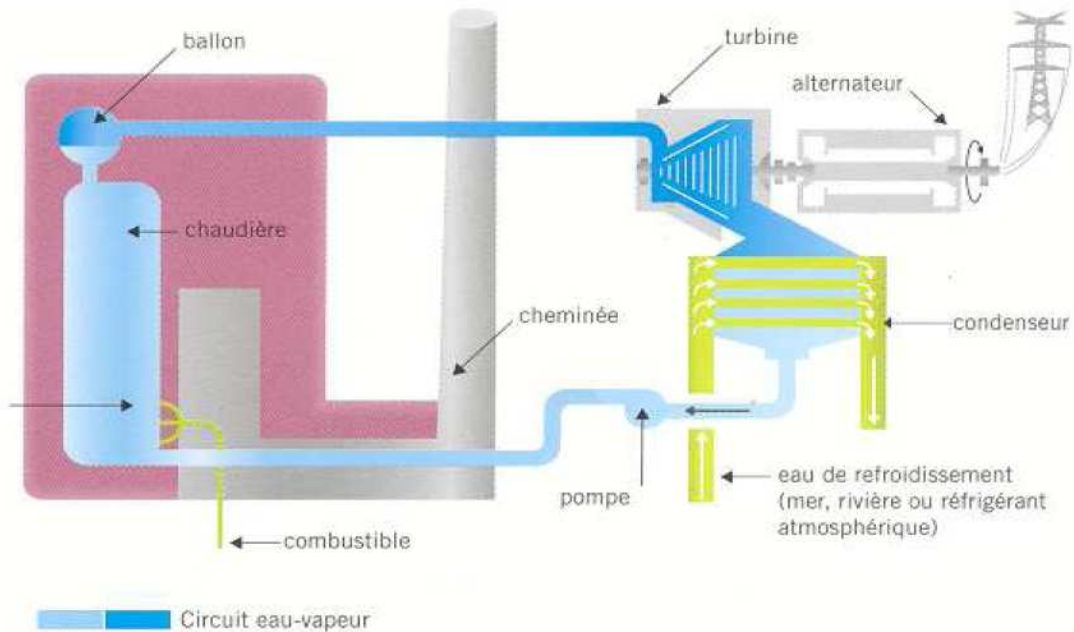
## **1. Principe de fonctionnement**

La source de chaleur associée à la combustion de charbon, pétrole, gaz naturel, voire gaz issus de hauts-fourneaux chauffe un fluide (souvent de l'eau) qui passe de l'état liquide à l'état gazeux (vapeur par exemple), ce gaz entraîne une turbine accouplée à un alternateur qui transforme l'énergie cinétique de la turbine en énergie électrique (Figure 1-1). Pour entraîner la turbine, il faut que la pression à sa sortie soit plus faible qu'à l'entrée. La baisse de pression à la sortie de la turbine est obtenue en condensant le gaz, en aval de cette dernière, à l'aide d'une source froide. Le fluide condensé est en général réutilisé comme source de vapeur et effectue un cycle thermodynamique fermé. La cogénération consiste à produire conjointement de la chaleur pour un procédé industriel ou le chauffage urbain, afin d'améliorer le rendement global. Le matériau étudié, l'acier P91, est notamment utilisé dans les centrales thermiques à flammes. Ce type de centrale peut lui même être divisé en deux catégories : les centrales au gaz et les centrales au charbon.

Une centrale au gaz est une centrale électrique consommant un gaz à fort pouvoir calorifique, tel du gaz naturel. Ce type de centrale constitue une part importante de la production d'électricité dans les pays producteurs de gaz. Les progrès récents faits dans la réalisation des turbines de moyenne puissance permettent d'utiliser avantageusement les centrales au gaz pour réaliser de la cogénération. Les réserves de gaz naturel sont sans commune mesure avec les réserves de pétrole, car elles ne sont exploitées que depuis la fin des années 1960. Alors que l'utilisation du pétrole et de ses dérivés devrait théoriquement perdurer jusqu'en 2050 environ, la pénurie de gaz naturel devrait survenir vers 2150 dans l'état actuel de la connaissance des réserves prouvées [dossier presse EDF, 2010]. Un autre avantage d'une centrale thermique concerne sa modularité. Quelques minutes suffisent, en effet, à démarrer les turbines à combustion. Quelques heures suffisent pour qu'une centrale thermique à flamme à l'arrêt atteigne sa pleine puissance. Avec une puissance modulable et rapidement disponible, les centrales thermiques permettent d'ajuster en temps réel la production d'électricité nécessaire au jour le jour pour couvrir les pointes de consommation du matin et du soir, ou en continu pendant les périodes très froides ou de sécheresse.

Les centrales au charbon ont connu quelques progrès techniques au XX<sup>e</sup> siècle, dont la combustion sur lit fluidisé, puis les cycles supercritiques, qui ont permis d'en améliorer les rendements (passant d'environ 35 % pour les centrales mises en service dans les années 1970 à 46 % pour des procédés supercritiques disponibles au début des années 2000) tout en diminuant leur pollution [dossier presse EDF, 2010]. En France, Le charbon n'est plus produit, mais reste en périodes de pointe et de semi-base le combustible fossile majoritaire pour la production électrique à partir de centrales thermiques. De plus, les centrales au charbon sont répertoriées comme sources de pollution de l'air et restent, en Chine, un problème majeur. Le mercure (naturellement accumulé dans certains charbons), le soufre, (sources de pluies acides) et le CO<sub>2</sub> sont les sources des principaux problèmes.

Schéma de fonctionnement d'une centrale thermique à flamme « classique »



Le combustible, charbon ou fioul est brûlé dans une chaudière. La chaleur dégagée transforme de l'eau en vapeur. Cette vapeur entraîne une turbine couplée à un alternateur, qui génère l'électricité. Elle redevient ensuite eau en traversant le condenseur, puis repart pour un nouveau cycle vers la chaudière.

Figure 1-1 : Fonctionnement d'une centrale thermique à flamme [dossier presse EDF, 2010]

## 2. Le thermique à flamme dans le monde

Dans le monde, ce type de production d'énergie représentait 68% de la production mondiale d'électricité en 2007 (cf. Figure 1-2).

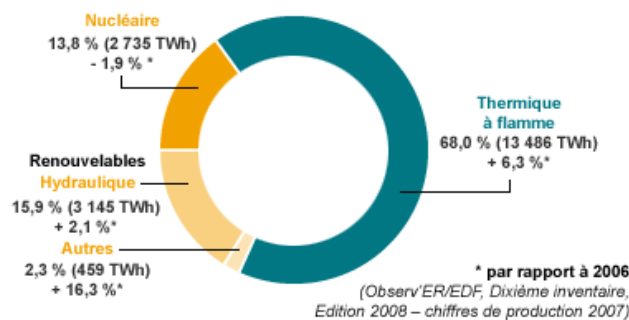


Figure 1-2 : Répartition des différentes sources de production d'électricité dans le monde [edf.fr]

L'essentiel de la production d'électricité mondiale est réalisé à partir du thermique à flamme du fait du développement industriel de pays tels que la Chine qui dispose de grandes réserves de charbon. Ce type de production sera dans l'avenir très utilisé par les pays émergents (Chine, Inde, Brésil...) car d'une part, les réserves de charbon sont en abondance dans ces pays et que d'autre part, l'investissement nécessaire à la construction de centrales thermiques est peu important au regard de celui des autres types d'installation. Pour leur part, les pays industrialisés vont renouveler leur parc de centrales thermiques à flamme existant en utilisant des technologies plus propres.

### 3. Le thermique à flamme en France

En France, ces centrales ont été utilisées comme moyen de production de base de l'électricité entre 1950 et 1980. Le parc thermique à flamme géré par EDF compte 28 unités de puissances différentes réparties sur 15 sites. Parmi toutes les formes de production d'énergie électrique d'EDF, les centrales thermiques sont utilisées principalement « en pointe » et viennent en complément des installations nucléaires qui fournissent « la base » et répondent à la demande quotidienne récurrente. Ainsi, en France, en 2008, 10% de la production annuelle d'EDF provient de centrales thermiques à flamme (cf. Figure 1-3). Ce qui en fait la troisième source de production d'électricité, derrière les énergies renouvelables.

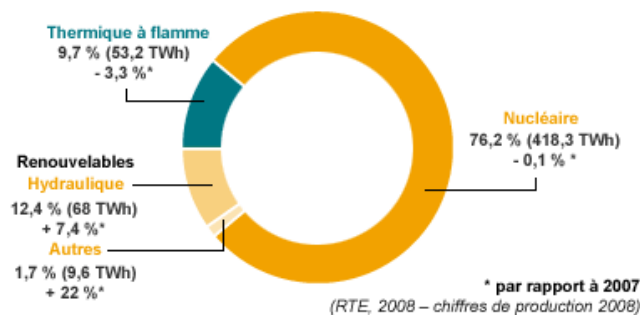


Figure 1-3 : Répartition des différentes sources de production d'électricité en France en 2008 [edf.fr]

La vocation des centrales thermiques à flammes en France est donc de répondre aux fluctuations de la demande en énergie et de satisfaire les pics de consommation de plus en plus amples et fréquents. L'électricité ne pouvant pas être stockée, EDF adapte en effet en temps réel sa capacité de production à la consommation. Le thermique à flamme permet de faire face aux variations brutales de la demande, comme par exemple lors de pics de consommation aux heures de pointe ou lors de vagues de froid ou de grande sécheresse. Au bilan, les centrales thermiques sont mises en service entre 2500 et 5000h environ par an pour les centrales thermiques au charbon et entre 200 et 1500h par an pour les centrales fonctionnant au fioul. De plus, seulement 12 minutes suffisent aux turbines à combustion les plus performantes pour commencer à produire de l'électricité.

#### **4. Le problème de pollution (rejet de CO<sub>2</sub>, SO<sub>2</sub> et NO<sub>x</sub>)**

Les émissions polluantes étant directement liées à la sollicitation des centrales thermiques, EDF améliore le rendement de ses centrales pour optimiser la quantité de combustible utilisé. Depuis plus de 10 ans, EDF quantifie ses émissions de CO<sub>2</sub> et a réduit de 50% les émissions atmosphériques de ses centrales thermiques. Cette quantification peut-être vérifiée par des organismes extérieurs accrédités.

Pour permettre d'abaisser encore plus ses rejets atmosphériques, EDF utilise différentes techniques [dossier presse EDF 2010] :

- L'utilisation de combustibles de meilleure qualité, comme des charbons moins cendreux et des fiouls à très basse teneur en soufre. Ainsi, les unités de production au fioul, récemment remises en service, utilisent désormais du fioul à 0,55 % de soufre, c'est à dire du fioul à très basse teneur en soufre (TTBTS).
- La désulfuration des fumées permet de réduire de 90 % les émissions de dioxyde de soufre. Avant que les fumées n'atteignent la cheminée, elles passent au travers d'une eau saturée en calcaire, pour les « laver ». Ce procédé est installé sur les trois unités de production charbon 600 MW les plus récentes (Cordemais et Le Havre).
- La dénitrification des fumées permet de réduire de 80 % les émissions d'oxydes d'azote (NO<sub>x</sub>). Ce résultat est obtenu en captant les NO<sub>x</sub> avec une installation de dénitrification. Première en France à cette échelle, les installations de dénitrification sont en service sur les trois unités charbon 600 MW de Cordemais et du Havre. Elles permettent d'anticiper de presque 10 ans l'application des directives européennes.

#### **5. Les centrales à cycles combinés**

Flexibles et respectueux de l'environnement, les cycles combinés, qui fonctionnent au gaz naturel, permettent, pour chaque kilowattheure produit, de réduire de moitié les émissions atmosphériques de dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>), de diviser par trois les oxydes d'azote (NO<sub>x</sub>) et de supprimer les émissions d'oxydes de soufre (SO<sub>2</sub>) par rapport aux moyens de production «classiques » [dossier presse 2010] (Figure 1-4). Le groupe EDF est sollicité par de nombreux pays industrialisés ou en voie de développement pour concevoir, construire et exploiter ce type de centrales. EDF a ainsi mené un programme de développement de cycles combinés gaz à l'étranger aujourd'hui opérationnel : Norte Fluminense (780 MW) au Brésil, Phu My 2.2 (715 MW) au Vietnam, et récemment SLOE Centrale (870 MW) aux Pays-Bas [dossier presse EDF 2010].

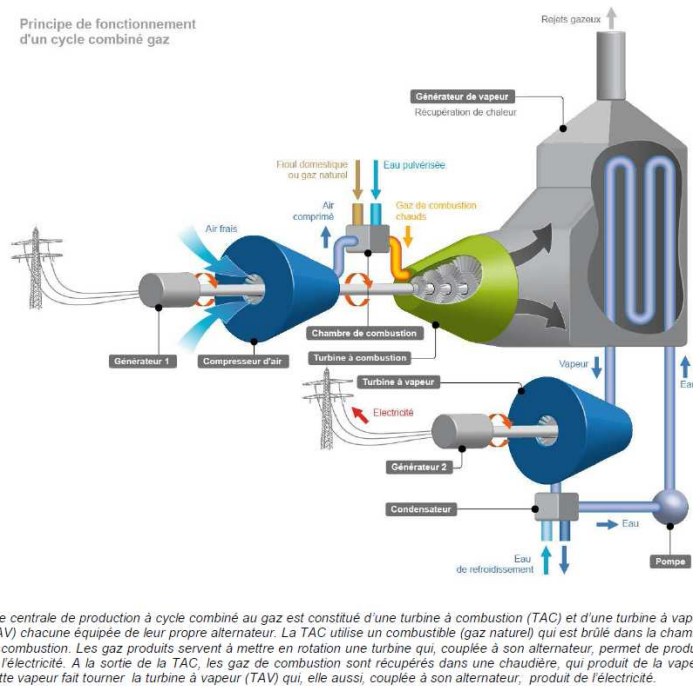


Figure 1-4 : Fonctionnement d'une centrale à cycles combinés [dossier presse EDF, 2010]

## 6. Les centrales à charbon de demain

Caractérisées par un meilleur rendement, ces centrales (dites supercritiques fonctionnant à 563°C et 25MPa ou ultra supercritiques fonctionnant au dessus de 565°C) produisent plus d'électricité pour une même quantité de charbon brûlé. Par exemple, en Allemagne, la première pierre de la centrale à charbon supercritique « RDK8 » d'EnBW a été posée en 2008, à Karlsruhe [dossier presse EDF 2010]. Elles réduisent proportionnellement les émissions de CO<sub>2</sub>, grâce à une meilleure combustion. La quantité de rejet de CO<sub>2</sub> est diminuée de 22% grâce aux centrales ultra supercritiques. Leurs équipements de désulfuration et de dénitrification prévus dès la conception permettent de réduire encore les concentrations en oxydes de soufre (jusqu'à 90%), oxydes d'azote (jusqu'à 80%) et poussières [dossier presse EDF 2010]. Elles diffèrent des centrales actuelles par une température et une pression de fonctionnement plus élevées, qui nécessitent encore des efforts de recherche pour développer des matériaux résistants à des températures supérieures à 600/700°C pour des périodes de fonctionnement de plusieurs dizaines d'années [dossier presse EDF 2010]. C'est dans ce cadre qu'a été choisi le P91 qui est un matériau ayant une bonne résistance au fluage, à la corrosion et à l'oxydation. EDF investit dans cette technologie, et ambitionne de développer des centrales au charbon de dernière génération. Parallèlement, EDF poursuit ses efforts de recherche pour tester, lorsqu'elles seront disponibles, les technologies susceptibles de réduire les émissions de CO<sub>2</sub>. C'est dans ce cadre que se placent mes travaux de recherche qui consistent à mieux appréhender le comportement mécanique des joints soudés en acier P91. En effet, du fait des dimensions importantes des canalisations réparties au sein d'une centrale thermique, ces structures nécessitent des opérations d'assemblage. Opérations, comme le soudage, qui, sans parler d'apparition de défauts de soudage, induisent des modifications microstructurales du matériau et par conséquent des modifications de comportements mécaniques, qu'il est alors nécessaire de caractériser. Le chapitre suivant s'attardera donc à présenter les procédés de soudage d'un point de vue général mais aussi appliqué à notre cas de figure.

## Chapitre 2 : Les procédés de soudage

### SOMMAIRE :

---

<b>1. DEFINITION .....</b>	<b>24</b>
<b>2. PRESENTATION DES PRINCIPAUX PROCEDES DE SOUDAGE POUR LES METAUX.....</b>	<b>24</b>
2.1. <i>Quelques exemples.....</i>	<i>24</i>
2.2. <i>Procédé de soudage de mon étude : soudage à arc submergé (SAW : Submerged Arc Welding).....</i>	<i>25</i>
<b>3. LES DIFFERENTES PARTIES D'UN CORDON DE SOUDURE.....</b>	<b>26</b>
<b>4. DEFAUTS DE SOUDURE .....</b>	<b>27</b>
<b>5. TENUE MECANIQUE D'UN JOINT SOUDE.....</b>	<b>30</b>
<b>6. LA FISSURE DE TYPE IV .....</b>	<b>31</b>

---



## 1. Définition

Le soudage est l'opération consistant à réunir deux ou plusieurs parties constitutives d'un assemblage, de manière à assurer la continuité entre les parties à assembler (continuité de la nature des matériaux assemblés : matériaux métalliques, matières plastiques, etc.), soit par chauffage, soit par intervention de pression, soit par l'un et l'autre, avec ou sans emploi d'un produit d'apport dont la température de fusion est du même ordre de grandeur que celle du matériau de base (matériau constitutif des éléments à souder).

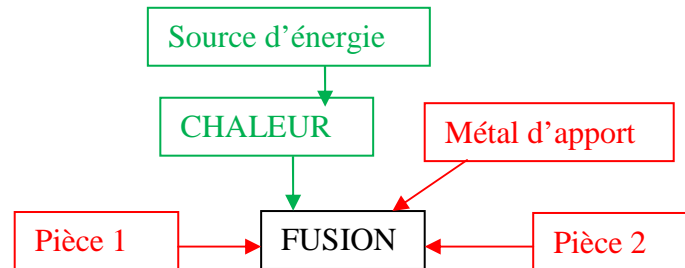


Figure 2-1 : Principe d'une soudure

Les procédés de soudage sont de plus en plus employés car ils permettent d'obtenir une structure 10% plus légère que celle obtenue par assemblage boulonné [www.otua.fr]. Le soudage assure une continuité métallique de la pièce lui conférant ainsi des caractéristiques, au niveau de l'assemblage, équivalentes à celles du métal assemblé. Il répond donc à la problématique de garantir la possibilité d'imposer des sollicitations élevées. Il est durable car insensible aux variations de température, aux conditions climatiques...pour finir il garantit l'étanchéité de la pièce à souder. En outre, on maîtrise de plus en plus ce système d'assemblage en contrôlant par contrôle non destructif les défauts qui peuvent apparaître. L'inconvénient réside toutefois dans la nécessité d'un opérateur qualifié car cette tâche demande expérience, précision et savoir-faire.

L'acier est le métal le plus facile à souder, car on peut utiliser avec lui toute une gamme de procédés de soudage. Dans l'ère industrielle, c'est l'acier qui a le plus bénéficié du soudage.

## 2. Présentation des principaux procédés de soudage pour les métaux

### 2.1. Quelques exemples

Il existe différents procédés pour réaliser une soudure, ces derniers sont résumés sur la Figure 2-2.

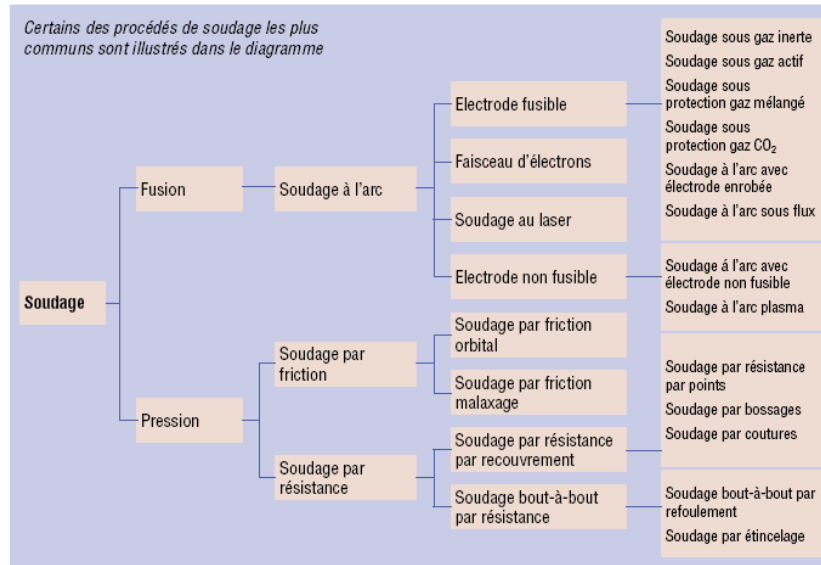


Figure 2-2 : Différents procédés de soudage [STRUERS]

Le plus ancien procédé de soudage s'appelle le soudage à forge, il consistait à chauffer les bords des pièces à souder jusqu'à ce qu'ils deviennent blancs (ceci signifie que la température est d'environ 1000°C) puis à les assembler en les juxtaposant et en les martelant.

## 2.2. Procédé de soudage de mon étude : soudage à arc submergé (SAW : Submerged Arc Welding)

Le joint soudé de mon étude a été réalisé par SAW (Figures 2-3 et 2-4) pour toutes les passes.



Figure 2-3 : Soudage SAW (sous flux en poudre).

L'arc électrique jaillit sous le flux en poudre. Quand le flux fond, le cordon de soudure apparaît [www.otua.org]

Ce procédé mis au point aux États-Unis arriva en Europe en 1935 et apporta un mode de soudage à la mesure des constructions de l'industrie lourde. La source de chaleur est un arc électrique qui jaillit entre un fil d'électrode nu (diamètre 1,2 à 6 mm), alimenté soit en courant continu, soit en courant alternatif, et la pièce à souder, sous un lit de flux en poudre (appelé

aussi fondant) [www.smgr.com]. L'alimentation en flux est assurée séparément par une goulotte placée en avant du fil, alors que l'excès de flux est récupéré en arrière par un aspirateur. À l'amorçage, l'arc éclate au sein de la poudre. Il se crée alors une cavité remplie de gaz (CO et CO<sub>2</sub>) qui est entourée de flux fondu. Ce dernier étant conducteur, une partie de l'énergie est transmise au bain par effet joule. Le courant continu plus généralement utilisé ne cède la place au courant alternatif que dans le cas où les intensités de soudage dépassent environ 600A et notamment, évite les inconvénients et déboires causés par le soufflage magnétique. Dans notre étude, l'intensité du courant est de 420A et le courant est alternatif. Le soudage à l'arc submergé s'applique principalement au soudage des aciers sur des tôles épaisses et sur une longue distance. De façon générale, il n'est utilisé que pour le soudage d'épaisseur supérieure à 5 mm. Du fait que l'arc ne soit pas visible, le soudage à l'arc submergé est surtout utilisé de manière automatique, rarement semi-automatique. Un avantage que procure ce procédé est qu'il peut être totalement automatisé, l'opérateur fixe le courant, la vitesse de course et l'alimentation du fil [www.smgr.com]. Convenant bien sur chantier à cause du flux recouvrant le bain et de l'absence de rayonnement, il a de nombreuses applications en construction navale, d'appareils sous pression, de poutres, de tubes de gros diamètre et également en rechargement où le fil peut être double (arc tandem) ou même remplacé par un feuillard de diverses largeurs. Pour améliorer la précision de la soudure, on peut également ajouter un système laser de guidage des têtes de soudage qui veille au positionnement exact des soudures intérieures et extérieures et au recouvrement optimal de celles-ci [www.smgr.com].

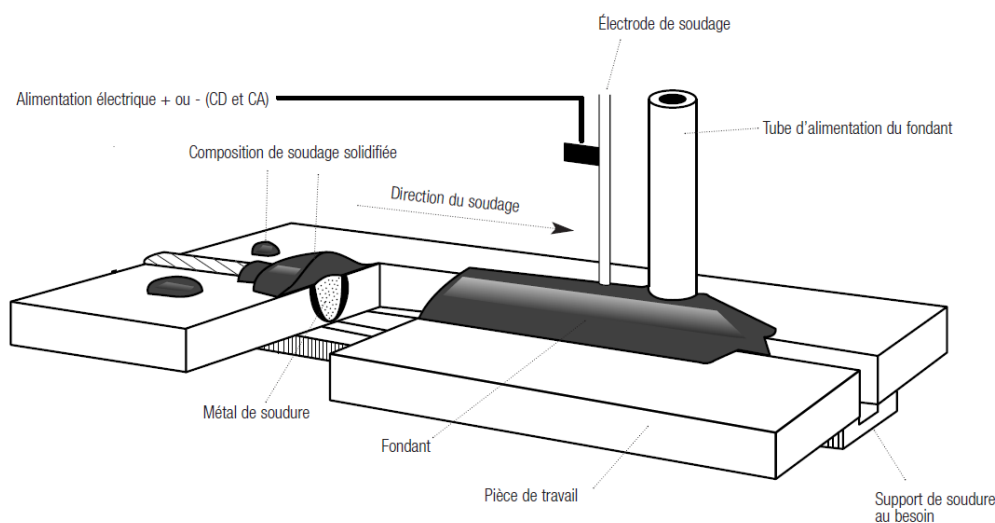


Figure 2-4 : Schéma de fonctionnement d'un soudage SAW [Godin 2000]

### **3. Les différentes parties d'un cordon de soudure**

Un cordon de soudure est composé de différentes parties (cf. Figure 2-5) :

- le métal de base est le matériau constitutif des éléments à souder ;
- le métal d'apport est la matière dont est constituée l'électrode utilisée dans le processus de soudage ;
- la racine désigne l'endroit de l'assemblage jusqu'où le métal d'apport a pénétré (aspect envers sur la Figure 2-5) ;
- la face représente la surface extérieure de la soudure ( finition sur la Figure 2-5) ;

— le pied correspond à la ligne de séparation, sur la face de la soudure, entre le métal de base et le métal d'apport ;

— la zone affectée thermiquement (ou ZAT) est la partie du matériau de base qui n'est pas rentrée en fusion avec le métal d'apport mais qui, par contre, a subi un échauffement et un refroidissement très rapides au passage de l'arc de soudage conduisant à une modification de la microstructure du métal de base. Dans le cas des aciers, cette zone se traduit par un durcissement du matériau et peut dès lors acquérir un comportement fragile. Cette zone peut être divisée en trois sous-zones : une zone à gros grains (CGHAZ), une zone à grains fins (FGHAZ) et une zone intercritique (ICHAZ).

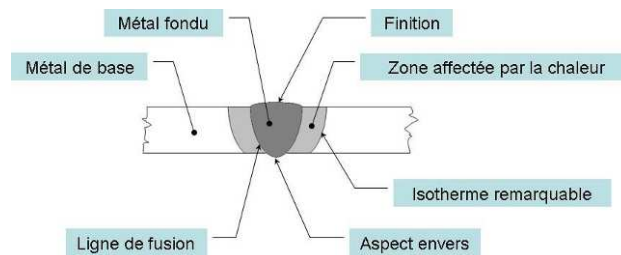


Figure 2-5 : Les différentes zones d'un joint soudé

#### 4. Défauts de soudure

Lors d'une opération de soudage, de nombreux paramètres tels que l'énergie de soudage, le gaz, le fil utilisé, la vitesse d'avance, peuvent intervenir sur la qualité du cordon. Ainsi de mauvais réglages ou un matériel inadapté peuvent entraîner l'apparition de nombreux défauts. En effet, lorsque l'on chauffe le métal certains mécanismes comme la diffusion sont activés. Il peut alors apparaître un phénomène appelé ségrégation pendant lequel des impuretés ou éléments d'alliage migrent aux joints de grains, ce qui facilite la rupture fragile intergranulaire. Pour éviter ce problème, on effectue parfois un recuit de la pièce (chauffage de toute la pièce afin d'homogénéiser l'ensemble). Lors du soudage, on peut également trouver des porosités qui sont des défauts sphériques creux qui peuvent être ou non débouchants. Ces porosités sont causées par les courants d'air, le manque de gaz, l'obstruction de la buse, un mauvais angle de soudage, de l'eau ou des impuretés dans le joint à souder. Dans le cas de porosités non débouchantes, elles peuvent être appelées soufflures (Figure 2-6), alors que dans le cas de porosités débouchantes, elles prennent le nom de piqûres.

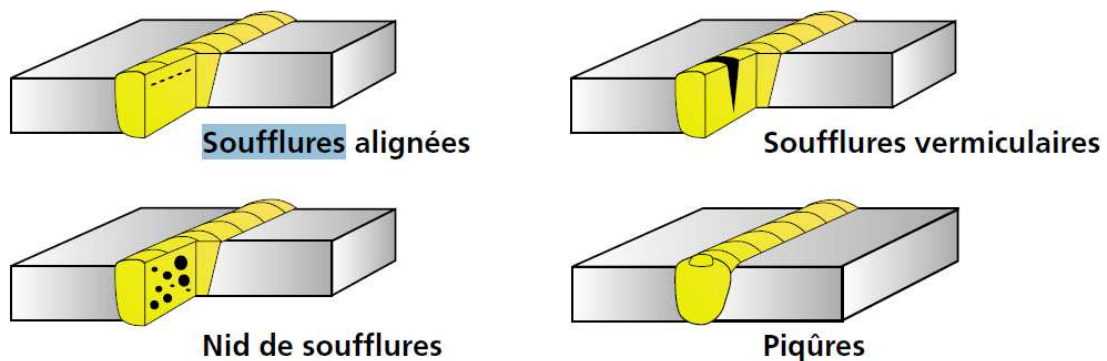


Figure 2-6 : Les différents types de soufflures [CSMOFMI, les défauts de soudure]

On peut également voir apparaître des inclusions qui sont des composés étrangers à la soudure et peuvent contenir du Tungstène (cas du soudage TIG) ou du laitier (soudage à l'électrode enrobée ou baguette) ou encore des oxydes. Suite au retrait du métal lors de son refroidissement, un espace vide peut apparaître à la surface ou à l'intérieur du cordon, on parle alors de retassures. Ce type de défaut est inacceptable si l'étanchéité n'est pas assurée. Au cours d'une soudure, le métal peut également déborder du côté envers du cordon dans le cas de l'excès, on parle alors d'excès de pénétration (Figure 2-7). Ces défauts proviennent de mauvaises conditions opératoires (vitesse trop grande, intensité du courant insuffisante, carence en métal d'apport). Ils créent un affaiblissement plus ou moins important du joint et un risque de corrosion ultérieure.

### Excès de pénétration

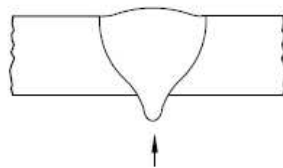


Figure 2-7 : Un excès de pénétration [CSMOFMI, les défauts de soudure]

A l'opposé il peut y avoir un manque de pénétration ou un collage. On distingue le collage noir où l'interface entre le métal de base et la soudure est vide et le collage blanc, où l'interface est cette fois-ci comblée par des oxydes fondus. Ils créent un affaiblissement plus ou moins important du joint et un risque de corrosion ultérieure.

Pendant une soudure, il peut apparaître des fissures que l'on classe en deux catégories :

- La fissuration à froid est essentiellement due à l'hydrogène dissout dans le métal fondu et qui a diffusé dans la ZAT. Au voisinage du métal fondu, les ions  $H^+$  contenus dans l'eau de refroidissement vont interagir avec le métal fondu et diffuser en son sein. Ces fissures se forment à basse température, souvent plusieurs heures après le soudage, le plus souvent dans la ZAT. Elles sont fines, non oxydées et perpendiculaires aux directions des contraintes principales.
- La fissuration à chaud est due, dans certains aciers, à la présence entre les grains d'un film liquide de sulfure de fer ou de phosphore qui apparaît durant le retrait à la solidification. Ce type de défaut se caractérise par des fissures larges, ouvertes, perpendiculaires aux vagues de solidification et généralement oxydées à l'intérieur.

On appelle morsures (Figure 2-8) le défaut où le métal de base est creusé sur une partie du cordon. Ce défaut est dû au retrait du métal au cours du refroidissement. Ce type de défaut est inacceptable si l'étanchéité n'est pas assurée.

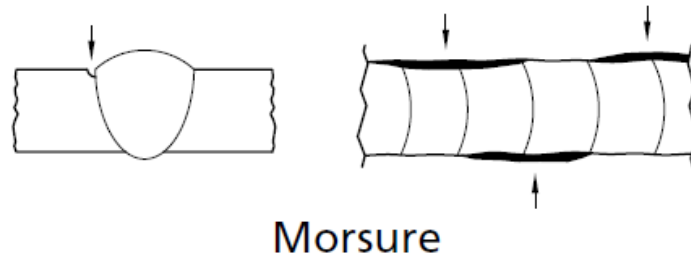


Figure 2-8 : Schéma d'une morsure [CSMOFMI, les défauts de soudure]

Il existe des défauts qui n'apparaissent que dans le métal fondu comme les caniveaux (Figure 2-9). Ils se situent parallèlement à l'axe longitudinal du cordon et sur la ligne de fusion, ils indiquent une inégalité de chauffage.

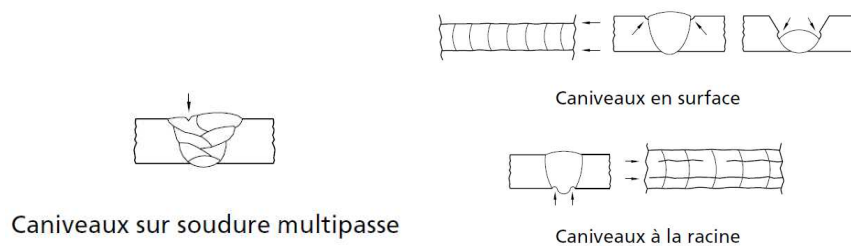


Figure 2-9 : Schémas des différents types de caniveau que l'on peut rencontrer dans une soudure [CSMOFMI, les défauts de soudure]

Le cordon de soudure peut également se creuser longitudinalement (Figure 2-10). Ce défaut est caractéristique d'un manque de métal dû à un écartement trop important des bords à souder ou à l'utilisation d'un fil non adapté (diamètre principalement). C'est le défaut inverse du creusement longitudinal. Il est dû à l'exécution trop lente de la soudure ou à un écartement initial des bords trop faible.

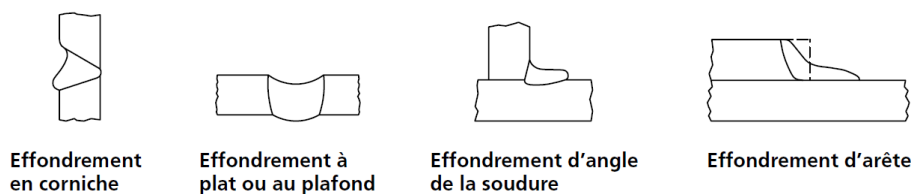


Figure 2-10 : Différents types d'effondrement de cordon de soudure [CSMOFMI, les défauts de soudure]

Durant l'opération de soudage, le cordon a tendance à se percer (Figure 2-11), ce défaut est dû à un excès d'énergie lors de l'opération de soudage et donc à un volume de métal fondu trop important. Le cordon perd donc son étanchéité et le trou créé peut être source de fissure puis de rupture de l'assemblage.

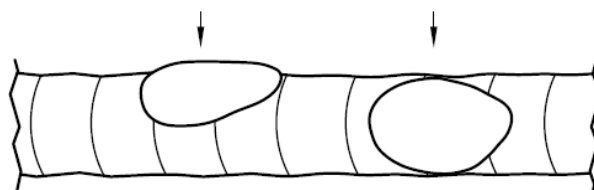


Figure 2-11 : Perçage du cordon de soudure [CSMOFMI, les défauts de soudure]

Le recouvrement incomplet ou interrompu de la pièce peut être dû à la perte de l'arc ou à un défaut de positionnement de la torche. Il est important dans ce cas de réaliser une retouche au TIG. Durant le procédé de soudage, des billes de métal, plus ou moins adhérentes sur les pièces et les outillages de soudage, peuvent être expulsées en dehors du cordon. Ce défaut, inévitable à l'amorçage et lié au procédé, est facilement supprimé par un brossage ou un décapage. A la fin de la procédure de soudage, on peut trouver des résidus de fil. Ils proviennent d'une fusion incomplète du fil d'apport. Bien qu'acceptable, il est important de couper ces résidus pour des raisons de présentation.

La Figure 2-12 récapitule tous les défauts susceptibles d'être présents dans un joint soudé.

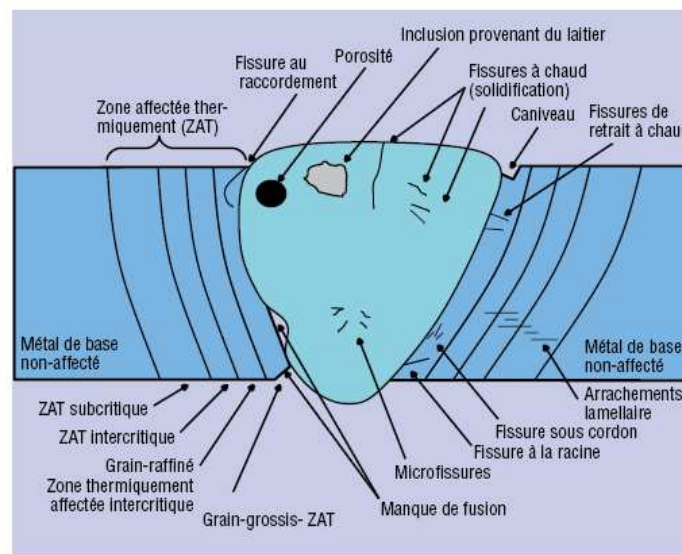


Figure 2-12 : Schéma récapitulatif des différentes régions de la ZAT dans une soudure à passe unique et les défauts éventuels rencontrés [STRUERS]

## 5. Tenue mécanique d'un joint soudé

Les modifications métallurgiques impactent la tenue mécanique du joint soudé. Aussi faut-il s'assurer d'obtenir une tenue mécanique suffisante et tenir compte des soudures dans le calcul et le dimensionnement des structures soudées. En effet, les caractéristiques mécaniques qui sont notamment modifiées concernent la limite d'élasticité, la contrainte à rupture. En revanche le coefficient de Poisson et le module de Young ne sont que très peu modifiés. L'opération de soudage engendre de plus l'apparition de contraintes résiduelles dues au retrait créé par l'opération de soudage sur les pièces. D'autre part, la tenue à la fatigue et en fluage des assemblages soudés est une problématique fondamentale dans la conception des appareils soudés. Enfin, dans la plupart des structures fabriquées par soudage, cette zone est la région privilégiée pour la naissance et la propagation de fissures. La vitesse de propagation de

fissures est accélérée dans la ZAT car le taux de triaxialité ( $\frac{1}{3} \frac{(tr \underline{\sigma})}{\sigma_{\text{éq}}}$ ) (avec  $\sigma_{\text{éq}}$  la contrainte équivalente de Von Mises) est plus élevé que dans cette zone.

## 6. La fissure de type IV

Nous avons vu que plusieurs types de fissures étaient susceptibles d'apparaître dans une soudure. Quatre sont principalement recensées dans les matériaux du même type que le P91. Elles sont classées selon la zone du cordon de soudure dans laquelle elles apparaissent et la façon dont elles se propagent. Les fissures de type I restent dans le métal d'apport tandis que celles de type II naissent dans le métal fondu et se développent jusque dans la ZAT. Les fissures de type III apparaissent dans la CGHAZ. Enfin celles de type IV se développent dans la zone intercritique (ICHAZ) de la ZAT. C'est dans cette zone qu'apparaissent les fissures pendant un essai de fluage. Ce dernier type de fissure est inévitable dans une soudure mais son effet néfaste peut être minimisé.

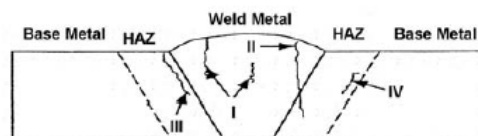


Figure 2-14 : Les différents types de fissures dans un joint soudé [Laha 2007]

Les fissures de type IV sont celles qui sont susceptibles de limiter le plus la durée de vie à 525°C d'une pièce (certaines normes recommandent une réduction de 10% de la résistance au fluage et cette diminution peut atteindre 40% à 625°C [Allen 2007]; ce facteur de réduction peut atteindre 50% pour des essais de plus de 100 000 heures). Ces fissures apparaissent après environ 50 000 heures d'essai. Leur développement doit être ainsi surveillé dans les centrales nucléaires ou thermiques à flammes actuelles (pour les pièces de chaudière par exemple) qui utilisent des aciers du même type que le P91 et qui ont une durée de vie supérieure à 30 ans. Pour être plus résistant aux fissures de type IV, il faut que la ligne de fusion fasse un petit angle avec la direction des contraintes principales [Albert 2003]. Il faut également limiter la largeur de la ZAT. On peut également supprimer ce type de fissure [Abe 2007] dans les aciers à 9% de chrome (classe de matériau dont le P91 fait partie) en ajoutant du bore dans la ZAT ce qui va permettre de stabiliser, en les empêchant de coalescer, certains précipités présents dans cette zone. Ceci permet alors d'augmenter la résistance au fluage. Notons toutefois que pour des applications nucléaires, l'utilisation d'un acier qui contient du bore n'est pas recommandée car 20% de  $^{10}\text{B}$  que contient le bore naturel se décomposent selon une réaction  $\alpha$  et donnent de l'hélium et du lithium qui peuvent influencer les propriétés mécaniques de cet acier [Klueh 2007]. Selon les mêmes auteurs dès qu'un acier contient 0,005% de bore ce phénomène a lieu.





## **Chapitre 3 : Le matériau, un joint soudé P91**

### **INTRODUCTION**

*Le matériau étudié au cours de cette thèse est un joint soudé d'acier P91. Ce chapitre introduit tout d'abord les conditions d'utilisation de cet acier. Par la suite, la microstructure (taille de grain, cristallographie, texture) de chacune des zones du joint ainsi que les différentes natures de précipités présents dans le matériau de base sont décrites. Enfin, les causes de la faiblesse de la zone de rupture en fluage (l'ICHAZ) sont exposées.*

### **SOMMAIRE :**

---

<b>1. PRESENTATION DU MATERIAU.....</b>	<b>34</b>
1.1. Composition chimique et condition d'utilisation.....	34
1.2. Structures cristallographiques.....	35
1.3. Les carbures et précipités MX et $M_{23}C_6$ .....	40
1.4. Les phases de Laves.....	42
1.5. La phase Z.....	42
<b>2. LA SOUDURE DU P91.....</b>	<b>44</b>
2.1. La soudabilité de cet acier.....	44
2.2. Le procédé de soudage et le traitement thermique choisi.....	44
2.3. La composition de la ZAT et sa cristallographie.....	45
2.4. La zone faible : l'ICHAZ.....	51
<b>CONCLUSION .....</b>	<b>53</b>

---

# 1. Présentation du matériau

## 1.1. Composition chimique et condition d'utilisation

Pour limiter la production de CO<sub>2</sub> mais aussi pour augmenter le rendement des centrales thermiques ou nucléaires, il nous faut choisir des matériaux capables d'être utilisés à plus de 650°C et plus de 600 bars (60 MPa). L'acier P91 répond à ce critère. Cet acier fait partie de la famille des aciers à 9% de chrome dont la Figure 3-1 donne un bref aperçu.

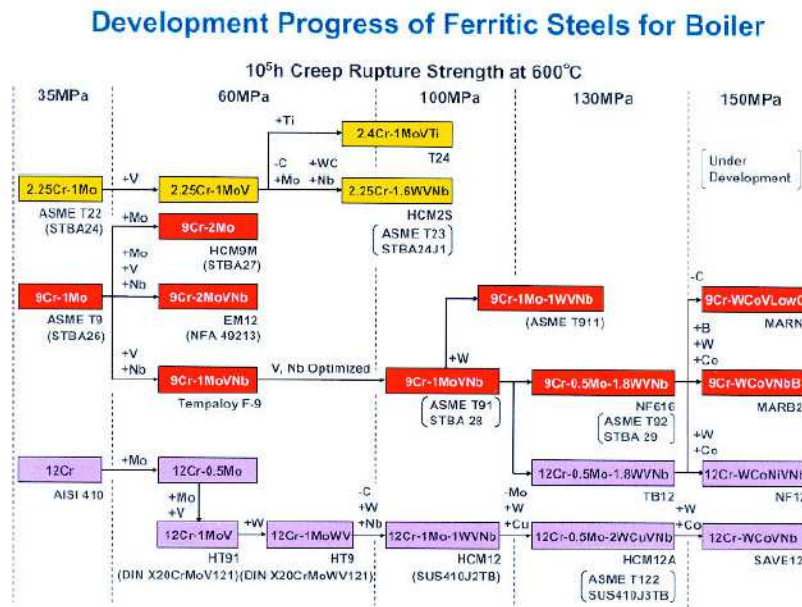


Figure 3-1 : Acier comportant 9% de chrome [Viswanathan 2005]

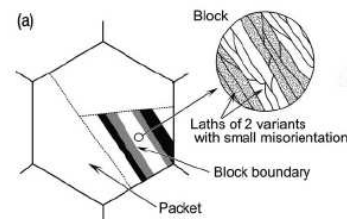
Cet acier est utilisé dans la fabrication de chaudières, turbines et lignes à vapeur de centrales électriques (super et ultra critique) et dans les centrales nucléaires à température un peu plus basse (450°C à 550°C) pour les équipements sous pression comme des tuyaux à paroi épaisse, des conduits internes pour des pièces hors cœurs comme les cuves sous pression, des pièces de tuyauterie. Ce matériau présente une bonne résistance à l'oxydation, de bonnes propriétés mécaniques et une bonne soudabilité. L'acier P91 a été créé par Oak Ridge national Laboratories and Combustion Engineering au milieu des années 1970 [Hald 2005]. Il s'appelle ainsi car il est constitué d'environ 9% de chrome et 1% de molybdène, ce nom lui a été donné par l'ASME en 1984. Sa première application a été réalisée en 1988 au Japon dans la centrale de Kawagoe. Sa composition chimique est indiquée dans le Tableau 3-1.

Si	V	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Nb	Mo	C
0.21	0.2	9.43	0.34	89.62	0.09	0.08	0.02	0.96	0.01

Tableau 3-1 : Composition chimique du matériau (%massique)

## 1.2. Structures cristallographiques

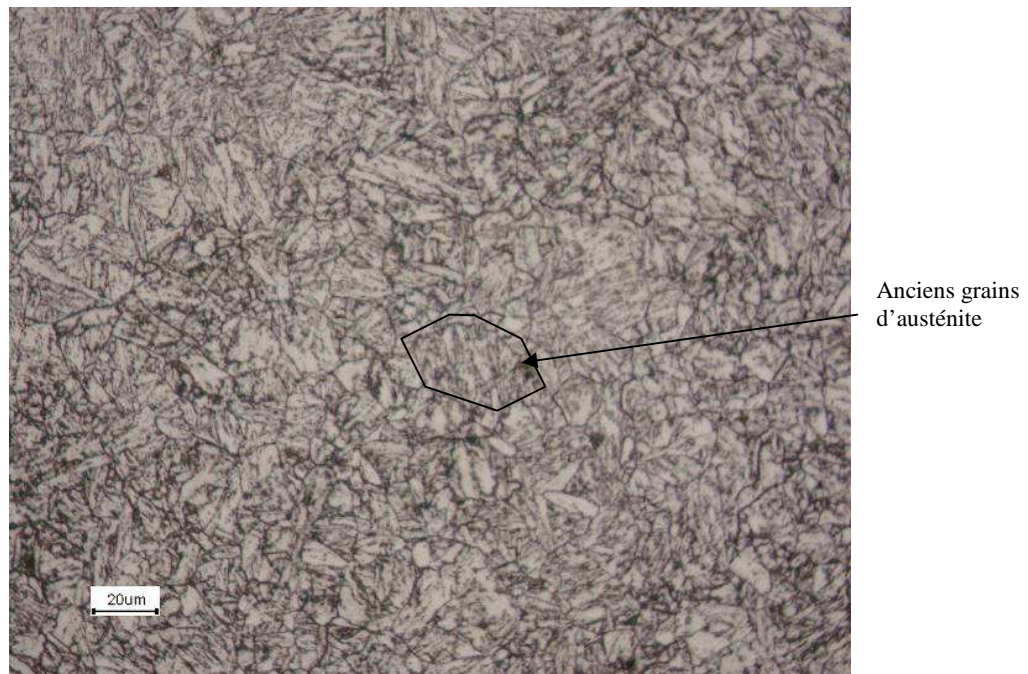
Le P91 présente une microstructure martensitique (structure cubique centrée) constituée de lattes arrangées en blocs parallèles (au sein desquels la désorientation inter lattes est faible, groupe de lattes avec le même plan d'accolement) qui sont eux même structurés en paquets (groupe de lattes avec la même orientation) (Figure 3-2) de dimension comprise entre  $10\mu\text{m}$  et  $20\mu\text{m}$  dans des anciens grains d'austénites de  $40\mu\text{m}$  en moyenne comme on peut le voir sur les Figures 3-3 à 3-5.



*S. Morito, H. Tanaka, R. Konishi, T. Furuhashi, T. Maki:  
Acta Mater., 2003, 51, 1789-1799*

**Figure 3-2 : Microstructure typique d'un acier à 9% de chrome [Morito 2003]**

Ces valeurs correspondent à celles obtenues par F. Vivier [Vivier 2009] mais sont deux fois plus faibles que celles obtenues par V. Gaffard [Gaffard 2005]. L'écart entre ces deux résultats peut s'expliquer par le traitement thermique (1h à  $1065^{\circ}\text{C}$  puis 2h à  $765^{\circ}\text{C}$  dans la thèse de V. Gaffard [Gaffard 2005] ; celui utilisé dans cette thèse est indiqué en paragraphe 2.2) qui est différent.



**Figure 3-3 : Observation en microscopie optique de la microstructure du métal de base**

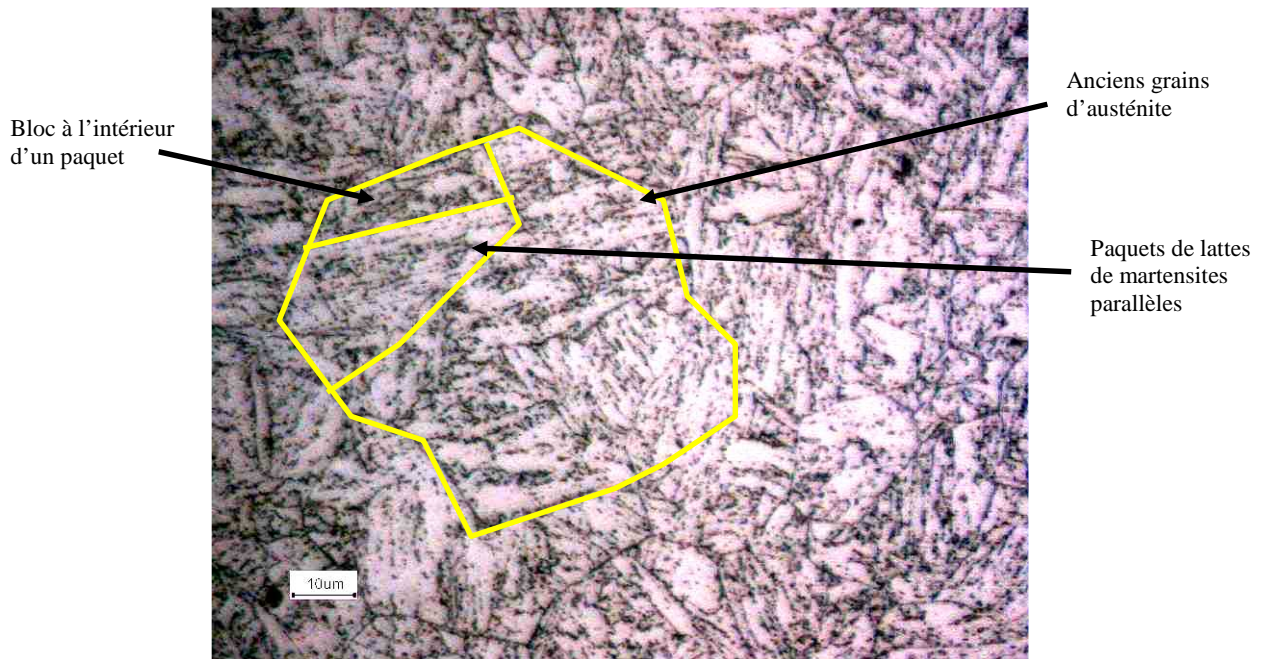


Figure 3-4 : Illustration de la microstructure des 9%Cr appliquée au matériau de l'étude. Observation en microscopie optique

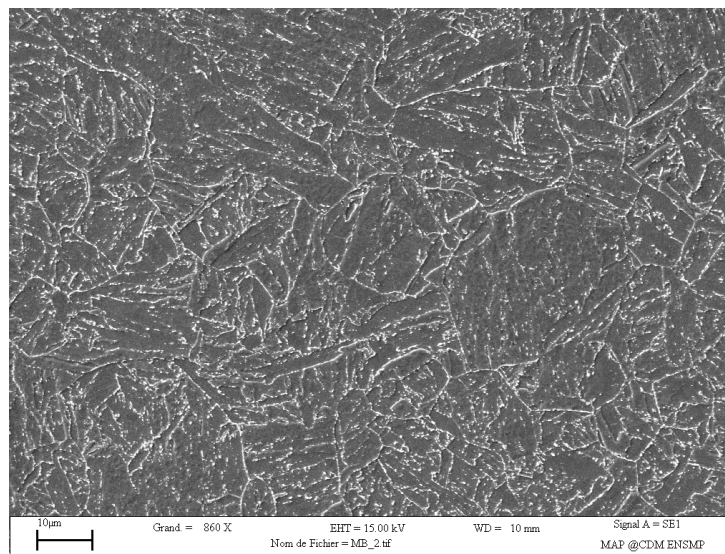


Figure 3-5 : Observation en microscopie électronique à balayage de la microstructure du métal de base

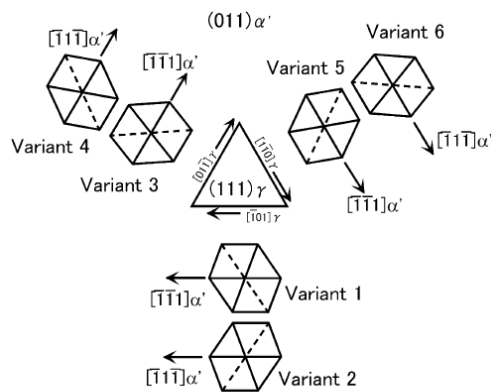
Comme nous l'avons brièvement vu précédemment, la microstructure des aciers P91 est complexe. En effet lorsque l'on change de bloc, l'orientation cristalline est faiblement modifiée ; en revanche lorsque l'on change de paquet la désorientation cristalline entre deux paquets est beaucoup plus importante, mais vérifie des relations d'orientation particulière car les paquets sont issus d'un même grain austénitique.

En effet, [Vivier 2009] indique que les plans denses  $\{110\}\alpha'$  [ $\alpha'$  pour martensite] des différents cristaux d'un même paquet sont parallèles aux plans denses  $\{111\}\gamma$  [ $\gamma$  pour austénite] ; de plus la direction  $\langle 110 \rangle \gamma$  est parallèle à  $\langle 111 \rangle \alpha'$ . Il existe six variants de Kurdjumov-Sachs dans un paquet comme l'indique les Figures 3-6 et 3-7 [Morito 2006].

The six K-S variants in a given packet.

Variant no	Plane parallel	Direction parallel	Misorientation angle/ axis from V1
V1	$(111)_A // (011)_M$	$[\bar{1}01]_A // [\bar{1}\bar{1}1]_M$	-
V2		$[\bar{1}01]_A // [\bar{1}\bar{1}1]_M$	$60.00^\circ // [11\bar{1}]_M$
V3		$[01\bar{1}]_A // [\bar{1}\bar{1}1]_M$	$60.00^\circ // [011]_M$
V4		$[01\bar{1}]_A // [\bar{1}\bar{1}1]_M$	$10.53^\circ // [0\bar{1}\bar{1}]_M$
V5		$[1\bar{1}0]_A // [\bar{1}\bar{1}1]_M$	$60.00^\circ // [0\bar{1}\bar{1}]_M$
V6		$[1\bar{1}0]_A // [\bar{1}\bar{1}1]_M$	$49.47^\circ // [011]_M$

Figure 3-6 : Les six variants dans un paquet d'après les relations d'orientation de Kurdjumov-Sachs [Morito 2006, Shibata 2010]



Variant	Misorientation from Variant 1 (V1)
V2	twin relation ( $\Sigma 3$ )
V3	$10.53^\circ$ from twin relation
V4	$10.53^\circ$
V5	$10.53^\circ$ from twin relation
V6	$21.06^\circ$ from twin relation ( $\Sigma 11$ )

Schematic illustration showing the orientations of K-S variants in a packet.

Figure 3-7 : Illustration des différents variants présents dans un paquet [Morito 2003]

Entre blocs, la désorientation est de  $60^\circ$  autour de  $[001]\alpha'$ . Dans un paquet, entre deux blocs adjacents il peut exister 3 types de combinaisons [Morito 2003] :

- V1-V3, V3-V5, V2-V4, V4-V6 (dont la désorientation est  $60^\circ$  autour de  $[011]\alpha'$ )
- V1-V6, V3-V2, V5-V4, (dont la désorientation est de  $49.5^\circ$  autour de  $[011]\alpha'$ )
- V1-V2, V3-V4, V5-V6, (dont la désorientation est de  $60^\circ$  autour de  $[111]\alpha'$  soit  $70.5^\circ$  autour de  $[011]\alpha'$   $70.5^\circ$  [ $\Sigma 3$ ])

Un bloc peut être la combinaison de deux variants avec peu de désorientation, environ  $10.5^\circ$ , par exemple V1-V4, V2-V5 et V3-V6 [Morito 2003, Shibata 2010].

Dans les lattes, les variants présents sont V1 et V4 dont leur plan d'accolement est approximativement  $(575)\gamma$  et  $(755)\gamma$  respectivement d'après les relations de désorientations de Kurdjumov-Sachs. La désorientation entre lattes est entre  $10^\circ$  et  $15^\circ$  [Morito 2003, Morito 2006].

Le graphique de répartition des désorientations présenté sur la Figure 3-8 reprend ces différents critères angulaires de désorientation pour caractériser ces différents types de joints.

Ces critères sont dus aux angles de désorientation entre les variants au sein d'un même paquet [Morito 2003, Morito 2006].

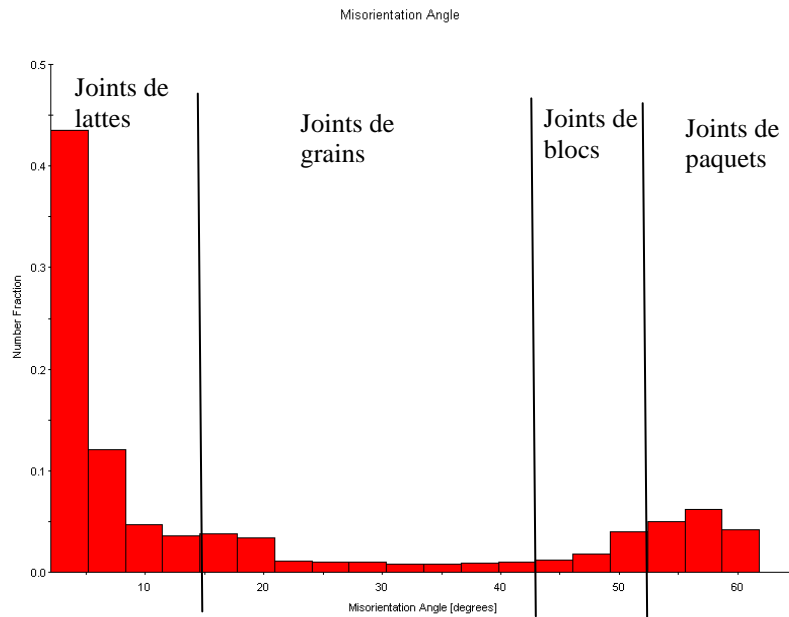


Figure 3-8 : Répartition des désorientations cristallographiques dans le métal de base de P91

Les joints présentant une désorientation angulaire comprise entre  $2^\circ$  et  $15^\circ$  seront considérés comme des joints de latte ou de sous-lattes, ceux entre  $15^\circ$  et  $45^\circ$  seront considérés comme des joint de grains, ceux entre  $45^\circ$  et  $55^\circ$  des joints de blocs et enfin ceux entre  $55^\circ$  et  $65^\circ$  seront considérés comme des joint de paquets. Les symétries d'orientation de la phase CC conduit à limiter l'exploration du domaine angulaire à  $63^\circ$ . La répartition des désorientations cristallographiques est caractéristique de ce type de matériau et correspond à celle que l'on peut trouver dans la littérature [Gaffard 2005, Sonderegger 2007, Vivier 2009]. Leur répartition est présentée dans la Figure 3-9.

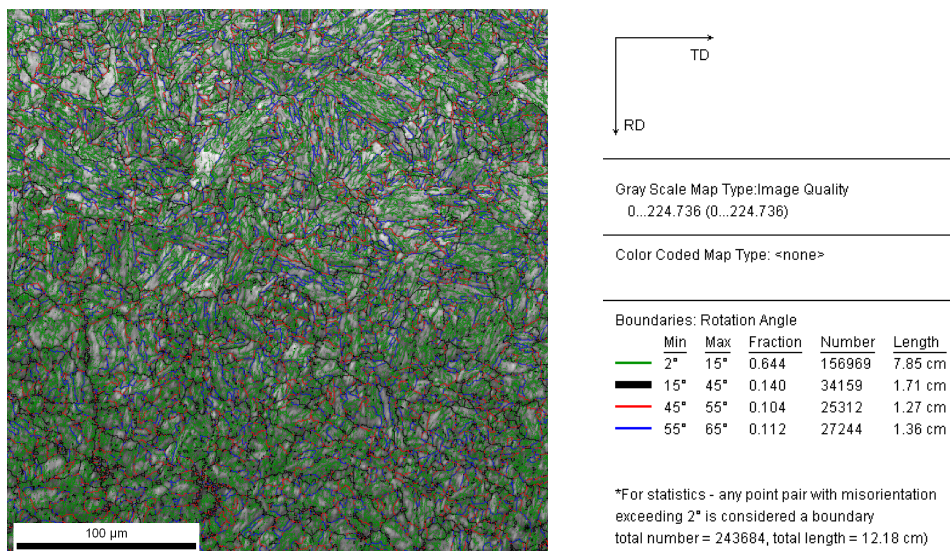


Figure 3-9 : Caractérisation des différents types de joints dans l'acier P91 en fonction de leur angle de désorientation

La représentation des cartographies d'orientation à partir de figures de pôles inverses (Figure 3-10) permet de mettre en évidence cette structure en lattes, paquets et blocs. On peut également observer qualitativement qu'il ne semble pas avoir d'orientation privilégiée des grains au sein de la microstructure, car il n'y a pas de couleur dominante sur les clichés.

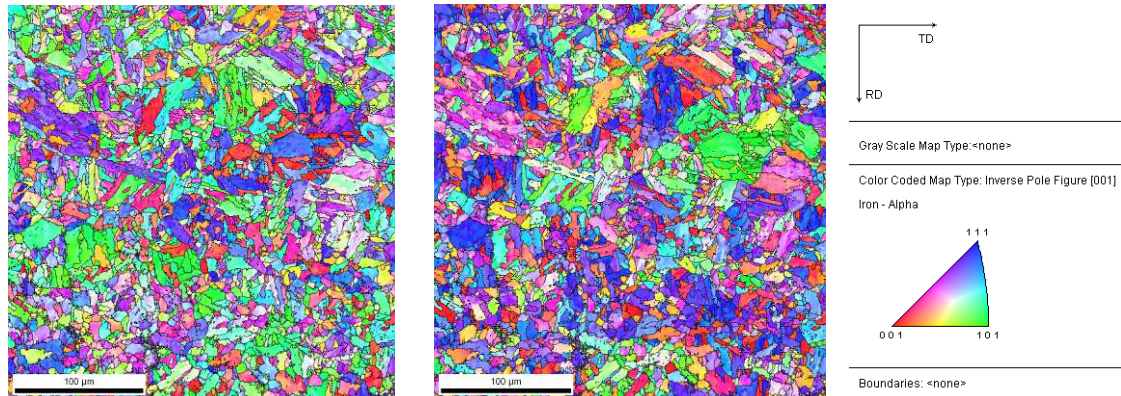


Figure 3-10 : Figure de pôle inverse du métal de base selon ND (à gauche) et RD (à droite)

Cette impression subjective est confirmée par l'analyse des figures de pôle (Figure 3-11) qui montre que le métal de base ne présente aucune texture particulière. En effet, le rapport entre le niveau minimum et maximum est faible.

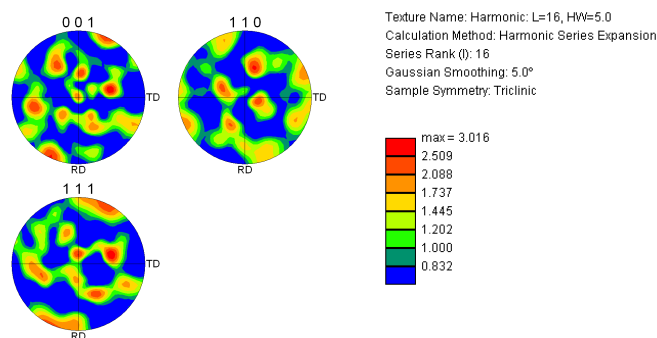


Figure 3-11 : Figure de pôles du métal de base

D'autre part, l'analyse de la littérature fournit des compléments de caractérisations de la microstructure. [Ennis 1997, Rodak 2003, Abe 2004, Bumjoom 2008, Das 2008, Hald 2008, Kim 2008] recensent une forte densité de dislocations au sein du matériau, des carbures de  $M_{23}C_6$  situés dans les grains où à la frontière des paquets et des précipités MX situés dans les lattes et à la frontière des lattes. Ces types de précipités permettent de limiter la croissance des grains d'austénite. Les dislocations, quant à elles, forment une structure en sous grains avec des joints de sous grains qui ont des angles de désorientation faibles.

Lors d'un traitement thermique, si l'on augmente la température d'austénitisation, on augmente la taille des lattes ( $0,38\mu\text{m}$  à  $970^\circ\text{C}$ ,  $0,42\mu\text{m}$  à  $1070^\circ\text{C}$  et  $0,58\mu\text{m}$  à  $1145^\circ\text{C}$ ) et la taille des grains d'austénite. La densité de dislocations décroît d'un facteur 3 après un traitement à haute température de revenu et après un essai de fluage de plus d'un millier d'heures à  $600^\circ\text{C}$ .



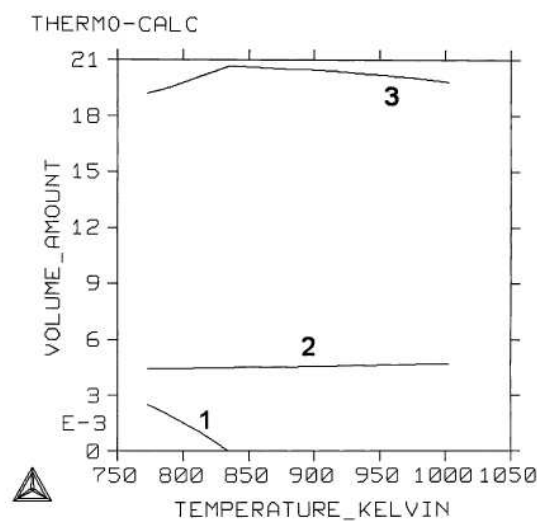
### 1.3. Les carbures et précipités MX et $M_{23}C_6$

L'effet des précipités sur la résistance au fluage peut être montré par la formule suivante

[Hald, 2008] :  $\sigma_{OROWAN} = 3,32Gb \frac{\sqrt{fp}}{dp}$  (avec  $G$  module de cisaillement,  $b$  le vecteur de Burgers,  $fp$  la fraction volumique de précipités,  $dp$  le diamètre du précipité).

On remarque ainsi que les seuls paramètres intrinsèques à la nature des précipités pour renforcer le matériau en fluage sont le diamètre et la fraction volumique.

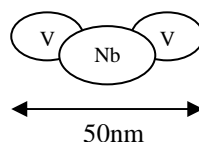
A l'état initial du matériau et à 625°C (soit 893K) on trouve deux types de carbures comme l'indique la Figure 3-12.



Volume amount of equilibrium phases (total amount = 1) in dependence on temperature: (1)  $M_6C$ , (2) MX, (3)  $M_{23}C_6$ .

**Figure 3-12 : Type de précipité présent en fonction de la température dans l'acier P91 [Homolová 2003]**

- MX où M peut signifier vanadium ou niobium et X peut désigner carbone ou azote. On trouve ce type de précipité dans les sous grains et dans les lattes de martensite (Figure 3-14). Ces particules apparaissent les premières durant le traitement de la solidification. Elles contiennent un fort taux de chrome mais une faible concentration d'azote [Hättestrand 1998]. Trois types de précipités forment cette classe : les Nb(C,N) sphéroïdales, les VN lamelliformes et Nb(C,N)-VN complexes et les V-wings (précipités qui ont une forme d'oiseau avec le cœur en niobium et les ailes en vanadium (cf. Figure 3-13)



**Figure 3-13 : Représentation d'un V-wings**

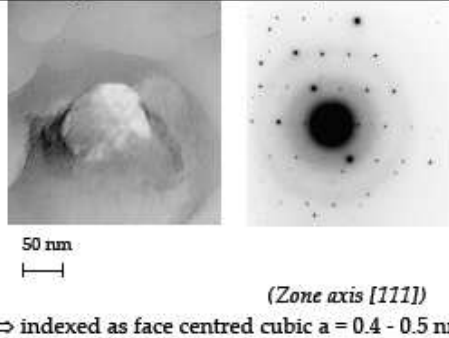
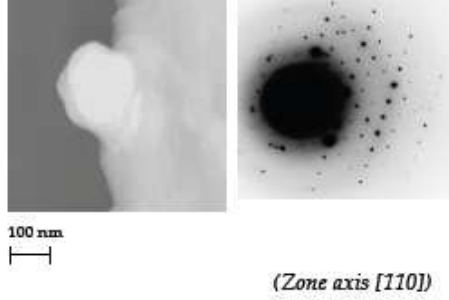
Type of precipitate	Dark field image of the precipitate and diffraction pattern (TEM investigations)	Chemical composition measured by EDS X-Ray analysis in the TEM														
V(N,C)	 <p>50 nm                      ⇒ indexed as face centred cubic a = 0.4 - 0.5 nm                      (Zone axis [111])</p>	V(N,C) - NaCl type crystallographic structure <table border="1"> <thead> <tr> <th>Element</th> <th>wt %</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>Cr</td><td>8-10</td></tr> <tr><td>Fe</td><td>0-1</td></tr> <tr><td>Mo</td><td>0-1</td></tr> <tr><td>Nb</td><td>10-15</td></tr> <tr><td>V</td><td>70-80</td></tr> <tr><td>Si</td><td>0-1</td></tr> </tbody> </table>	Element	wt %	Cr	8-10	Fe	0-1	Mo	0-1	Nb	10-15	V	70-80	Si	0-1
Element	wt %															
Cr	8-10															
Fe	0-1															
Mo	0-1															
Nb	10-15															
V	70-80															
Si	0-1															
Nb (N,C)	 <p>100 nm                      ⇒ indexed as face centred cubic a = 0.4 - 0.5 nm                      (Zone axis [110])</p>	Nb (N,C) - NaCl type crystallographic structure <table border="1"> <thead> <tr> <th>Element</th> <th>wt %</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>Cr</td><td>5-10</td></tr> <tr><td>Fe</td><td>2-5</td></tr> <tr><td>Mo</td><td>10-15</td></tr> <tr><td>Nb</td><td>55-65</td></tr> <tr><td>V</td><td>10-15</td></tr> <tr><td>Si</td><td>0-1</td></tr> </tbody> </table>	Element	wt %	Cr	5-10	Fe	2-5	Mo	10-15	Nb	55-65	V	10-15	Si	0-1
Element	wt %															
Cr	5-10															
Fe	2-5															
Mo	10-15															
Nb	55-65															
V	10-15															
Si	0-1															

Figure 3-14 : Image MET des différents types de MX et leur composition chimique [Gaffard 2004]

- $M_{23}C_6$  où M signifie chrome, fer ou molybdène. On trouve ces précipités dans les joints de grains ou de sous-grains. Ces précipités contiennent en majorité du fer, du chrome, du tungstène et du molybdène comme l'atteste la Figure 3-15. Dans l'acier P91, le bore contenu dans ce carbure est réparti de façon homogène. Il permet également d'avoir un fort effet de stabilisation sur ce précipité [Maile 2007]. [Lundin 1995] a également observé une ségrégation du phosphore au niveau de l'interface entre le carbure et la matrice tandis que le bore se distribue à l'intérieur du carbure. On trouve ce type de précipités aux joints de grain des anciens grains d'austénite, des blocs, des paquets et des lattes de martensite.

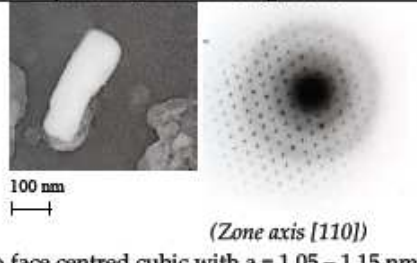
Type of precipitate	Dark field image of the precipitate and diffraction pattern (TEM investigations)	Chemical composition measured by EDS X-Ray analysis in the TEM														
Carbide $M_{23}C_6$	 <p>100 nm                      ⇒ face centred cubic with a = 1.05 - 1.15 nm                      (Zone axis [110])</p>	$Cr_{23}C_6$ (Fe, Mo) <table border="1"> <thead> <tr> <th>Element</th> <th>wt %</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>Cr</td><td>54-65</td></tr> <tr><td>Fe</td><td>28-32</td></tr> <tr><td>Mo</td><td>7-10</td></tr> <tr><td>Nb</td><td>0-2</td></tr> <tr><td>V</td><td>0-2</td></tr> <tr><td>Si</td><td>2-4</td></tr> </tbody> </table>	Element	wt %	Cr	54-65	Fe	28-32	Mo	7-10	Nb	0-2	V	0-2	Si	2-4
Element	wt %															
Cr	54-65															
Fe	28-32															
Mo	7-10															
Nb	0-2															
V	0-2															
Si	2-4															

Figure 3-15 : Image MET d'un  $M_{23}C_6$  et sa composition chimique [Gaffard 2004]

D'un point de vue cinétique, au cours d'un cycle thermique rapide, les précipités de MX primaire sont stables [Hald 2005]. Par contre, pendant des recuits réalisés à 750°C, ils peuvent avoir tendance à coalescer, ce qui peut se traduire par une baisse du renforcement et du blocage des joints de lattes de martensites. Notons de plus que les dimensions des précipités

de  $M_{23}C_6$  ainsi que celles des MX ont tendance à augmenter lors d'un essai de fluage et la coalescence des  $M_{23}C_6$  est accélérée par l'existence d'un état pré-déformé notamment pour le P91 [Hald 2008]. La coalescence de ces deux types de précipités a lieu pendant les recuits où les sous grains grossissent également. Pour ces deux types de précipités, une amélioration de la résistance en fluage du matériau implique qu'ils soient nombreux mais de petite taille [Maile 2007].

#### 1.4. Les phases de Laves

L'apparition des précipités en phase de Laves est mise en évidence par la chute du taux de molybdène et de tungstène dans la solution solide de l'acier. La chute de concentration de ces deux types d'éléments diminue le renforcement du matériau, et cause de l'instabilité en fluage ce qui réduit à terme la résistance au fluage du matériau. Paradoxalement, la présence de ces précipités peut toutefois augmenter la résistance de fluage si ces derniers ne coalescent pas trop vite. En effet, ces précipités participent directement au renforcement du matériau en bloquant les dislocations. Par conséquent leur effet sur la résistance en fluage du matériau résulte de la compétition entre les deux mécanismes précédemment cités à savoir, disparition des éléments au sein de la solution solide et constitution de précipités de petites tailles répartis de façon homogène au sein de la microstructure. Ces phases de Laves ont pour composition  $(Fe,Cr)_2(Mo,W)$  et peuvent atteindre la taille de 600 à 1000 nm, un fort taux de silicium et de phosphore est aussi rapporté, ainsi qu'un peu de carbone. Pendant un essai de fluage la concentration en fer dans ces précipités augmente. A 650°C, les phases de Laves coalescent rapidement dans les 10 000 premières heures d'un essai de fluage puis la coalescence ralentit après 59 000h [Korcakova 2001]. Le tungstène permet de produire de fins précipités de phases de Laves qui sont stables. Dans les aciers de la même famille que le P91, le mécanisme de renforcement qui prédomine est donc le durcissement par précipitation par pincement de dislocation et des frontières de sous grains. La chute de la concentration de tungstène durant un essai de fluage reflète la cinétique de précipitation des phases de Laves, tel que l'a montré [Hald 2008] dans le cas de l'acier P91.

Notons que dans le cas du soudage, la présence de particules de MnS peut être recensée dans la partie soudée. Enfin, lorsque l'on effectue un essai de longue durée, on observe également la précipitation de carbures de nitrure (au dessus de 30 000h à 625°C) [Hald 2008]

#### 1.5. La phase Z

Ce précipité contient du niobium, du vanadium, de l'azote et d'autres éléments en petite quantité. Cette phase fut observée pour la première fois en 1986 dans un acier à 9-12%Cr [Hald 2008].

[Hald 2008, Sawada 2008] ont étudié la formation de ce type de phase dans les aciers 9-12% de chrome (ce qui est notre cas car le P91 comporte environ 9% de chrome). La phase Z réduit la durée de vie au fluage longue durée pour le métal de base. En effet, la phase Z absorbe les petits carbures MX [Yoshizawa 2009, Hald 2008] qui sont responsables du durcissement de ce type d'acier (Figure 3-16).

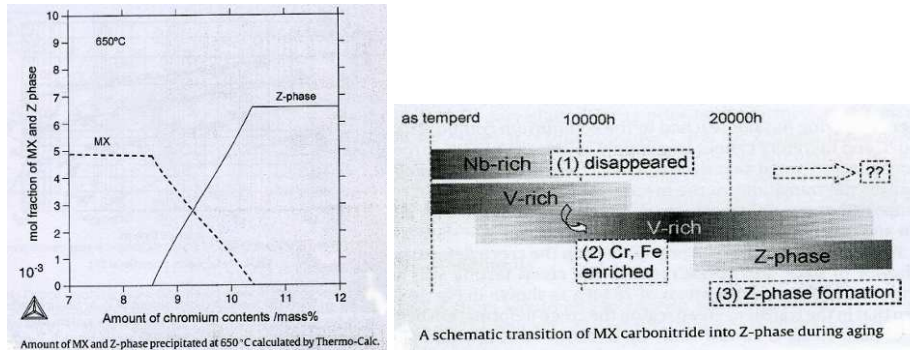


Figure 3-16 : Mécanisme d'apparition de la phase Z [Yoshizawa 2009]

De plus cette phase précipite en formant de grosses particules qui ne contribuent pas au mécanisme de renforcement du matériau par précipitation. La phase Z pose donc des problèmes pour le fluage à long terme. Cette phase Z peut également se trouver dans la ZAT car sa composition est proche de celle du métal de base. Ces précipités se situent autour des joints de grains austénitiques et ont une taille moyenne comprise entre 300 et 400 nm. C'est à peu près la même taille que les particules de  $M_{23}C_6$  et que les phases de Laves. Il est recensé que la phase Z a pour effet la formation de cavité de fluage dans la FGHAZ (partie du cordon de soudure) qui est aussi accélérée par la réduction de la concentration de carbonitrides MX [Sawada 2008]. A des températures plus basses que  $600^{\circ}\text{C}$ , cette précipitation devient insignifiante pour la stabilité à long terme soit après 300 000h [Hald 2008]. Mais elle pose problème pour des durées excédant 30 000 à 40 000 heures à  $650^{\circ}\text{C}$ .

Le Tableau 3-2 résume les différents précipités que l'on peut trouver dans le P91 et leur condition d'apparition.

P91	$M_{23}C_6$	$(\text{Cr,Fe,Mo})_{23}C_6$	Precipitate during tempering
	MX	$(\text{Nb,V})(\text{N,C})$	Undissolved during austenitisation
	MX	$(\text{V,Nb})(\text{N,C})$	Precipitate during tempering
	Laves phase	$(\text{Fe,Cr})_2\text{Mo}$	Precipitate during creep ( $T < 650^{\circ}\text{C}$ )

Tableau 3-2 : Différents types de précipités et leur moment d'apparition [Hald 2008]

Dans la ZAT, on retrouve le même type de précipités (voir Figure 3-14 et 3-15). Leur taille et leur distribution restent inchangées. La Figure 3-17 récapitule les précipités présents dans le P91 et leur composition. Notons que les concentrations en silicium sont surestimées car elles sont contaminées par le polissage au  $\text{SiO}_2$ .

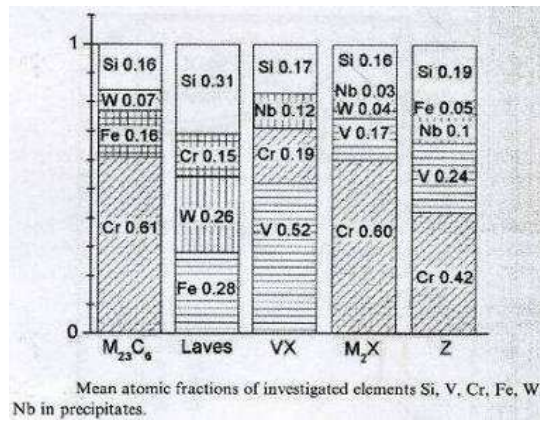


Figure 3-17 : Composition chimique des précipités présents dans le P91 [Agamennone 2006]

## 2. La soudure du P91

### 2.1. La soudabilité de cet acier

L'acier P91 est soudable car il a une haute conductivité thermique et un faible coefficient de dilatation thermique [Gaffard 2005, Oñoro 2006]. En outre, la dureté du métal d'apport est plus faible dans le cas d'un acier martensitique que dans le cas d'un acier ferritique ; ceci est dû à la présence de carbone, d'azote, de niobium et de tungstène qui garantissent une résistance au fluage convenable. Mais ces inconvénients sont compensés par la hausse du taux de nickel.

### 2.2. Le procédé de soudage et le traitement thermique choisi

D'après la fiche « matériau » fournie par AREVA [AREVA 2006], le métal de base a subi un premier traitement thermique consistant en une austénisation à 1071°C pendant 4h08min suivi d'un revenu de 5h31min à 757°C (voir Figure 3-18).

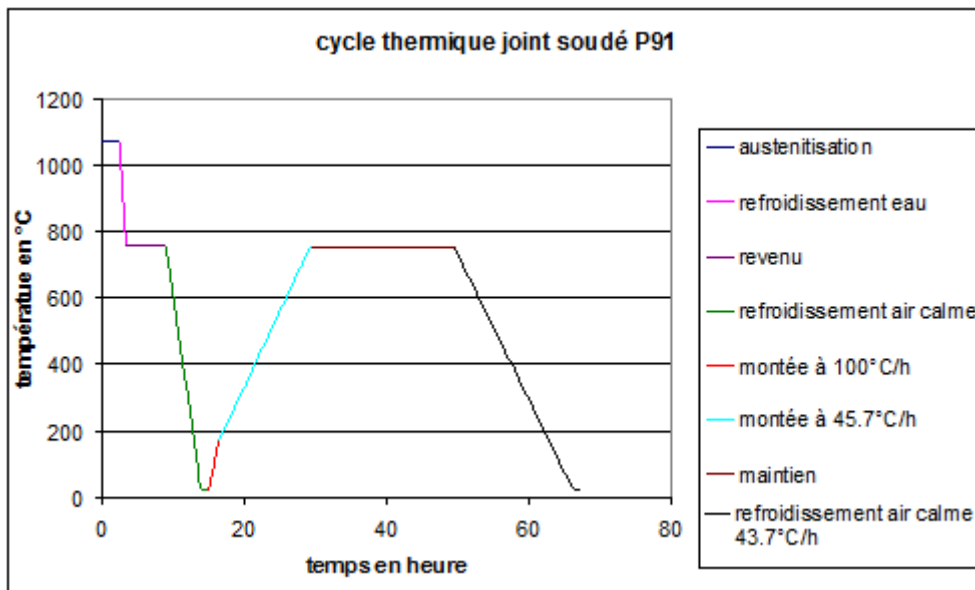


Figure 3-18 : Les différentes étapes du cycle thermique des échantillons de joint soudé de P91

Le joint soudé de l'étude est issu du soudage bout à bout de deux tôles massives (70 mm d'épaisseur) d'acier P91. Celui-ci est réalisé au TIG pour la première passe puis au MIG pour les autres passes [AREVA 2006]. Pour annuler les contraintes résiduelles et la martensite fraîchement formée, un traitement thermique post soudage (en anglais PWHT : Post-Welded Heat Treatment) a été effectué sur les tubes qui vont servir à cette étude. Il s'agit d'une montée à la vitesse de 100°C par heure jusqu'à 160°C puis de 45,7°C par heure jusqu'à 750°C ensuite on effectue un palier de 20 heures et 30 minutes à cette température enfin on laisse refroidir à l'air calme (43,7°C/sec). Ce traitement thermique joue un grand rôle dans la restauration de la martensite. Il permet également que la microstructure soit identique dans le métal d'apport et dans le métal de base. A partir d'une heure, le PWHT n'a plus aucun effet sur la résistance en fluage du matériau. Mais ce traitement thermique ne doit pas être trop long non plus car il a été constaté [Das 2008], la présence d'un grand nombre de cavités près des zones de rupture et de nombreuses microfissures.

### 2.3. La composition de la ZAT et sa cristallographie

Le procédé de soudage, par l'intermédiaire du gradient de température qu'il introduit, modifie la microstructure du matériau dans la zone affectée thermiquement. En effet, chaque zone du joint soudé voit des évolutions de température différentes. Pour information, voici les températures de transformations austénitiques issues de la littérature :

- Ac1 = 815°C ; Ac3=865°C [Di Gianfrancesco 2001]
- Ac1=820°C ; Ac3=910°C [Camida 2004]
- Ac1=830°C ; Ac3=870°C [Raju 2007]

Dans cette étude la température d'austénitisation est de 1071°C pendant 4h. La Figure 3-19 montre un exemple de diagramme TTT pour un acier 9%Cr et 2%Mo avec une austénitisation de 1100°C pendant 15 minutes.

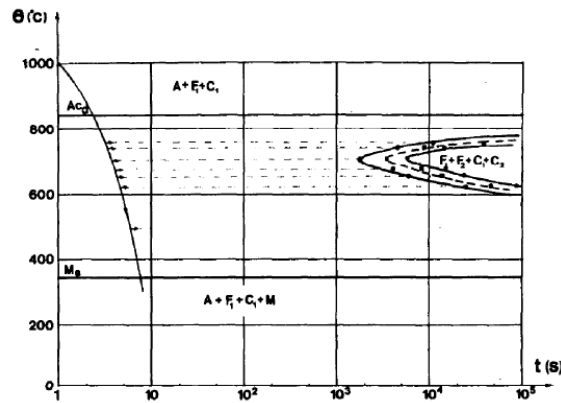


Figure 3-19 : Diagramme TTT. Austénitisation à 1100°C pendant 15 min.

Figure 3-19 : Diagramme TTT pour un acier P92 [Vilar 1981]

Dans cet acier, le joint de soudure est composé par :

- le métal d'apport (WM) qui a une composition proche de celle du métal de base. Il existe deux types de microstructure dans cette zone. La première présente une taille de grains d'environ 75µm (voir Figure 3-20).

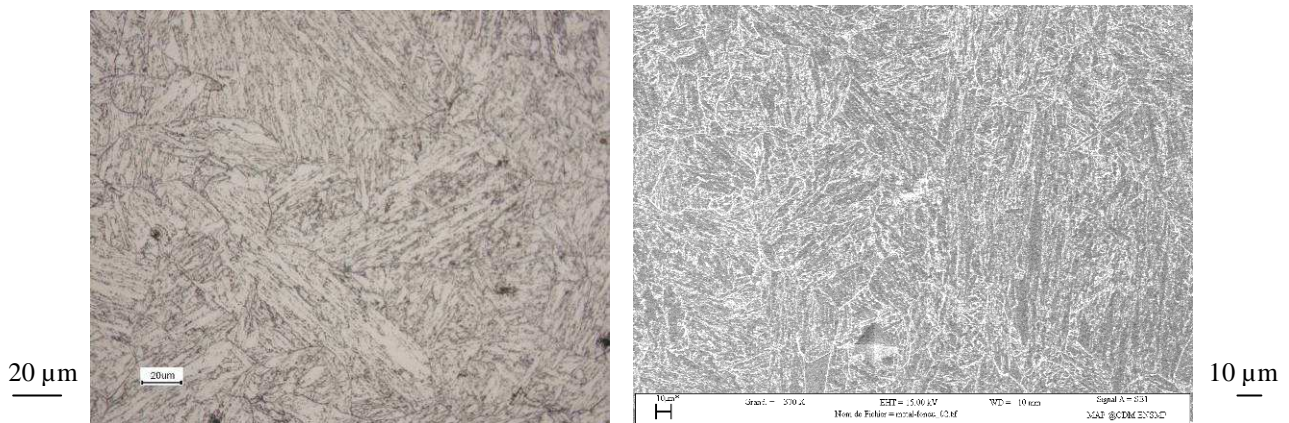


Figure 3-20 : Microscopie optique (à gauche) et au MEB (à droite) du métal d'apport (zone à petit grain)

Sur la figure de pôle inverse (Figure 3-21), on peut également voir qu'il n'y a pas d'orientation privilégiée des grains car il n'y a pas de couleur dominante sur le cliché.

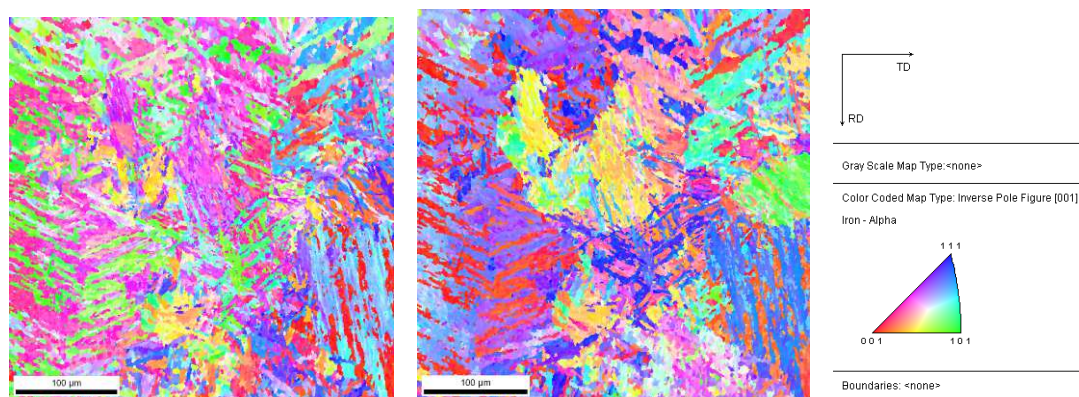


Figure 3-21 : Figure de pôles inverses du métal d'apport selon ND (à gauche) et RD (à droite)

Cette observation subjective est confirmée par les figures de pôles (Figure 3-22) qui montrent que le métal fondu ne présente pas de texture particulière car la différence entre le niveau maximal et minimal est faible.

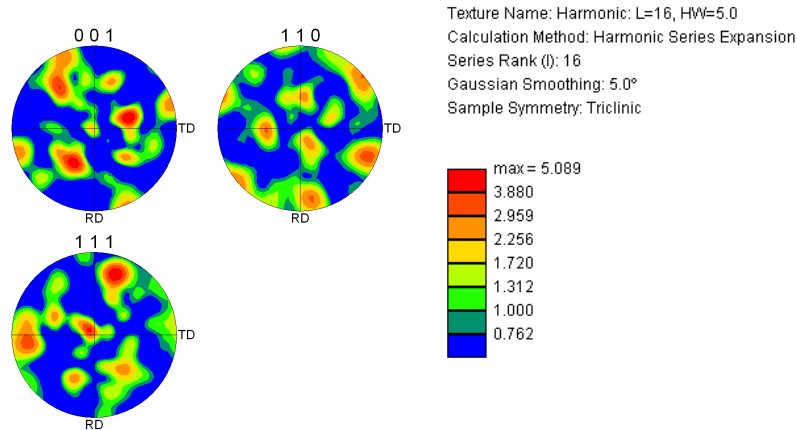


Figure 3-22 : Figure de pôles du métal d’apport

La seconde zone à gros grains du métal d’apport présente une taille de grains beaucoup plus grande (de l’ordre du millimètre) [Vivier 2009]. Cette zone n’est observable que si on analyse la face de la plaque qui a pour normale la direction de laminage comme on peut le voir sur la Figure 3-23.

Ces différences s’expliquent par l’alternance des passes de soudure. La zone à gros grains correspond au lieu des passes et entre chacune d’elles, on trouve la zone à petits grains.

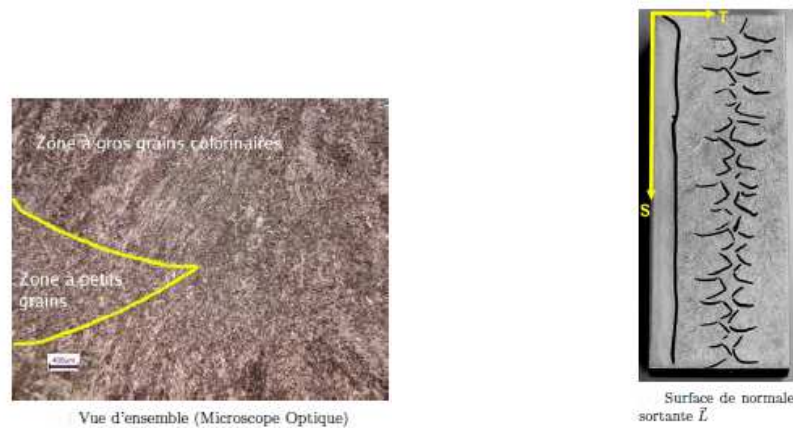


Figure 3-23 : Alternances zone à petits grains et à gros grains dans le métal d’apport [F. Vivier 2009]

Du fait de l’utilisation d’un métal d’apport pour la réalisation de la soudure, la composition chimique de cette zone est légèrement différente de celle du métal de base (cf. Tableau 3- 3). Ces différences ne sont que légères car le métal d’apport choisi a une composition chimique proche du métal de base [rapport AREVA 2006].

Si	V	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Nb	Mo
0.14	0.2	8.8	1.53	87.06	0.09	0.08	0.02	0.86

Tableau 3- 3 : composition chimique du métal fondu (%massique)

- la zone affectée thermiquement (ZAT) est elle-même divisée en trois parties :
  - CGHAZ : (Coarse Grained Heat Affected Zone) dans cette zone la microstructure se présente sous la forme de gros grains d’austénite d’environ 60µm de taille en moyenne (voir Figure 3-24), cette valeur corrobore celle de [Vivier 2009]. Elle est la conséquence d’une température très supérieure à Ac3 (1050°C pour un échauffement de 150°C/sec). La transformation austénitique est alors complète, et la croissance des grains austénitiques peut avoir lieu.



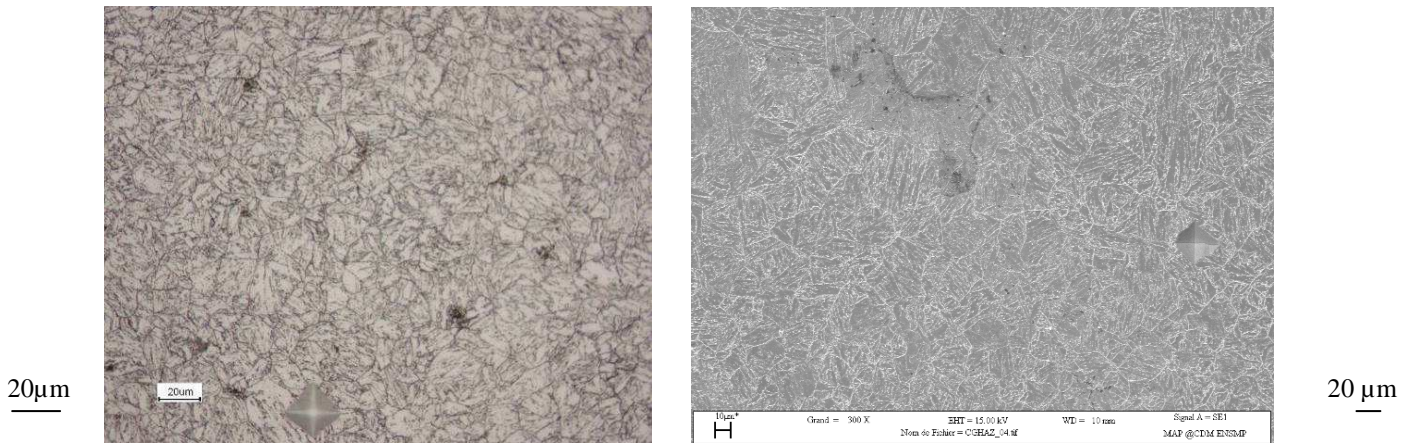


Figure 3-24 : Microscopie optique (à gauche) et au MEB (à droite) de la CGHAZ

Sur la figure de pôle inverse (Figure 3-25), on peut également voir qu'il n'y a pas d'orientation privilégiée des grains car il n'y a pas de couleur dominante sur le cliché.

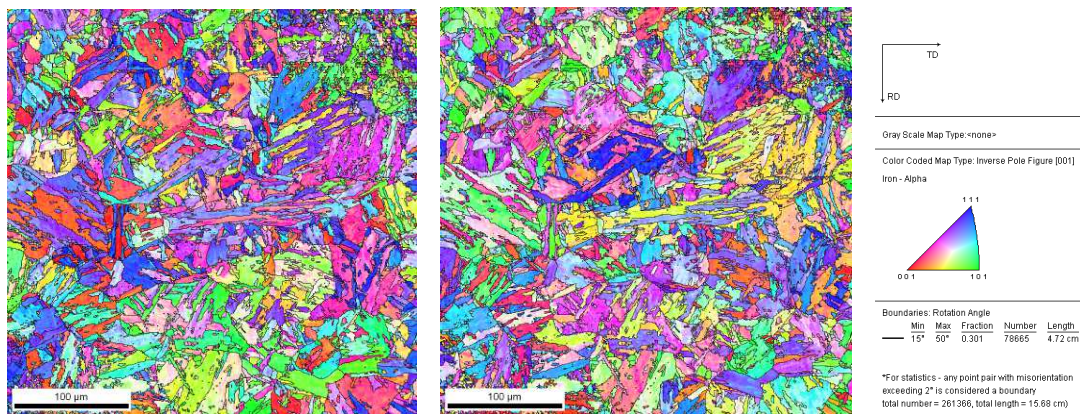


Figure 3-25 : Figure de pôles inverses de la CGHAZ selon ND (à gauche) et RD (à droite)

Cette région ne possède pas de texture particulière comme l'indique les figures de pôles (Figure 3-26).

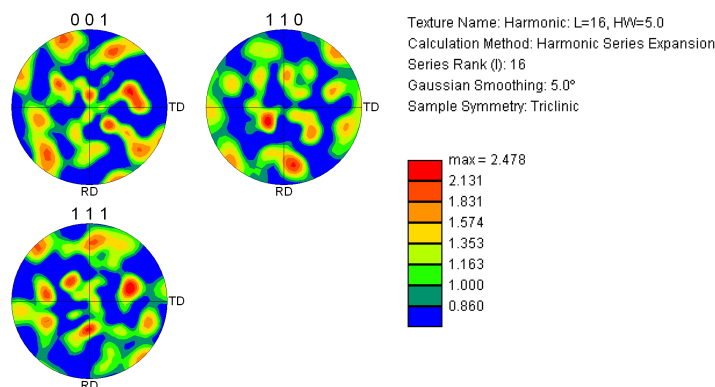


Figure 3-26 : Figure de pôles de la CGHAZ

- o FGHAZ (Fine Grained Heat Affected Zone): dans cette zone, la microstructure se présente sous forme de grains fins d'austénite de 10µm de taille en moyenne (voir Figure 3-27), ce qui correspond à la valeur indiquée par [Vivier 2009]. Cette microstructure est la conséquence d'une température de traitement thermique juste au dessus de Ac3. La transformation austénitique est complète mais la croissance des grains austénitiques est limitée.

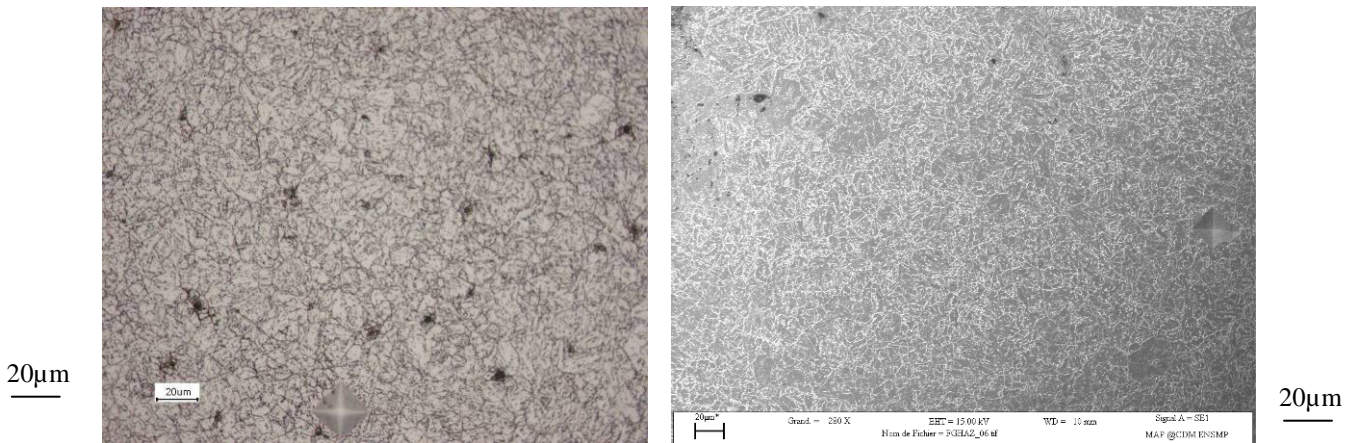


Figure 3-27 : Microscopie optique (à gauche) et au MEB (à droite) de la FGHAZ

Sur la figure de pôles inverses (Figure 3-28), on peut également observer qu'il n'y a pas d'orientation privilégiée des grains car il n'y a pas de couleur dominante sur le cliché. Cette observation subjective est, à nouveau, confirmée par les figures de pôles de la Figure 3-29.

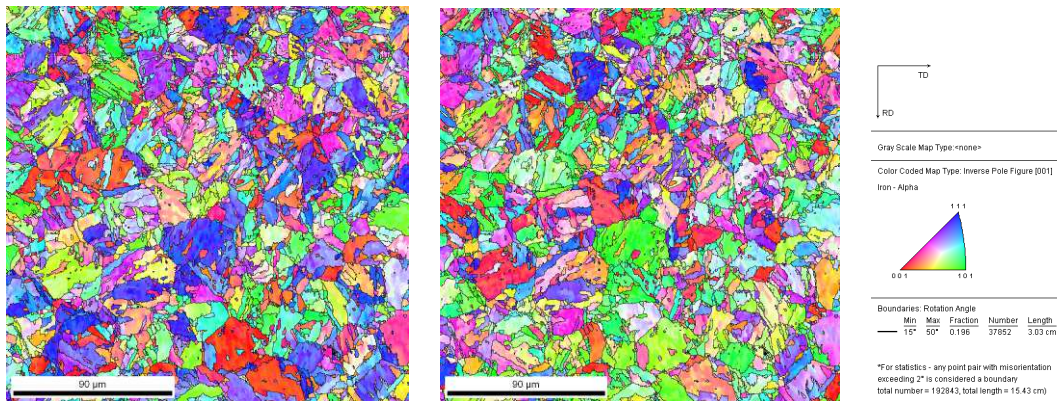


Figure 3-28 : Figure de pôles inverses de la FGHAZ selon ND (à gauche) et RD (à droite)

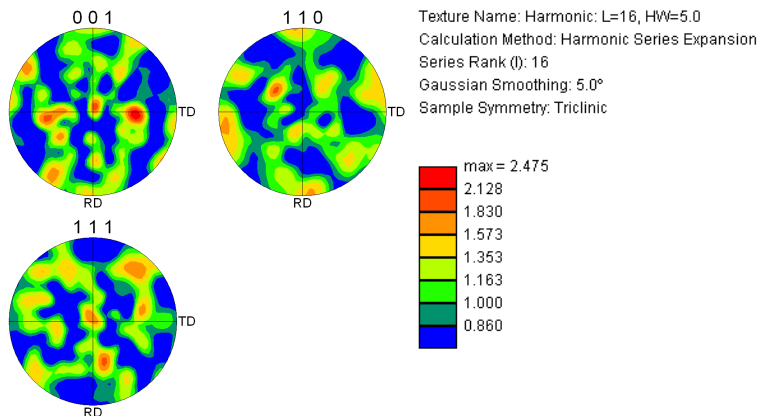


Figure 3-29 : Figure de pôles de la FGHAZ

- ICHAZ (InterCritical Heat Affected Zone) : elle résulte d'un traitement thermique dont la température maximale se situe dans le domaine intercritique (c'est-à-dire entre Ac1 et Ac3 avec Ac1 qui vaut environ 930°C pour un échauffement de 150°C/sec). La martensite revenue est alors partiellement transformée dans l'austénite durant le cycle thermique de soudage. Elle n'est plus sous forme de lattes mais sous forme de martensite équiaxée d'environ 10µm de moyenne (voir Figure 3-30). Cette valeur correspond aux observations de [Vivier 2009]

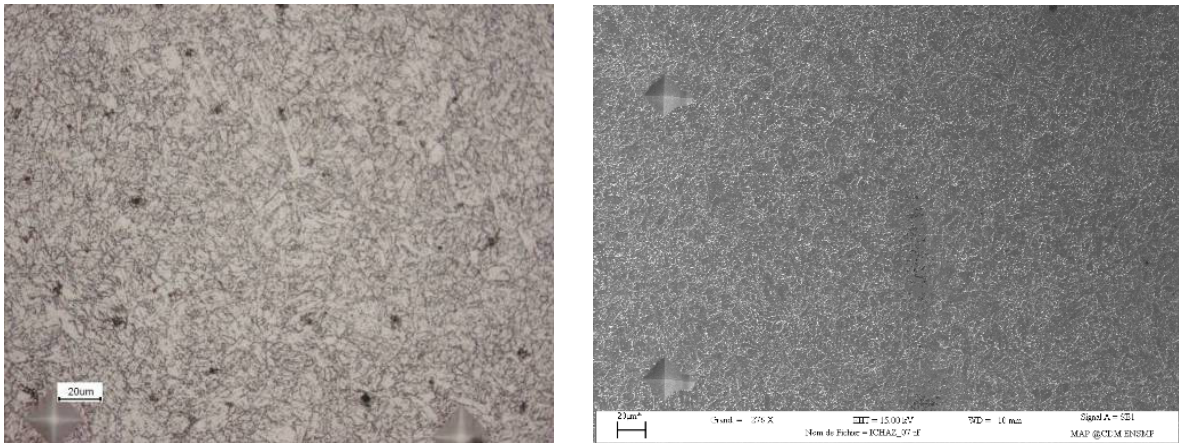


Figure 3-30 : ICHAZ vue au microscope optique (à gauche) et au MEB (à droite)

Sur la figure de pôles inverses (Figure 3-31), on peut observer qu'il n'y a pas d'orientation privilégiée des grains car il n'y a pas de couleur dominante sur le cliché. Cette observation subjective est, à nouveau, confirmée par les figures de pôles de la Figure 3-32.

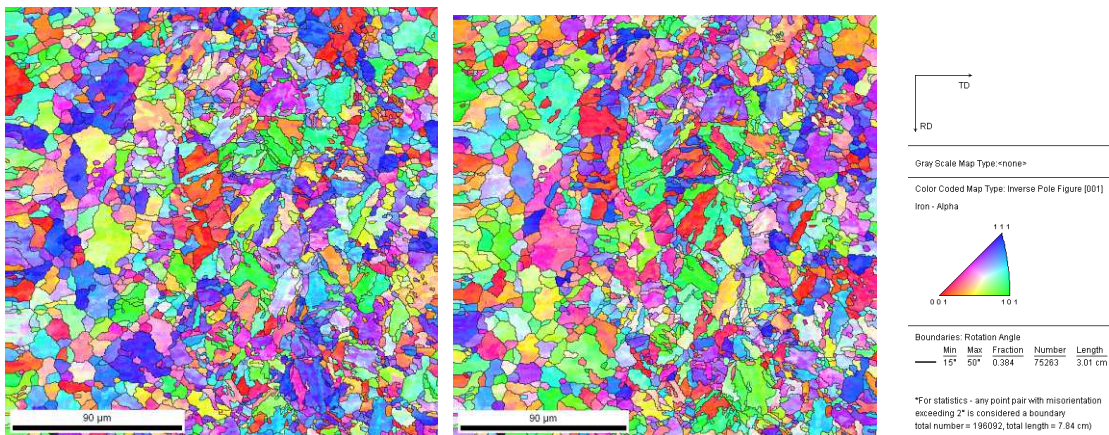


Figure 3-31 : Figure de pôles inverses de l'ICHAZ selon ND (à gauche) et RD (à droite)

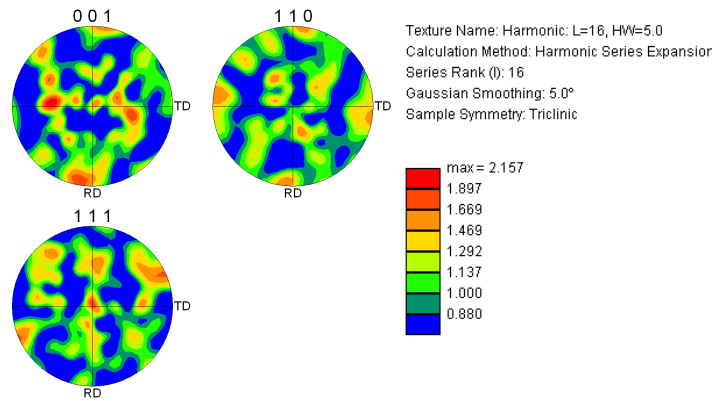


Figure 3-32 : Figure de pôles de l'ICHAZ

- une zone proche de la ZAT que l'on appelle métal de base surchauffé (en anglais « over-tempered base metal ») où le matériau a subi un réchauffement local à une température juste en dessous de Ac1.
- le métal de base (MB) (voir sa microstructure dans le paragraphe I.2)b))

La Figure 3-33 récapitule les différentes zones que l'on peut trouver dans le joint soudé.

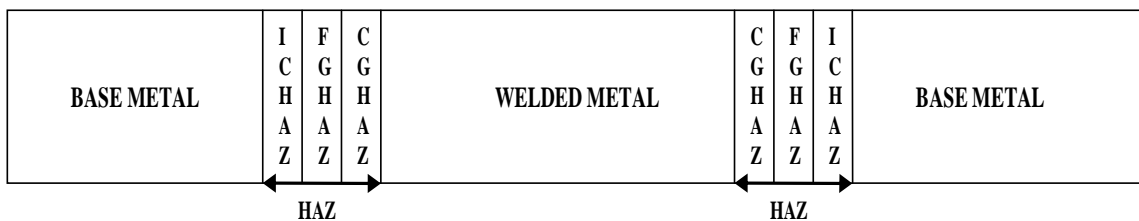


Figure 3-33 : Schéma représentatif de la répartition des différentes zones métallurgiques d'un joint soudé sur mes éprouvettes de traction

Lors des essais mécaniques notamment en fluage, on observe des ruptures prématurées dans la soudure, ceci est dû à la faible résistance de la zone affectée thermiquement (conséquences de problèmes métallurgiques) et à une hétérogénéité microstructurale amenant des états de chargement (taux de triaxialité élevé dans la transition élastique-plastique dans les zones plus molles comme l'ICHAZ encadré par des zones plus dures : le métal de base et la FGHAZ) et des effets de contraintes complexes (d'où des problèmes mécaniques). Il s'agit de structures à gradient de propriétés et les simples critères de dimensionnement ne suffisent donc pas à prédire le comportement des zones soudées. Nous avons donc pris le parti de développer une approche par élément finis qui tienne compte des hétérogénéités du matériau

## 2.4. La zone faible : l'ICHAZ

L'un des moyens de mettre en évidence les hétérogénéités de microstructures consiste à effectuer des profils de dureté Vickers comme cela est illustré sur la Figure 3-34. En effet, cette propriété présente une forte chute au niveau de l'ICHAZ confirmée par [Gaffard 2005, Laha 1995]. Cette zone fragile en fluage a été étudiée par [Gaffard 2005]. A l'opposé la dureté augmente lorsque l'on se trouve dans la CGHAZ.

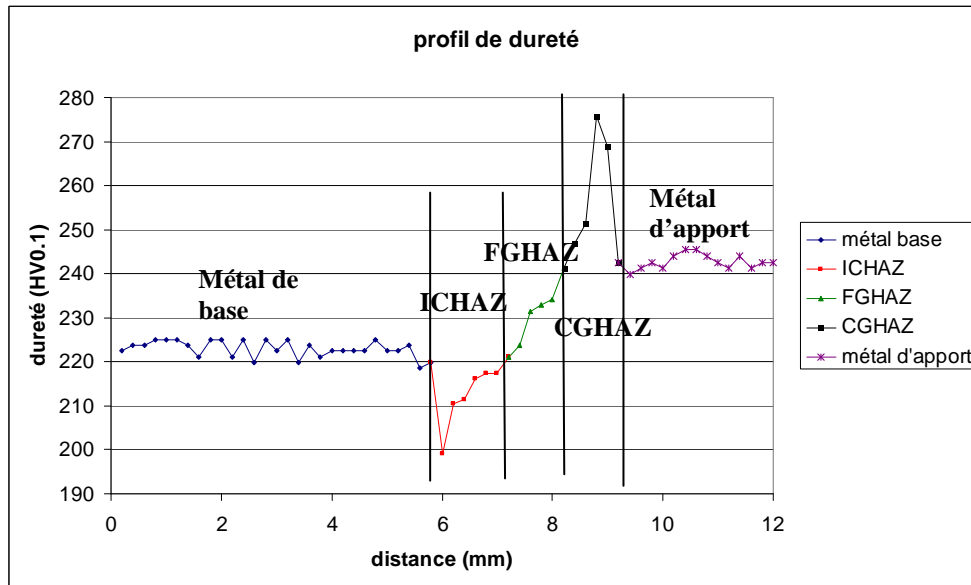


Figure 3-34 : Profil de dureté Vickers d'un joint soudé P91 sous une charge de 100 grammes

Dans l'ICHAZ, les précipités de type MX restent présents pendant le cycle thermique de soudage car leur température de dissolution est supérieure à 1100°C. Des essais mécaniques sur une microstructure simulée (réalisé grâce des dispositifs type Gleeble en reproduisant le cycle thermique vu par cette zone microstructurale) avec un contrôle des effets de contraintes triaxiales montrent que l'ICHAZ présente une vitesse de fluage plus élevée que celle du métal de base [Laha 1995]; ce qui est responsable de la faiblesse de sa résistance au fluage par rapport au reste du cordon. Cette baisse de caractéristiques mécaniques pourrait être associée à la plus faible densité de dislocations présentes dans l'ICHAZ. Cette chute pourrait aussi s'expliquer par le fait que cette zone ait subi un cycle thermique intercritique (entre Ac1 et Ac3). En effet les carbures  $M_{23}C_6$  et les précipités MX ne sont pas dissout dans ce domaine de température. Cette baisse de résistance au fluage peut aussi se justifier par le traitement thermique qui suit la soudure (PWHT) qui provoque la coalescence des précipités. Pour limiter cette coalescence, on pourrait effectuer un PWHT à une température moins élevée mais la ténacité à la rupture serait alors trop faible. Pour renforcer la résistance au fluage, on peut alors réaliser le traitement de normalisation et de revenu juste après l'opération de soudage car le métal de base et le métal d'apport ont quasiment la même composition chimique et la même évolution microstructurale.

D'autres auteurs comme DeWitte et Coussement [Coussement 1991] proposent de réaliser une moitié de traitement de revenu (soit à 600 – 620°C) pour que les précipités de type MX et les carbures ne se forment que pendant le traitement thermique post soudage (PWHT) mais ceci implique, d'un point de vue industriel, que toute la tuyauterie devrait subir ce traitement et pas seulement la zone soudée. La baisse de résistance au fluage dans l'ICHAZ peut aussi s'expliquer par la petite taille de grains constitutifs de cette zone pouvant ainsi favoriser le glissement intergranulaire et donc accélérer la rupture dans cette zone.

Ayant constaté que l'ICHAZ est la zone critique pour la tenue au fluage, [Gaffard 2005] a établi, à partir d'un formalisme de Monkman Grant, une loi de comportement pour estimer le temps à rupture dans l'ICHAZ. Les paramètres de cette loi sont  $C_{MG} = 0,28 \text{ h}^{0.2}$  [ $C_{MG}$  la constante de Monkman Grant, h le temps en heures] (il dépend du régime de fluage sans prendre en compte une possible perte de ductilité); la relation s'écrit alors

$$\dot{\epsilon}_{\text{fluage sec ondaire}}^{0.8} * t_r = 0.28. \quad [\text{Masuyama 2000}] \text{ a pour sa part établi cette loi sous une autre forme}$$

$$\dot{\epsilon}_{\text{moyenne}} = K_{MG} * t_r^{-m} \quad [K_{MG} \text{ la constante de Monkman Grant, } t_r \text{ le temps à rupture, } m = 0.8].$$

Cet aspect d'extrapolation de durée de vie en fluage sera développé plus loin dans le chapitre 6 de ce manuscrit.

Monkman-Grant parameters and Larson-Miller correlation for base metal, weldment specimens and HAZ (calculated from the model) at 625 °C

	Larson-Miller $f(\sigma), \sigma$ in MPa	Monkman-Grant	
		$m$	$C_{MG}$
Base metal (BM)	$-0.028\sigma + 24$	0.94	$5.8 \times 10^{-2} \text{ h}^{-0.06}$
Weldment (W)	$-0.026\sigma + 22.9$	0.80	$3.8 \times 10^{-2} \text{ h}^{-0.2}$
HAZ		0.88	$1.2 \times 10^{-1} \text{ h}^{-0.12}$

Tableau 3- 3 : valeur des paramètres de la loi de Monkman-Grant pour l'acier P91 à 625°C [Gaffard 2005]

## CONCLUSION

*Du fait des différents cycles thermiques selon la distance à la ligne de fusion chaque zone du joint soudé à sa propre microstructure. Le métal de base (loin de la ligne de fusion) présente une microstructure typique des 9%Cr avec des anciens grains austénitiques (40µm) qui se divisent en paquets (10 à 20µm) eux même scindés en bloc (quelques micromètres). A l'intérieur de ces blocs, on trouve des lattes. Dans la ZAT, l'ICHAZ et la FGHAZ ont des tailles d'anciens grains austénitiques plus petites que le métal de base (10µm) et la martensite n'est plus sous forme de lattes mais est équiaxée. Ces deux zones se différencient par une dureté plus faible dans l'ICHAZ que dans la FGHAZ. En revanche, la CGHAZ a une taille de grain beaucoup plus grande (60µm) et de nouveau sous forme de lattes. Dans la zone fondue, la microstructure est encore sous forme de lattes et la taille de grain est la plus grande du joint soudé (80µm).*

*Les précipités présents dans ce matériau à l'état initial sont les  $M_{23}C_6$  et MX, ils se différencient par leur taille et leur localisation (dans les joints de grains ou dans les joints de lattes) dans la microstructure. Les autres types de précipités comme les phases de Laves ou les phases Z n'apparaissent que dans le début d'essai à haute température pour les phases de Laves et qu'après des essais de fluage à long terme pour les phases Z.*

*La composition chimique est identique dans tout le joint soudé sauf dans le métal fondu ce qui s'explique par l'utilisation du métal d'apport pour le soudage.*

*Par la suite, l'objectif est d'identifier des lois de comportement pour chacune de ces parties. Ces lois seront établies à partir de matériaux modèles massifs représentatifs des zones soudées (ou de certaines zones de la ZAT). Or ces microstructures synthétiques, si elles peuvent être représentatives des microstructures réelles, ne le sont pas forcément vis-à-vis des sollicitations mécaniques imposées aux cordons de soudures du fait des gradients de propriétés rencontrés. C'est pourquoi nous nous intéresserons à identifier les propriétés mécaniques de chacune des zones du joints soudé pour une*

*sollicitation proche des chargements réellement observés grâce à l'utilisation de la corrélation d'images.*

## **Chapitre 4 : Identification des lois de comportement de matériaux à gradient de propriétés démontrant l'intérêt des mesures de champ**

### **INTRODUCTION**

*Ce chapitre présente la technique de corrélation d'images ainsi que les raisons de son application dans le cadre de notre étude. Les différents paramètres qui peuvent engendrer des erreurs de mesure sont également listés dans ce chapitre. Enfin, il se termine par une revue bibliographique des différentes méthodes d'identification de paramètres de loi de comportement à partir de la mesure de champs cinématiques.*

### **SOMMAIRE :**

---

<b>1. LE CONTEXTE .....</b>	<b>56</b>
<b>2. LA METHODE DE CORRELATION D'IMAGES .....</b>	<b>56</b>
2.1. <i>Le principe .....</i>	56
2.2. <i>Les problèmes de contraste.....</i>	58
2.3. <i>Influence de la température .....</i>	59
<b>3. DEMARCHE EXPERIMENTALE.....</b>	<b>60</b>
<b>4. IDENTIFICATION DE PARAMETRES DE LOIS DE COMPORTEMENT A L'AIDE DE LA MESURE DE CHAMP .....</b>	<b>62</b>
4.1. <i>Méthode de l'écart à l'équilibre .....</i>	64
4.2. <i>Méthode des champs virtuels.....</i>	64
4.3. <i>Méthode de l'erreur en relation de comportement (ERC).....</i>	65
4.4. <i>Méthode par recalage par éléments finis.....</i>	66
4.5. <i>Méthode de l'écart à la réciprocité .....</i>	67
<b>CONCLUSION .....</b>	<b>68</b>

---



## 1. Le contexte

Au cours de cette étude, le comportement mécanique d'un joint soudé, qui est d'un point de vue microstructural une zone fortement hétérogène, va être étudié. Il est donc important de caractériser le comportement mécanique de chacune des zones de la soudure, c'est pourquoi, nous allons utiliser une technique de mesure locale des champs de déformation, basée sur l'utilisation d'une méthode d'analyse d'images numériques : la corrélation d'images. Cette technique a été développée à l'université de South Carolina [Sutton 1983, Lyons 1996]. Elle permet des mesures cinématiques multi-échelles pouvant être associées à la fois, aux hétérogénéités microstructurales avec une précision théorique supérieure à 0,1% en déformation, et à la réponse macroscopique du matériau (échelle globale) avec souvent un rapport 1000 entre ces deux grandeurs. D'autres méthodes permettraient de réaliser ce type de mesure comme la photoélasticité, les techniques de Moiré, les méthodes d'interférométrie holographique, les méthodes d'analyse d'images par flux optique, mais l'avantage de la méthode de la corrélation d'images est de donner accès à des bases de mesure très petites vis-à-vis du champ étudié, d'être une technique de mesure sans contact, évitant ainsi les phénomènes d'interaction entre le matériau et le moyen de mesure qui pourraient engendrer des erreurs ou des perturbations, mais aussi d'être une technique robuste notamment aux bruits de mesures même dans le régime de déformation plastique [Pan 2009].

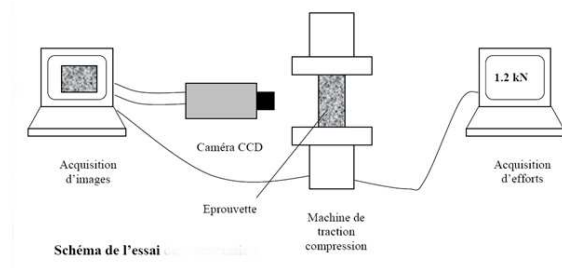


Figure 4-1 : Description du mode opératoire retenu lors d'un essai mécanique avec utilisation de la technique de corrélation d'images [Doumalin 2000]

## 2. La méthode de corrélation d'images

### 2.1. Le principe

La technique de corrélation consiste à mettre en correspondance deux images numériques d'une même surface plane observée à deux états distincts de déformation, soit un état dit « configuration de référence » et un état dit « configuration déformée ». Les images sont ensuite discrétisées en sous-domaines appelés zone d'étude, caractérisées par le niveau de gris de leurs pixels constitutifs. La méthode consiste à rechercher la zone homologue, dans la configuration déformée, du sous domaine d'intérêt de la configuration initiale, en identifiant les paramètres de la transformation mécanique décrivant les évolutions cinématiques subies par le matériau entre les deux configurations. Un coefficient appelé « coefficient de corrélation » est alors calculé pour quantifier le niveau de ressemblance des deux sous-images

issues des deux configurations. Sa minimisation (ou maximisation) permet de déterminer la transformation matérielle liant les deux domaines.

Lors de ces différentes étapes, plusieurs problèmes peuvent se poser. Il faut tout d'abord, visualiser des images avec un contraste suffisant pour permettre une identification correcte des pixels homologues, il faut également que ce contraste ne soit pas altéré par la déformation du matériau. On doit également poser une définition du coefficient de corrélation qui ne dépende pas de la variation du contraste moyen de chacune des images. Une autre difficulté de cette technique vient de l'identification de la transformation qui peut dépendre de la distorsion des images (artéfacts).

Les images manipulées sont en 256 ou 65536 niveaux de gris (camera 8 bits ou 16 bits respectivement), le signal en pixel est donc représenté par un scalaire caractérisant le niveau de gris. Si l'on définit une fonction  $f(x)$  comme étant le niveau de gris de l'image de référence et  $g(X)$  celui de l'image déformée (voir Figure 4-2) (avec  $x$  et  $X$  les coordonnées des points respectivement dans l'image de référence et déformée). Et si l'on considère que les niveaux de gris se conservent au cours de la transformation, on a alors :

$$g(\varphi(X)) = f(x)$$

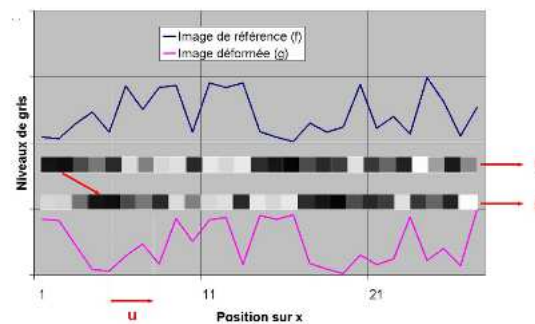


Figure 4-2 : Évolution du niveau de gris pour une translation de 3,5 pixels [www.si.ens-cachan.fr]

L'objet de la méthode de corrélation d'images est donc de définir cette transformation matérielle  $\Phi$  et de la déterminer. Pour plus de détails sur les techniques de corrélation d'images, j'invite le lecteur à parcourir l'Annexe A de mon manuscrit et à relire [Allais 1994, Doumalin 2000, Bornert 2009, Hild 2003, Sutton 2008, Pan 2009, Haddadi 2008, Rapport interne LMS 2002, Brémand « technique de l'ingénieur », Avril 2008].

A partir des champs de déplacement mesurés, de nombreuses méthodes permettent de dériver les champs de déformation, chacune faisant intervenir la notion de base locale de mesure et faisant des hypothèses sur certaines composantes du champ de déplacement (notamment la contribution hors plan d'observation). Pour notre étude, nous injecterons les composantes planes du champ de déplacement mesuré, dans un maillage aux éléments finis représentant la grille de dépouillement initiale puis nous calculerons à l'aide des fonctions de forme associées aux éléments du maillage, les composantes du champ de déformation associé.

## 2.2. Les problèmes de contraste

Pour que la corrélation d'images soit satisfaisante, il faut que les points de chaque image soient clairement identifiables. Pour cela il faut un bon contraste de l'image sans saturation des niveaux de gris. Ce dernier peut exister naturellement sur certaines structures ou microstructures, mais ceci est rarement le cas, il faut donc le créer artificiellement. Il existe différents types de système pour concevoir ce contraste. On peut utiliser ce que l'on appelle un mouchetis sur la surface observée, mouchetis fabriqué à l'aide de bombes de peinture aérosols. Une première couche de peinture noire (ou blanche) fournit un fond uniforme ; un spray rapide de peinture blanche (ou noire) y superpose de petites taches réparties aléatoirement, de taille donnée par celle des gouttelettes de peinture, qui est de l'ordre de la dizaine voire centaine de micromètres. Pour les mesures aux échelles « fines », de l'ordre de quelques microns, les techniques aérosols ne sont plus appropriées et seules subsistent les techniques issues de la microélectronique comme la microlithographie électronique qui est la méthode utilisée dans cette étude. Cette technique consiste à utiliser le faisceau électronique d'un microscope électronique à balayage pour irradier une résine électro-sensible afin de créer des pochoirs à l'échelle micrométrique.

Un contraste sous la forme de mouchetis est environ quatre fois plus précis qu'un marquage sous la forme d'une grille [Doumalin 2000]. Ceci est dû au fait qu'un mouchetis donne des variations de niveaux de gris dans toutes les directions de l'espace, contrairement à une grille périodique.

Dans mon étude, lorsque l'on s'intéressera au champ de déformations à l'échelle du joint soudé, les échelles d'observation pertinentes sont de l'ordre des hétérogénéités microstructurales à savoir plusieurs centaines de micromètres, la technique du mouchetis est alors suffisante. En revanche, lorsque l'on s'intéressera au glissement aux joints de grains, la base de mesure doit être de quelques micromètres et par conséquent un marquage par micro lithographie sera utilisé.

Enfin, l'optimum de la corrélation sera obtenu pour une distribution maximale des niveaux de gris au sein des sous-domaines. Il faut donc s'assurer que la distribution des niveaux de gris soit étalée sur toute leur échelle, à savoir entre 0 et 255 pour une image 8 bits en évitant les saturations, synonymes de perte d'informations. L'histogramme idéal à rechercher et ceux à éviter sont indiqués sur la Figure 4-3. Pour l'obtenir, il faut jouer sur l'éclairage utilisé pour observer l'essai.

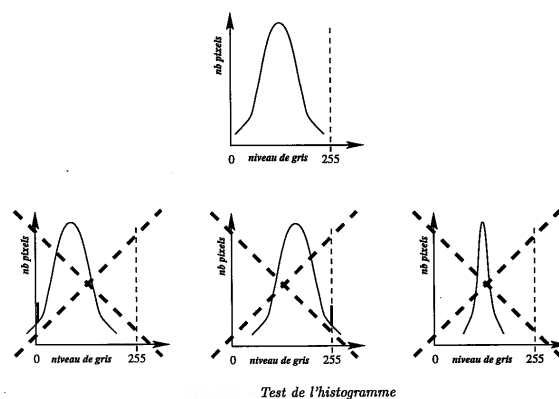


Figure 4-3 : Différents histogrammes de niveau de gris [Doumalin 2000]

### 2.3. Influence de la température

Notre étude portant sur l'identification des paramètres de comportement des cordons de soudure dans le domaine de température de fonctionnement des centrales thermiques, à savoir aux alentours de 600°C, il nous faut étudier l'influence de la température sur la précision de la mesure. Lyons et al. [Lyons 2006] ont étudié les erreurs de mesure que peut engendrer un essai de corrélation d'image à haute température et les moyens que l'on pouvait utiliser pour limiter ces erreurs. Ils aboutissent à la conclusion que si l'on utilise la corrélation d'images à température ambiante, l'erreur sur les déplacements est de 0,02 pixels. Cela correspond à une différence de 0,5µm sur l'image d'une éprouvette avec un grandissement de 40 pixels par millimètre. L'erreur sur les déformations est alors de 0,0005 environ. Plusieurs séries de tests ont été effectuées et ont montré que si l'on augmente la température on diminue la précision de mesure sur les déformations (Figure 4-4).

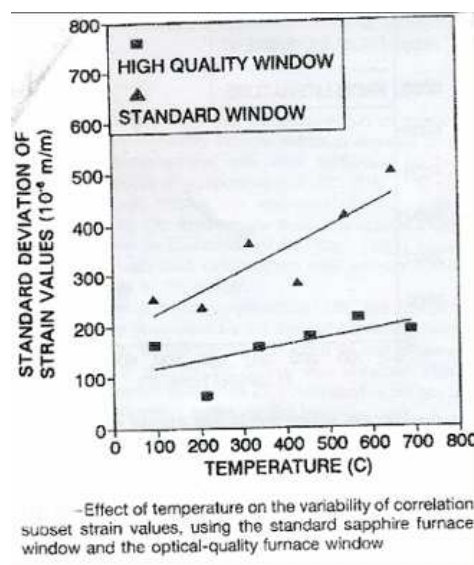


Figure 4-4 : Effet de la température sur l'écart type des mesures avec et sans une fenêtre de four haute qualité [Haddadi 2008]

La première source d'erreur peut concerner la qualité optique de la fenêtre du four. En effet des variations d'épaisseur, de courbure et d'indice de réfraction entraînent des déformations apparentes des objets observés. La seconde source d'erreur concerne la variation de la température de l'air proche du four. Ces changements de températures entraînent des variations de l'indice de réfraction de l'air et conduisent à des distorsions de l'image de la surface d'analyse. Pour limiter ces fluctuations, on peut placer un ventilateur près de la fenêtre du four. Cette soufflerie homogénéise l'air pour que sa température et le coefficient de réfraction associé soient constants, assurant ainsi la reproductibilité de la mesure (Figure 4-5).

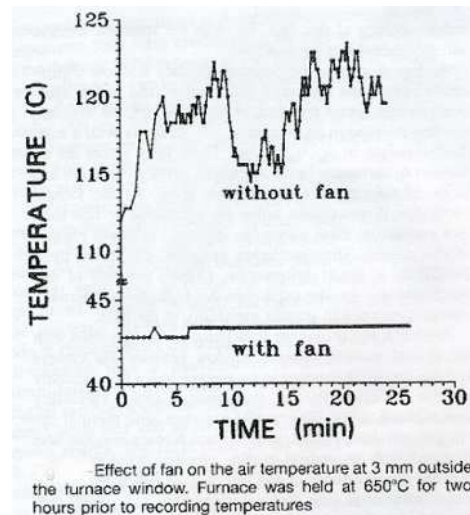


Figure 4-5 : Évolution du bruit avec et sans ventilateur [Haddadi 2008]

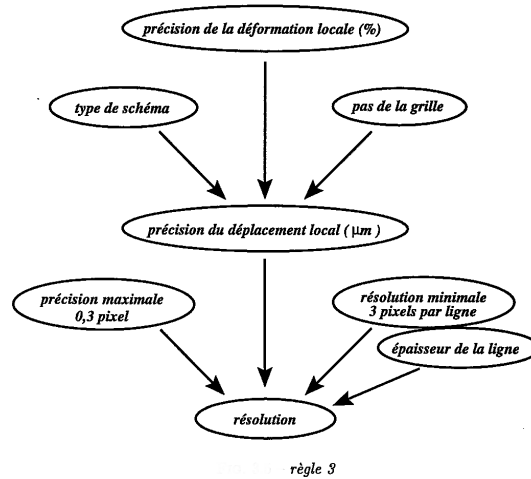
### 3. Démarche expérimentale

Au cours des essais mécaniques que nous envisageons, la procédure de mesure de champs cinématiques par corrélation d'images, doit prendre en compte des paramètres suivants :

- Les paramètres du système d'acquisition
  - La taille des images (zone couverte)
  - La résolution spatiale (nombre de pixels par unité de longueur)
  - Le nombre d'images (pour couvrir la zone d'investigation)
  - La résolution temporelle (temps de pose, obturation)
  - La distance de travail (dans notre cas 340mm)
  - L'histogramme du niveau de gris (contraste, brillance)
- Les paramètres relatifs au dépouillement numérique
  - La taille du domaine de corrélation
  - La taille de la zone de recherche grossière
  - Le type de schéma de la dérivation discrète
  - L'approximation de la transformation matérielle utilisée
  - La nature de l'interpolation des niveaux de gris de l'image déformée
  - L'amplitude de déformation entre deux configurations

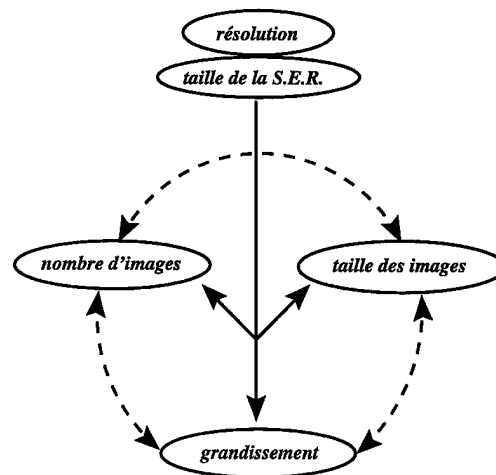
Ces différents paramètres ont des effets d'importances différentes sur la précision des mesures, [Doumalin 2000] a tenté dans sa thèse d'établir par ordre d'importance les différents paramètres à fixer et leur influence les uns envers les autres.

1. La résolution spatiale (nombre de pixels par unité de longueur) est choisie en fonction de la précision maximale, de la résolution spatiale minimale et du nombre de pixel par motif élémentaire.



règle 3  
**Figure 4-6 : Paramètres à fixer pour améliorer la résolution [Doumalin 2000]**

2. Le nombre d'images à acquérir (dans le cas de cette étude, nous acquérons quatre images par seconde) de la taille de la surface élémentaire représentative du comportement étudié vis-à-vis de la taille du capteur de la caméra CCD utilisé pour la résolution spatiale définie précédemment. Le choix final étant un compromis entre l'ensemble de ces paramètres.



règle 4  
**Figure 4-7 : Influence de la taille de la surface élémentaire [Doumalin 2000]**

3. La précision de la corrélation est déterminée par la précision du déplacement local. Cette valeur dépend de paramètres tels que : le temps d'acquisition, la forme du motif et l'approximation de la transformation matérielle  $\phi$ , et des corrections des défauts géométriques nécessaires.

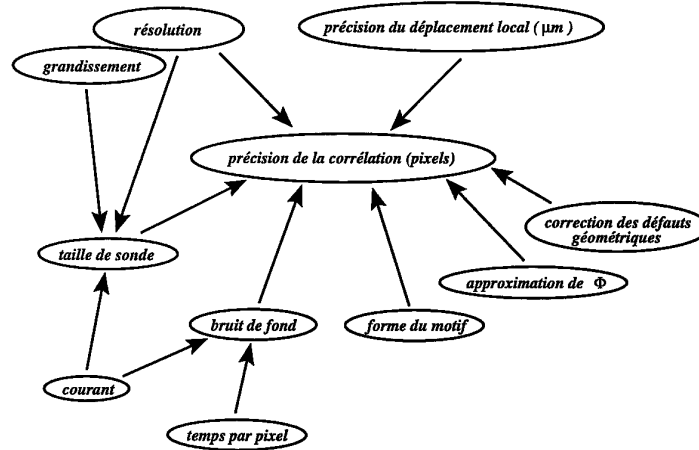


Figure 4-8 - règle 5

Figure 4-8 : Paramètres modifiant la précision de la corrélation d'images [Doumalin 2000]

4. Le contraste peut influencer la précision de la mesure. Il faut donc vérifier l'histogramme des niveaux de gris pour qu'ils soient bien répartis.
5. La taille de la zone de recherche est liée à la valeur de la déformation macroscopique, au pas de la grille et à la résolution utilisée. Il faut donc la choisir dès le départ pour qu'elle soit plus grande que les déformations macroscopiques attendues, mais attention au temps de calcul.
6. L'amplitude des déformations entre deux images doit être limitée pour assurer une bonne qualité de corrélation. Elle est définie par l'intensité des hétérogénéités locales et du taux de dégradation du marquage. Si elles sont trop importantes, on peut acquérir des états de déformation intermédiaires.
7. La taille du domaine de corrélation est fixée pour qu'elle inclue toute l'information associée à la forme du motif. Dans le cas de nos essais de traction, il a fallu également prendre en compte le déplacement de la zone d'intérêt du à la déformation de l'éprouvette
8. On retient l'interpolation bilinéaire car elle est simple et donne des résultats convenables pour obtenir une précision subpixels.

#### 4. Identification de paramètres de lois de comportement à l'aide de la mesure de champ

Les caméras CCD et CMOS présentant une croissance rapide de la taille des images pour un prix acceptable et une résolution, maintenant micrométrique, couplées au progrès considérable dans le traitement des images numériques, conduisent à un attrait croissant pour les mesures de champ cinématique. Elles permettent d'obtenir un grand nombre d'informations (champ de déplacements, champ de déformations) à partir d'un nombre très faible d'essais. A partir de ces données, et une fois couplée à des moyens de calculs, il est alors possible d'estimer d'autres champs mécaniques comme par exemple un champ de contrainte. Il faut toutefois connaître ou faire l'hypothèse de la loi de comportement permettant de prédire la réponse à une sollicitation particulière. Du point de vue des problématiques de recherche en mécanique des matériaux, souvent l'inconnue concerne la loi de comportement. A savoir que l'on pratique bon nombre d'essais afin d'identifier les paramètres de cette dernière. Les mesures

de champ trouvent donc tout naturellement leur place dans cette problématique, qui consiste, à partir de données expérimentales connues (force appliquée, géométrie, déplacement imposé) à identifier les paramètres de la loi de comportement du matériau étudié. Cela s'appelle une méthode inverse. Ce type de problème est souvent mal posé car il ne vérifie pas les trois conditions de Hadamard [Bui 1994, Bornert 2009], c'est-à-dire l'existence de la solution, que cette dernière soit unique et qu'elle dépende continûment des données. En effet, dans ce type de cas, les jeux de paramètres obtenus sont souvent sensibles aux conditions expérimentales. Par conséquent, lors d'une identification, il faudra minimiser une fonctionnelle appelée fonction coût. La minimisation peut être effectuée par différentes techniques que l'on peut classer en trois catégories [Bagher 2010] : les méthodes de régression linéaire utilisée si l'expression des grandeurs calculées est linéaire par rapport aux paramètres à identifier, les méthodes d'évaluation successive de la fonction objectif pour différents jeux de paramètres choisis avec des critères de recherche linéaire (algorithme de type simplex), génétique ou statistique (type Monte Carlo), les méthodes de type gradient (1<sup>er</sup> ou 2<sup>nd</sup> ordre) permettant la détermination de paramètre par une méthode d'approximation itérative. Ce type de méthode impose d'évaluer simultanément la fonction objectif et son gradient (méthode de la plus grande pente, méthode du gradient conjugué, méthode de Newton, méthode de Levenberg-Marquardt, méthode de Gauss-Newton...)

Il existe différentes méthodes pour identifier un jeu de paramètres d'une loi de comportement : la méthode de l'écart à l'équilibre (EGM : Equilibrium Gap Method), la méthode des champs virtuels (VFM : Virtual Field Method), la méthode de l'erreur en relation de comportement (CEGM : Constitutive Equation Gap Method), la méthode par recalage par éléments finis (FEMU : Finite Element Updating), la méthode de l'écart à la réciprocité (RGM : Reciprocity Gap Method)

Toutes les méthodes précédemment citées sont dérivées de la mécanique des milieux continus et utilisent selon la procédure les équations d'équilibre, le principe des travaux virtuels, le principe de réciprocité ou les éléments finis (cf. Figure 4-9). Une synthèse de ces différentes méthodes d'identification lors du GDR « mesure de champ et identification à partir des mesures de champs en mécanique du solide » [Avril 2008].

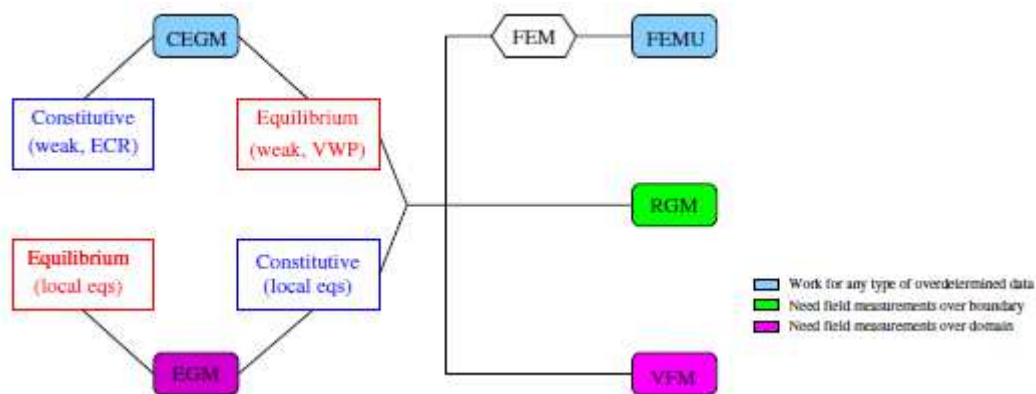


Figure 4-9 : Relation entre les différentes méthodes d'identification et les principes fondamentaux de la mécanique [Avril 2008]

Le choix de la méthode peut être influencé par les données d'entrées. Certaines n'ont pas besoin de la mesure de champ mais de données surdéterminées comme le recalage par éléments finis ou la méthode de l'erreur en relation de comportement. D'autres imposent la mesure de champs cinématique sur tout le domaine comme la méthode des champs virtuels ou la méthode de l'écart à l'équilibre. La méthode de l'écart à la réciprocité n'utilise pour sa part que des mesures sur les frontières de la structure étudiée.



### 4.1. Méthode de l'écart à l'équilibre

Cette méthode a été développée pour les cas où l'on souhaite identifier un champ de propriétés mécaniques, à partir d'un champ de déplacement mesuré, qui permet l'équilibre mécanique à l'intérieur de la structure ( $\text{div}(\sigma)=0$ ) [Claire 2004]. L'hypothèse de base est que le champ de déplacement est valable sur une grille mesurée, cette dernière est alors superposée à un maillage éléments finis. On suppose qu'il n'y a pas de variation de propriétés mécaniques à l'intérieur d'un élément.

Ainsi l'équation d'équilibre à l'aide des éléments finis pour le m-ième degré de liberté s'écrit :

$$\sum_{e|m \in Ee} C_e \{e_m\}^T [K_{e0}] \{u_e\} = 0 \quad (4-1)$$

avec  $C_e$  la valeur du champ élastique  $C(x)$  dans l'élément,  $K_{e0}$  la matrice de raideur dans l'élément,  $e_m$  est le vecteur identité, et  $u_e$  est le vecteur des degrés de libertés sur l'élément  $E_e$ . Dans le cas particulier d'un degré de liberté partagé par exactement deux éléments, on peut écrire la relation (4-1) sous la forme logarithmique :

$$\ln C_{e1} - \ln C_{e2} = \ln(\{e_m\}^T [K_{e20}] \{u_{e2}\}) - \ln(\{e_m\}^T [K_{e10}] \{u_{e1}\}) \quad (4-2)$$

Dans le cas de la résolution d'un problème discrétisé avec un maillage régulier avec  $N$  éléments, le nombre d'équation du type (4-2) est de  $4N$  (cette redondance va permettre de donner de la robustesse au schéma d'identification [Avril 2008]). On alors peut définir le vecteur transposé des inconnues ( $\{c\}^T = \ln C_1, \dots, \ln C_N$ ) et résoudre le problème en minimisant la fonction coût :

$$J(\{c^*\}) = ([M]\{c^*\} - \{q\})^T [W] ([M]\{c^*\} - \{q\}) \quad (4-3)$$

où la matrice  $M$  et le vecteur  $q$  sont obtenus à partir de l'assemblage de l'ensemble des équations (4-2), la matrice  $W$  est une matrice de poids de la forme ( $[W] = \text{diag}\{w_1, \dots, w_n\}$ ) avec  $w_k = (\{e_m\}^T [K_{e2,k0}] \{u_{e2,k}\}) - \ln(\{e_m\}^T [K_{e1,k0}] \{u_{e1,k}\})^\alpha$ ). Dans cette expression, la valeur de  $\alpha$  est ajustée pour que les cas avec une distribution d'endommagement connue donnent le meilleur résultat. L'objectif est finalement de trouver l'unique  $\{c\}$  qui permet de minimiser  $J(\{c^*\})$ .

Cette méthode a été étendue à des lois d'endommagement anisotrope [Crouzeix 2008] et des lois élasto-plastique [Medda 2007].

### 4.2. Méthode des champs virtuels

Cette méthode est basée sur le principe des travaux virtuels :

$$\int_{\Omega} \sigma : \varepsilon[u^*] dV = \int_{S_f} F_s \cdot u^* dS + \int_{\Omega} F_v \cdot u^* dV \quad (4-4)$$

où  $u^*$  est un champs de déplacement virtuel continu cinématiquement admissible. La méthode des champs virtuels consiste à utiliser cette relation avec des champs de déplacement particulier permettant d'identifier des paramètres des lois de comportement du matériau [Grédiac 2006, Sutton 2008]. En effet, en introduisant une loi de comportement liant la déformation à la contrainte.

$$\sigma = [Q] \cdot \varepsilon \quad (4-5)$$

L'équation (4-4) devient alors :

$$\int_{\Omega} [Q] \varepsilon_{kl} \varepsilon_{ij} [u^*] dV = \int_{Sf} F_s u^* dS + \int_{\Omega} F_v u^* dV \quad (4-6)$$

En choisissant autant de champs de déplacement virtuels qu'il y a d'inconnues dans la matrice [Q], on pourra connaître tous les paramètres de la loi de comportement.

Le problème que l'on peut avoir avec cette méthode concerne la complexité du système d'équations si le choix du champ de déplacement n'est pas opportun. Ainsi Pierron et al. [Pierron 2010] ont élaboré une procédure permettant d'obtenir automatiquement un champ de déplacement qui donne directement la valeur de chaque paramètre de la loi de comportement. De plus, cette méthode permet d'obtenir des résultats moins sensibles au bruit de mesure. On peut également définir un champ de déplacement par zone de la structure à étudier, dans ce cas, il faut faire attention à la continuité du champ déplacement au niveau des intersections de zones. Une limite de cette méthode concerne l'extension aux mesures tridimensionnelles, il faut alors connaître les déplacements ou déformations à l'intérieur du solide à partir de données issues de mesure surfacique. Des hypothèses de distributions de la déformation au travers de l'épaisseur sont alors nécessaires.

Dans le cadre de relations non linéaires entre la contrainte et la déformation dépendant de P paramètres telle que :

$$\sigma_{ij} = f(\varepsilon_{11}, \dots, \varepsilon_{33}, X_1, \dots, X_p) \quad (4-7)$$

On écrit alors le principe des travaux virtuels pour N niveaux de chargement pour M champs virtuels et on forme une fonction  $F(X_1, \dots, X_p)$  qu'il faut minimiser :

$$F(X_1, \dots, X_p) = \sum_{k=1}^N \sum_{l=1}^M \left( - \int_V f(\varepsilon_{11}^k, \dots, \varepsilon_{33}^k, X_1, \dots, X_p) \varepsilon_{ij}^{l*} dV + \int_{Sf} (F_s)_i^k u_i^{l*} dS + \int_V (F_v)_i^k u_i^{l*} dV \right)^2 \quad (4-8)$$

Les deux méthodes précédemment présentées utilisent une hypothèse du modèle de comportement. Ces méthodes ont l'avantage d'avoir un temps de calcul court mais nécessitent un champ de déplacement avec une résolution très précise.

### 4.3. Méthode de l'erreur en relation de comportement (ERC)

Cette méthode mesure l'écart entre un champ de contrainte à identifier  $\tau$  et un autre champ de contrainte obtenu à l'aide d'un modèle constitutif dont les paramètres sont à identifier et sur un champ de déplacement mesuré  $v$  [Geymorat 2002, Avril 2008, Latourte 2008]. Dans le cas de l'élasticité linéaire, cette méthode s'écrit :

$$E(v, \tau, A) = \frac{1}{2} \int_{\Omega} (\tau - A : \varepsilon[v]) : A^{-1} : (\tau - A : \varepsilon[v]) dV \quad (4-9)$$

avec A le tenseur d'élasticité.  $E(v, \tau, A)$  est donc la somme d'une énergie potentielle et d'une énergie complémentaire.

Ce problème revient donc à une minimisation :

$$(u, \sigma) = \arg \min_{(v, \tau) \in C(\bar{u}) \times \bar{S}T} E(v, \tau, A) \quad (4-10)$$

avec  $C(\bar{u})$  le champ de contrainte statiquement admissible et  $S\bar{T}$  le champ de déplacement cinématiquement admissible.

Ainsi résoudre ce problème revient à résoudre:

$$E(v, \tau, A) = 0 \quad (4-11)$$

Cette méthode peut être généralisée à d'autres types de comportement non linéaires comme le comportement élastique non linéaire ou comportement élasto-plastique standard généralisé [Latourte 2008].

Il existe deux variantes à cette méthode. La première est la mesure cinématique imposée exactement dans laquelle le champ de déplacement mesuré  $\hat{u}$  est directement introduit dans la fonctionnelle ERC. Pour connaître A, il faut alors résoudre le problème de minimisation:

$$A = \arg \min_{A^* \in A} J(A^*) \text{ avec } J(A^*) = \arg \min_{\tau \in S} E(\hat{u}, \tau, A^*) \quad (4-12)$$

A est l'espace des tenseurs admissibles et S l'ensemble des champs de contraintes admissibles.

La deuxième variante est la mesure cinématique par pénalisation. L'introduction des valeurs cinématiques peut être faussée si elles contiennent du bruit, c'est pourquoi il a été introduit des termes de pénalisation [Calloch 2002]. Ainsi on obtient la fonctionnelle suivante :

$$F(v, \tau, A^*) = \alpha E(v, \tau, A^*) + \frac{\beta}{2} \|v - \hat{u}\|^2 \quad (4-13)$$

$\alpha$  et  $\beta$  sont des coefficients positifs de pénalisation qui évitent d'écrire  $E(\hat{u}, \tau, A)$ . La norme  $\|\cdot\|$  et les coefficients  $\alpha$  et  $\beta$  doivent être choisis de telle sorte que les deux termes de F soient du même ordre de grandeur.

Une première minimisation appelée localisation avec  $\alpha = \beta = 1$  permet de connaître  $(u, \sigma)$  :

$$A = \arg \min_{A^* \in A} E(v, \tau, A^*) \quad \text{d'où} \quad (u, \sigma) = \arg \min_{\tau \in S, v \in C} E(v, \tau, A^*) + \frac{1}{2} \|v - \hat{u}\|^2 \quad (4-14)$$

Une seconde minimisation appelée correction avec  $\alpha = 1$  et  $\beta = 0$ , donne  $A^*$  dans l'équation (4-13) [Bonnet 2011].

#### 4.4. Méthode par recalage par éléments finis

Cette méthode consiste à réaliser une succession de calculs éléments finis afin d'identifier un jeu de paramètres puis réaliser une minimisation de l'écart entre les résultats issus d'un calcul avec les mesures de référence grâce à l'Equation (4-15) :

$$K(\theta) * U = F \quad (4-15)$$

avec K la matrice de raideur associée au jeu de paramètres  $\theta$ , U les degrés de libertés inconnus et F les chargements extérieurs.

Il existe deux formes de cette méthode. La première concerne la formulation en force lorsque le champ de déplacement est parfaitement connu et insensible au mouvement de corps rigide [Cottin 1984]. Il faut alors minimiser au sens des moindres carrés la fonction coût :

$$J_f(\theta) = \frac{1}{2} (\hat{R} - K(\theta)\hat{U})^T - W_F (\hat{R} - K(\theta)\hat{U}) \quad (4-16)$$

avec  $\hat{U}$  le champ de déplacement,  $\hat{R}$  les forces nodales et  $W_F$  la matrice de poids (symétrique définie positivement). Si les données à identifier dépendent linéairement de  $\theta$ , il suffit alors de résoudre le système d'équation en  $\theta$  :

$$\sum_{i=1}^M (K_j \hat{U})^T W_F (K_i \hat{U}) \theta_i = (K_j \hat{U})^T W_F \hat{R} \quad (i \leq j \leq M) \quad (4-17)$$

L'inconvénient de cette formulation concerne sa sensibilité aux bruits des données expérimentales [Pagnacco 2007].

L'autre formulation, appelée la méthode en déplacement, est utilisée dans le cas où le champ de déplacement est partiellement connu [Hemez 1993]. Cette méthode est la plus souvent utilisée. Il faut alors minimiser la fonction coût suivante :

$$J_u(\theta, \varpi) = \frac{1}{2} (\hat{U} - U(\theta, \varpi))^T - W_U (\hat{U} - U(\theta, \varpi)) \quad (4-18)$$

avec  $U(\theta, \varpi)$  qui est la solution d'un problème élastique direct bien posé,  $\varpi$  représente les informations sur les conditions aux limites et  $W_U$  la matrice de poids (symétrique définie positive).

Cette formulation est bien adaptée aux problèmes de concentration de contrainte et d'endommagement localisé [Meuwissen 1998, Avril 2008]. La méthode en déplacement est moins sensible aux bruits de mesures expérimentales mais nécessite un jeu de paramètres initial.

Pour minimiser les fonctions coût  $J_f$  ou  $J_u$ , on peut utiliser différents algorithmes de minimisation comme Gauss-Newton ou Levenberg-Marquardt [Pagnacco 2005].

#### 4.5. Méthode de l'écart à la réciprocité

Pour utiliser cette méthode, il faut connaître complètement les champs mécaniques à la surface. Elle permet de déterminer la position, la taille ou le nombre de défauts comme des fissures, des inclusions, des cavités [Andrieux 1997]. Cette méthode est basée sur le principe de réciprocité qui stipule que pour deux systèmes de chargements  $P_1$ ,  $P_2$  et pour les deux réponses élastiques  $U_1$ ,  $U_2$  du solide alors le travail des efforts  $P_1$  sur le déplacement  $U_2$  est égal au travail des efforts  $P_2$  sur le déplacement  $U_1$ . On considère alors deux situations : une où le solide est sain, c'est-à-dire sans défaut et une autre où les défauts sont présents. Ainsi on va définir un écart à la réciprocité qui est la différence entre le solide sain et le solide avec défauts.

$$R(A^*, \hat{u}, u^*) = \int_{\Omega} \varepsilon[u] : [A - A^*] : \varepsilon[u^*] dV = \int_{\partial\Omega} (\hat{T} \cdot u^* - T^* \cdot \hat{u}) dS \quad (4-19)$$

Avec  $(\hat{u}, \hat{T})$  qui sont les déplacements et les efforts expérimentaux dans la configuration sans défaut et  $(u^*, T^*)$  dans la configuration avec défauts. De même  $A$  et  $A^*$  sont les tenseurs d'élasticité du matériau sain et avec défauts respectivement.

En choisissant des valeurs opportunes du champ adjoint  $u^*$ , on peut avoir accès directement aux propriétés du défaut (position, taille...) grâce aux valeurs obtenues de  $R(A^*, \hat{u}, u^*)$  avec une précision dépendant du raffinement du champ adjoint.

Ce type de méthode est robuste au bruit si on choisit des champs auxiliaires oscillant peu sur le bord du solide, c'est-à-dire pour les champs conduisant aux informations de « basses » fréquences sur les quantités recherchées.

---

Les trois dernières méthodes ont besoin d'un jeu de paramètres initial qui doit être réactualisé à chaque étape de l'optimisation afin de minimiser la fonction coût. Cette dernière doit être connue aux mêmes points de mesures et de calculs dans le cadre du recalage par éléments finis mais plus globalement pour la méthode de l'erreur en relation de comportement ou pour la méthode d'écart à la réciprocité. Ces deux dernières méthodes n'ont pas besoin de mesure de champs, elles sont donc plus flexibles mais demandent un temps de calcul plus important du fait de la procédure itérative.

## **CONCLUSION**

*La corrélation d'images permet d'obtenir des résultats d'une très bonne précision sur une zone d'étude étendue grâce à la densité de champ (obtention de données[déplacement ou déformation] en tout point d'une zone d'étude) que ces techniques expérimentales permettent de mesurer. Il faut toutefois être très rigoureux dans la préparation de ses essais notamment en ce qui concerne la vérification d'absence de mouvement hors plan (voir Annexe A). Pour passer outre ce genre de difficultés on pourrait utiliser la stéréo-corrélation mais ce type de montage à deux caméras n'existe pas au CdM.*

*Avec ces résultats expérimentaux issus de la mesure de champs cinématiques on peut grâce à différentes méthodes identifier les paramètres de loi de comportement. Dans le chapitre suivant la technique de recalage par éléments finis sera utilisée pour identifier des paramètres de lois de comportement pour des matériaux élasto-viscoplastiques.*

## Chapitre 5 : Etude expérimentale en traction de la zone soudée

### INTRODUCTION

*Ce chapitre présente le comportement en traction à température ambiante et à 625°C d'un joint soudé d'acier P91. Afin d'élargir la base expérimentale et de connaître le comportement du matériau à faible vitesse de sollicitation des essais complémentaires de traction-relaxation à 625°C ont été effectués. Pour identifier le comportement mécanique de chacune des zones du joint soudé avec un minimum d'essais mécaniques tout en ayant une bonne précision, la technique de corrélation d'images est utilisée. Par la suite une procédure d'identification des paramètres de loi de comportement a été élaborée afin de reproduire numériquement les hétérogénéités en déformation observées expérimentalement. La stabilité de la procédure aux bruits de mesure, éléments très importants lorsque l'on réalise des essais à haute température sera aussi discutée. L'objectif est par la suite de valider ces lois de comportement par l'intermédiaire de calcul éléments finis représentant l'intégralité du joint soudé en tentant de représenter le champ de déformations expérimental et la zone de localisation de la déformation.*

### SOMMAIRE :

<b>1. GEOMETRIE DES EPROUVETTES .....</b>	<b>70</b>
<b>2. PROTOCOLE EXPERIMENTAL .....</b>	<b>71</b>
2.1. <i>Choix du motif élémentaire .....</i>	<i>71</i>
2.2. <i>Essais à température ambiante .....</i>	<i>73</i>
2.3. <i>Essais à 625°C .....</i>	<i>74</i>
<b>3. SIMULATIONS NUMERIQUES .....</b>	<b>76</b>
<b>4. COMPORTEMENT A TEMPERATURE AMBIANTE .....</b>	<b>77</b>
4.1. <i>Courbe de traction .....</i>	<i>77</i>
4.2. <i>Zone de rupture .....</i>	<i>82</i>
4.3. <i>Modèle de comportement .....</i>	<i>83</i>
4.4. <i>Méthode d'optimisation .....</i>	<i>84</i>
4.5. <i>Comparaison des champs de déformations .....</i>	<i>85</i>
4.6. <i>Comparaison expérience – simulation .....</i>	<i>86</i>
4.7. <i>Influence du taux de triaxialité des contraintes .....</i>	<i>87</i>
4.8. <i>Analyse de l'influence des conditions de chargement .....</i>	<i>88</i>
4.9. <i>Robustesse de l'identification (ajout de bruit) .....</i>	<i>92</i>
<b>5. COMPORTEMENT A 625°C .....</b>	<b>94</b>
5.1. <i>Courbes de traction .....</i>	<i>94</i>
5.2. <i>Zone de rupture .....</i>	<i>97</i>
5.3. <i>Evolution de la loi matériau .....</i>	<i>98</i>
5.3.1. <i>simple Norton .....</i>	<i>98</i>
5.3.2. <i>double Norton et ajout de paramètres dans l'écrouissage .....</i>	<i>102</i>
<b>CONCLUSION .....</b>	<b>106</b>

## 1. Géométrie des éprouvettes

Les essais de traction ont été réalisés sur une géométrie d'éprouvette identique pour les essais sur le métal de base ou sur le joint soudé (Figure 5-1).

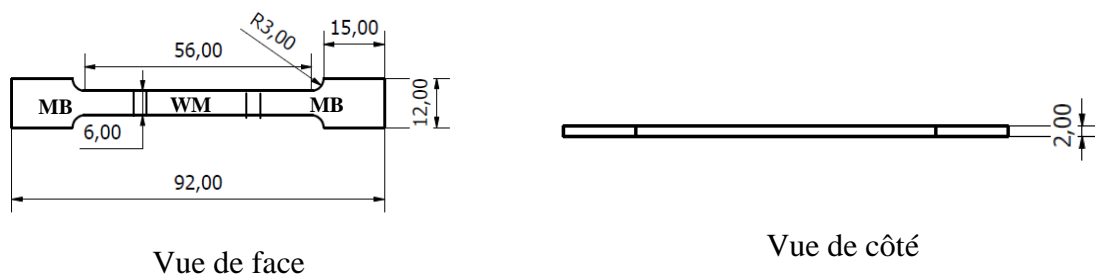


Figure 5-1 : Géométrie des éprouvettes (avec indication de la position du MB (métal de base) et du WM (métal fondu))

Les éprouvettes en métal de base ont été prélevées selon Figure 5-2. La zone de prélèvement fait partie d'un assemblage soudé de deux tôles en acier P91 réalisé par AREVA dans le cadre de la thèse de F. Vivier soutenue en 2009 [Rapport AREVA 2006, Vivier 2009].

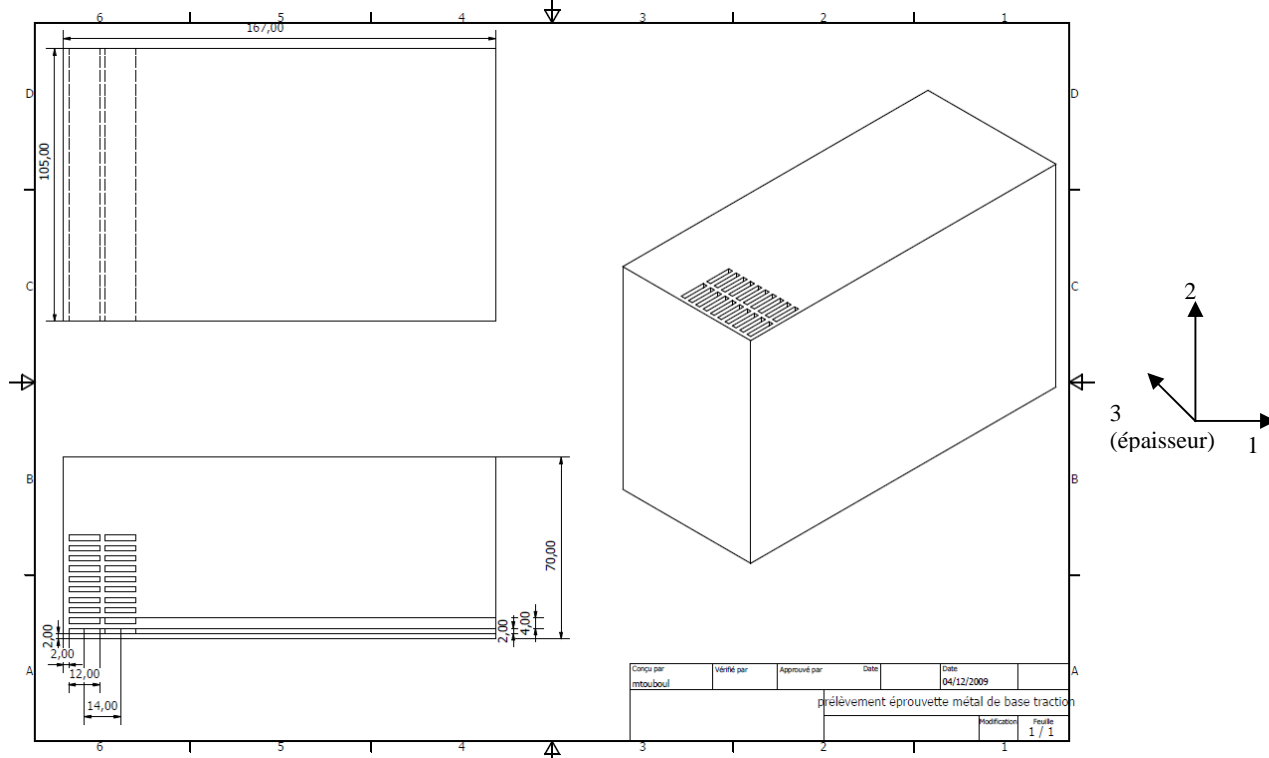


Figure 5-2 : Plan de prélèvement des éprouvettes de métal de base

Les éprouvettes de joint soudé (Figure 5-1) présentent l'intérêt de prendre en compte les hétérogénéités de microstructure. La zone de prélèvement de ces éprouvettes est indiquée sur la Figure 5-3. Les éprouvettes ont toutes été prélevées dans le plan de la tôle (12).

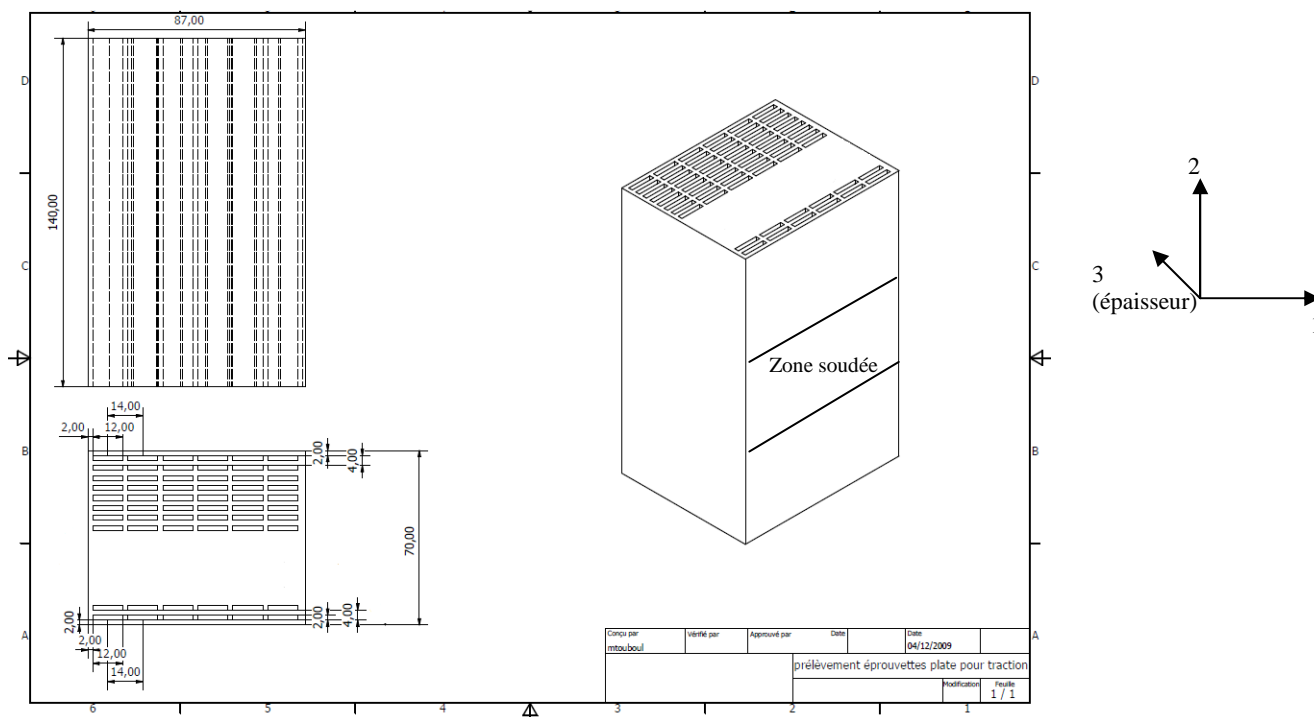


Figure 5-3: Plan de prélèvement des éprouvettes avec joint soudé

## 2. Protocole expérimental

### 2.1. Choix du motif élémentaire

Lorsque que l'on réalise une série d'images et que l'on souhaite les traiter au moyen de technique de corrélation d'images, deux stratégies de corrélation sont utilisables : le mode incrémental ou le mode séquentiel. La Figure 5-4 compare l'erreur que l'on réalise selon le type de traitement. Cette figure a été obtenue en déformant numériquement (utilisation du logiciel libre GIMP pour déformer uniformément dans une direction [l'autre étant maintenu constante] les images) et d'une valeur connue une image de référence, réalisée avec différents motifs : une grille, un mouchetis ou une attaque chimique. Ceci permet d'estimer l'erreur due au mode de traitement et au motif de corrélation choisis en s'affranchissant des bruits de mesures expérimentaux dus aux différents appareils utilisés. Les erreurs dues au processus même de déformation par GIMP ne sont pas prises en compte. Dans le mode séquentiel, on considère la première image comme étant toujours l'image de référence, on compare ainsi l'image n avec la 1<sup>ère</sup> image de la série. Ce type de traitement doit être utilisé uniquement dans le cas de petits déplacements car si l'image est trop déformée, trop déplacée ou pour résumer trop différente de la 1<sup>ère</sup> image de la série, la corrélation devient difficile et on crée une erreur importante sur l'évaluation de la déformation (Figure 5-4). On constate que cette méthode donne de mauvais résultats dans l'estimation de la déformation à partir de 5% de déformation. Dans le cas du mode incrémental, on corrèle deux images successives. Ce mode de traitement est très utile dans notre cas car les niveaux de déformations en fin d'essai peuvent être importants (supérieurs à 20%) (Figure 5-4) mais aussi dans le cas où l'état de surface change au cours du temps (exemple de l'oxydation). Le défaut de cette méthode est le cumul des erreurs entre chaque corrélation. Toutefois, du fait des grandes déformations



observées sur nos échantillons, nous utiliserons la méthode incrémentale dans la suite de notre étude.

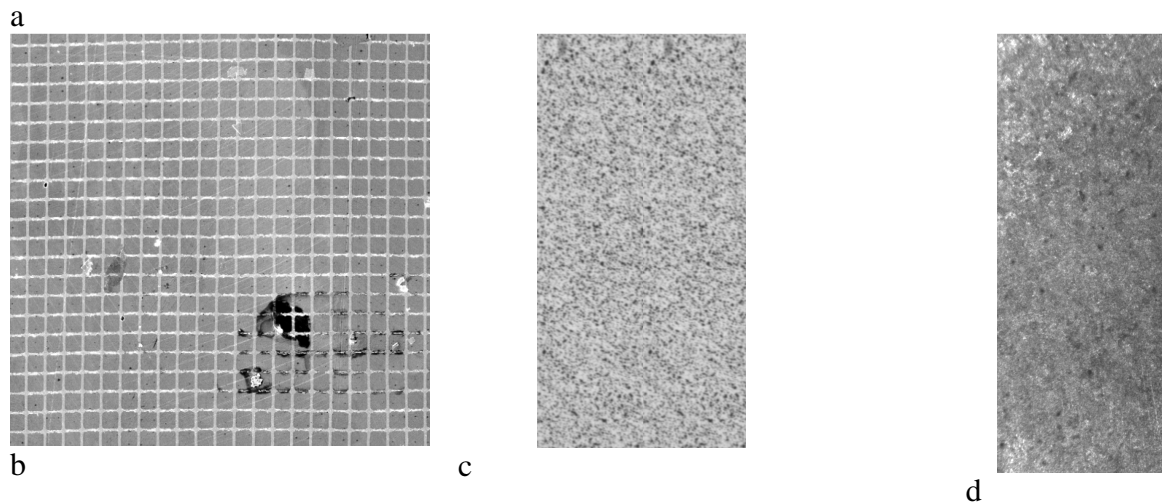
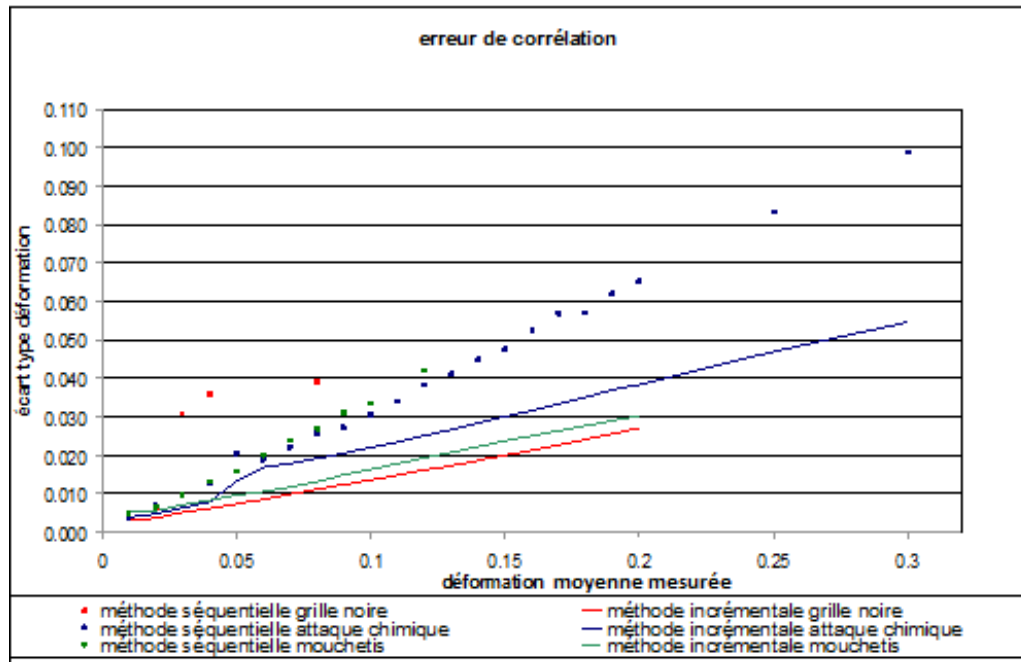


Figure 5-4 : Évaluation de l'erreur de corrélation selon le type de traitement de la séquence et le motif utilisé (b. grille ; c. mouchetis, d. attaque chimique)

Comme nous l'avons évoqué lors du chapitre précédent, nous devons choisir le motif de corrélation dans le cas où l'état de surface d'origine ne permet pas d'avoir un contraste suffisant. La Figure 5-4a compare trois types de motif élémentaire (grille (Figure 5-4b) ; avec pour taille d'images [subdivision de l'image où les niveaux de gris locaux sont analysés et où les corrélations sont effectuées] de 22 pixels), mouchetis (Figure 5-4c) ; avec pour taille d'images de 16 pixels, attaque chimique (Figure 5-4d) ; avec pour taille d'images de 16 pixels). D'après la Figure 5-4a, la grille noire serait la plus précise mais la base de mesure (taille des images) dépend du pas de la grille. Ainsi le motif offrant le meilleur compromis entre résolution spatiale et précision est le mouchetis. Par la suite, pour les essais de traction et de traction-relaxation, le motif choisi sera le mouchetis.

## 2.2. Essais à température ambiante

Une phase importante du protocole expérimental concerne la préparation des échantillons, elle permet d'avoir des résultats précis et de qualité. Avant de réaliser un essai, il faut tout d'abord polir les éprouvettes. Ceci va permettre de repérer les différentes zones du joint soudé. On réalise une attaque chimique au Vilella et perchloreure de fer (1 ml d'acide nitrique, 1ml d'acide chlorhydrique, 3g d'acide picrique, 1g de  $\text{FeCl}_3$  dans 100 ml d'éthanol) sur les éprouvettes de joint soudé pour pouvoir localiser la ZAT. Cette attaque est utilisée car le Vilella révèle la structure martensitique et le perchloreure de fer la structure colonnaire du métal fondu [Vivier 2009]. Puis, on réalise un profil de dureté Vickers sous une charge de 100g pour reconnaître chacune des zones de la ZAT en fonction de leur niveau de dureté comme cela fut présenté au chapitre 3 Figure 3-34. L'origine de la filiation dureté est repérée grâce à une marque réalisée à la surface de l'éprouvette et visible à la caméra. Enfin, il faut réaliser un mouchetis sur la surface de l'éprouvette afin d'obtenir un contraste suffisant pour effectuer un essai avec corrélation d'images numériques. Ce mouchetis est réalisé à l'aide d'une bombe aérosol en projetant des tâches noires (d'environ  $70\mu\text{m}$ ) sur un fond blanc.

Le montage expérimental est décrit sur les Figures 5-5 et 5-6. Il s'agit de filmer un essai de traction (machine de traction MTS 10kN) à l'aide d'une caméra SPOT de définition 2048x2048pixels. Cette dernière est reliée à un ordinateur d'acquisition qui permet de visualiser les images prises par l'intermédiaire du logiciel AGNES développé au LMS (Laboratoire de Mécanique des Solides de l'Ecole Polytechnique, Palaiseau). Ce logiciel permet également de calculer les déformations axiales ou transversales par la technique du suivi de marqueurs [Bretagne 2005]. Cette technique consiste à choisir deux zones sur une image de référence de l'éprouvette, le logiciel calcule en temps réel le déplacement ou la déformation à partir du suivi du déplacement relatif de ces zones au moyen d'un algorithme de corrélation d'images.

Il est aussi possible d'acquérir des sorties analogiques telles que la force ou le déplacement mesurés par la machine d'essai.

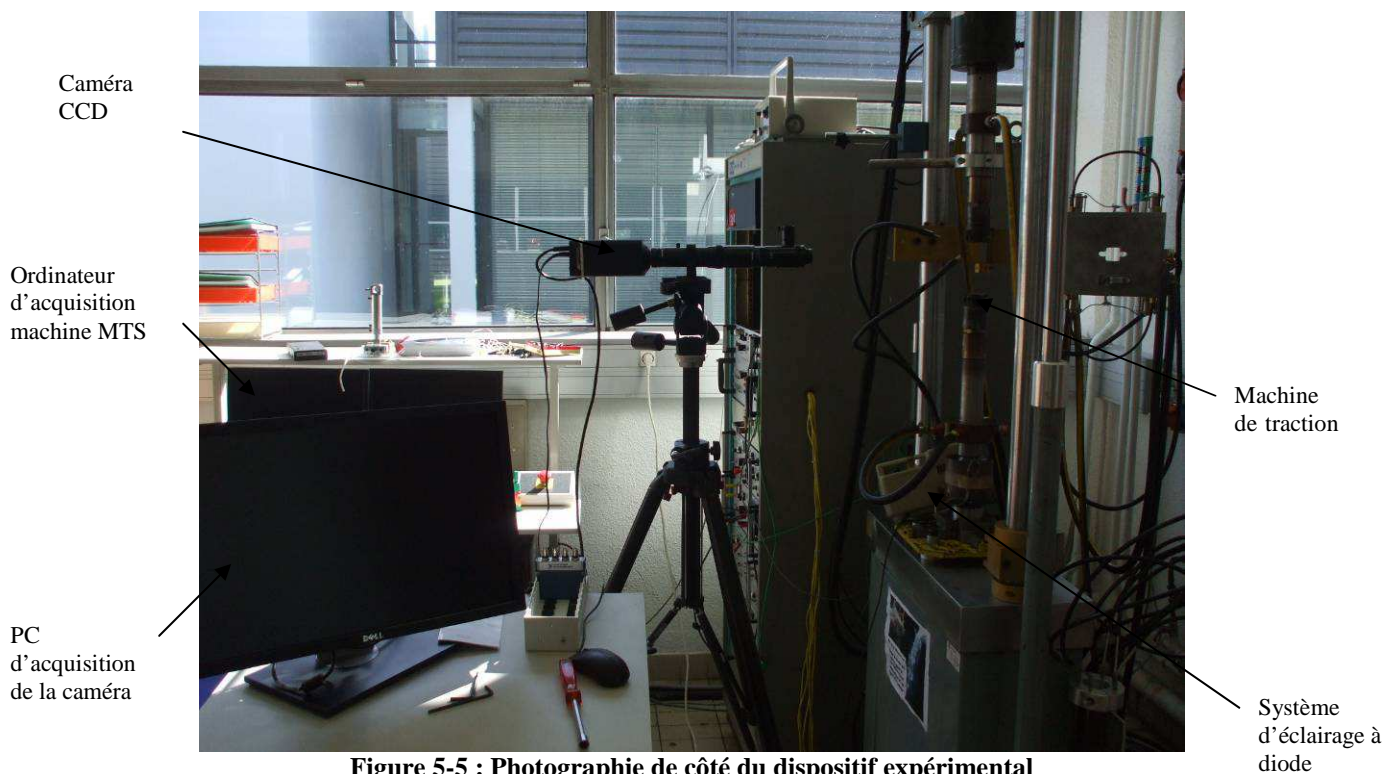


Figure 5-5 : Photographie de côté du dispositif expérimental

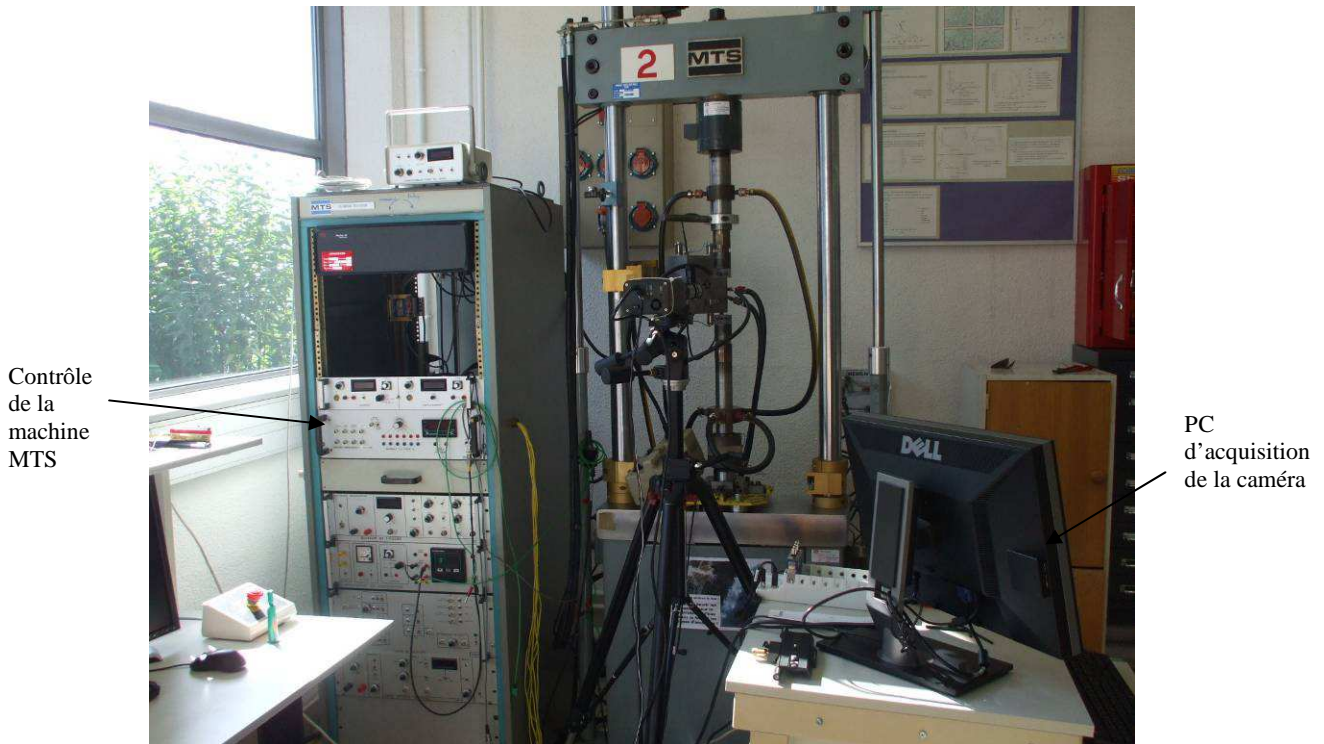


Figure 5-6: Photographie de face du dispositif expérimental

Pour déterminer le niveau des déformations axiales et transversales dans les différentes zones du joint soudé, des couples de marqueurs ont été positionnés dans chacune des régions métallurgiques identifiées. De plus, pour améliorer la précision de la mesure en utilisant des bases de mesure les plus grandes possibles (de l'ordre de 150 à 200 pixels), (cf le compromis entre taille du champ et résolution spatiale défini au chapitre précédent), deux échelles de zones d'observation ont été utilisées : la première (6mm\*56mm) pour caractériser le comportement du métal de base et du métal fondu en étudiant une image représentant la totalité de l'éprouvette, la seconde (6mm\*8mm) pour étudier les zones métallurgiques contenues dans la ZAT en se focalisant sur cette dernière ; ceci également pour améliorer le rapport signal sur bruit. Deux essais sont donc effectués à chaque température.

### 2.3. Essais à 625°C

Le protocole expérimental est identique à celui utilisé à température ambiante. Pour le contrôle de la température, les essais ont été réalisés avec un four une zone (Figure 5-7). Le mouchetis est pour ce type d'essai peint à l'aide de bombes aérosol spéciales, grise pour le fond et noire pour les tâches, qui sont capables de résister à des températures de 700°C.

Avant de réaliser les essais de traction, le gradient thermique a été caractérisé comme l'indique la Figure 5-8 en plaçant différents thermocouples à différents endroits de la zone utile de l'éprouvette.

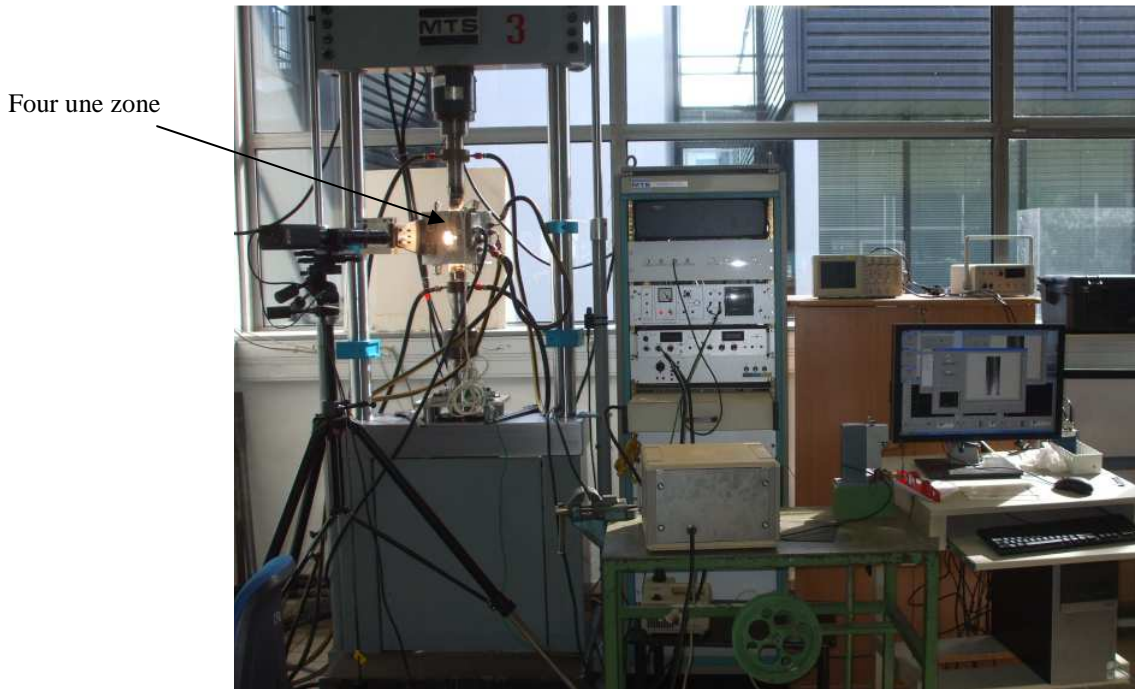


Figure 5-7: Montage expérimental pour les essais à 625°C

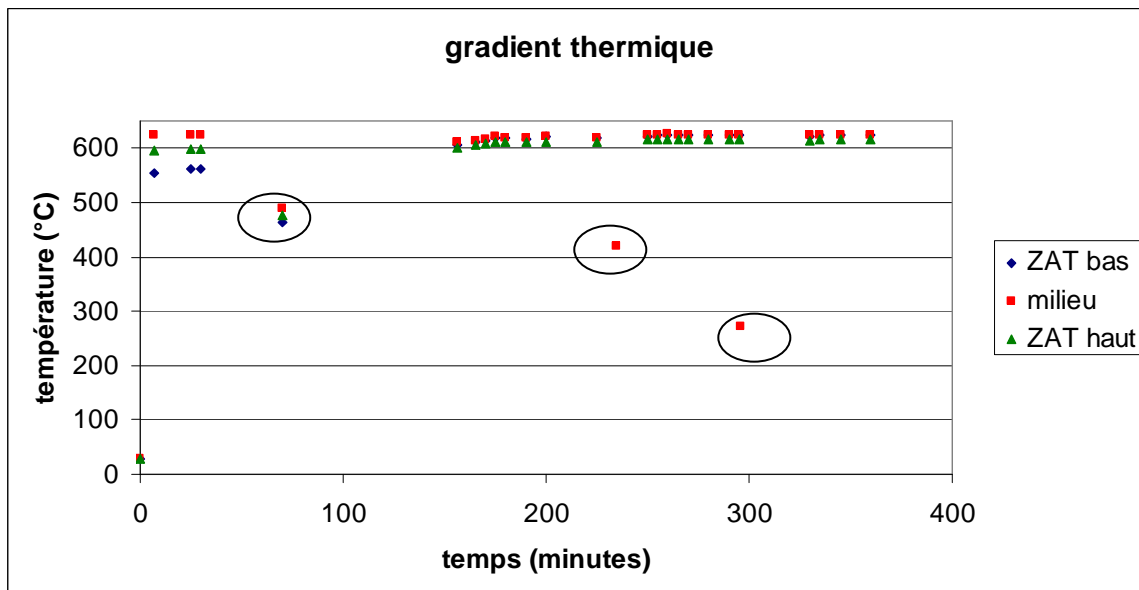


Figure 5-8: Gradient thermique pendant les essais à 625°C obtenu avec des thermocouples

Les valeurs « ZAT bas » correspondent à des valeurs prises à 1.5mm du milieu de l'éprouvette vers le bas et les mesures « ZAT haut » sont évaluées à 1mm au dessus du milieu de l'éprouvette

Comme on peut le voir sur la Figure 5-8, à partir de 150 minutes le gradient est bien plus faible, ceci est dû à l'ajout d'un moufle. Il s'agit d'une tôle d'acier enroulée peinte en noir qui sert de corps noir et qui va permettre d'homogénéiser la température sur l'éprouvette. En effet, avant de placer ce moufle, le gradient était de 60°C sur 2.5mm tandis qu'après son positionnement il est réduit à 10°C sur la même distance. Ce gradient est comme on le constate sur la Figure 5-8 constant dans le temps.

Les points entourés en noir sur la Figure 5-8 correspondent à des phases de refroidissement du four (afin de vérifier la reproductibilité du gradient thermique).

### 3. Simulations numériques

Les simulations numériques utilisées pour représenter les champs de déformation mesurés expérimentalement et reproduire le comportement des cordons de soudure sont réalisées à l'aide du logiciel d'éléments finis Z-set [Z-set manual 2007]. Du fait des symétries de l'éprouvette (Figure 5-1) seul un huitième de l'échantillon sera modélisé. Le maillage comporte 4270 éléments de type C3D8, soit 63753 degrés de liberté (l'épaisseur de l'éprouvette comporte 5 éléments), il est régulier et la taille des éléments est de  $500\mu\text{m} \times 300\mu\text{m} \times 400\mu\text{m}$  (Figure 5-9), des simulations ont été effectuées avec une taille de maille réduite (notamment dans la zone correspondant à la ZAT) et ont données les mêmes résultats mais avec un temps de calcul beaucoup plus long. Une rampe de déplacement correspondant à la vitesse de déformation étudiée est imposée en condition aux limites au niveau de la tête de l'éprouvette.

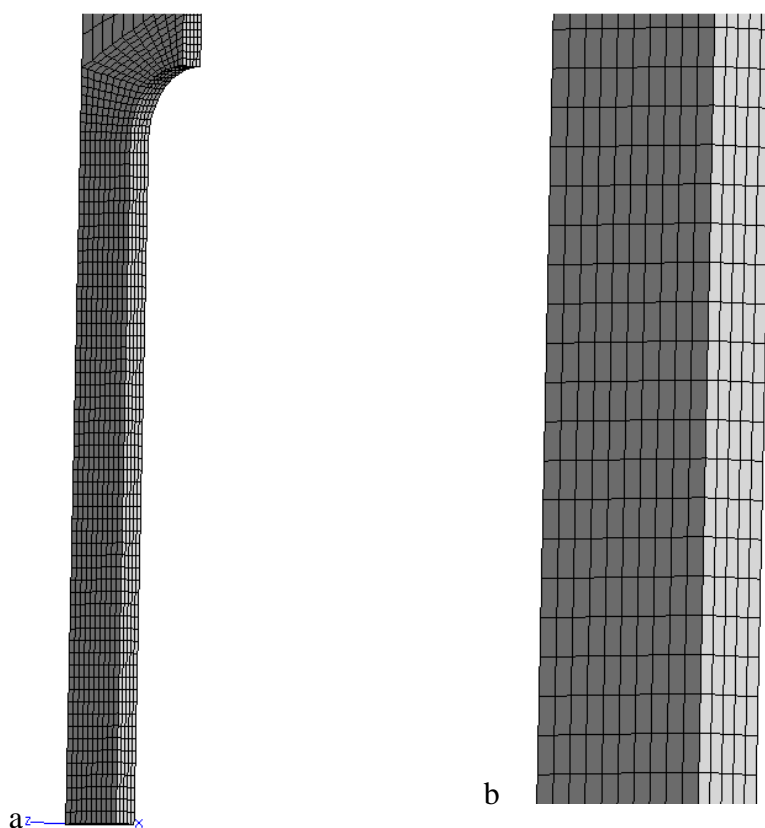


Figure 5-9 : a-Maillage d'une éprouvette de traction. b- Zoom sur l'épaisseur

Les calculs éléments finis (uniquement mécanique) ont été réalisés en 3D avec l'hypothèse des grandes déformations pour permettre d'analyser les instabilités dues à la striction. Ces simulations sont effectuées afin de comparer les champs de déformations expérimentaux (issus de la corrélation d'images) et ceux issus de la simulation numérique. Cette démarche permettra de valider les lois de comportement utilisées. Ils permettent également de vérifier l'égalité des contraintes par section comme l'indiquait [Wattrisse 2001, Sutton 2008]. Les temps de calcul vont de 3 heures pour les essais de traction à  $10^{-3}\text{s}^{-1}$  jusqu'à 40 heures pour les essais de traction à  $10^{-5}\text{s}^{-1}$ .

## 4. Comportement à température ambiante

### 4.1. Courbe de traction

La campagne d'essai de traction à température ambiante se compose de 14 essais de traction et 2 essais de traction—relaxation :

- 2 essais sur des éprouvettes de métal de base pour deux vitesses de déformation ( $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ),
- 12 essais de traction avec des éprouvettes prélevées dans le joint soudé, pour différentes vitesses de déformation (quatre à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , quatre à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et quatre à  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ). Ces différents essais permettent de caractériser la dispersion expérimentale.
- 2 essais de traction – relaxation, avec des éprouvettes prélevées dans le joint soudé, qui permettent d'atteindre des vitesses de déformation très faibles (jusqu'à  $10^{-9} \text{ s}^{-1}$ )

Dans le cas des éprouvettes avec joint soudé, il existe des zones qui se déforment peu (CGHAZ et métal d'apport : déformation totale de l'ordre de 4%) (Figure 5-10) et d'autres qui se déforment beaucoup plus (métal de base, FGHAZ et ICHAZ : déformation totale de l'ordre de 10%) (Figure s 5-10). Ceci implique des vitesses de déformation très différentes dans les différentes zones du joint soudé.

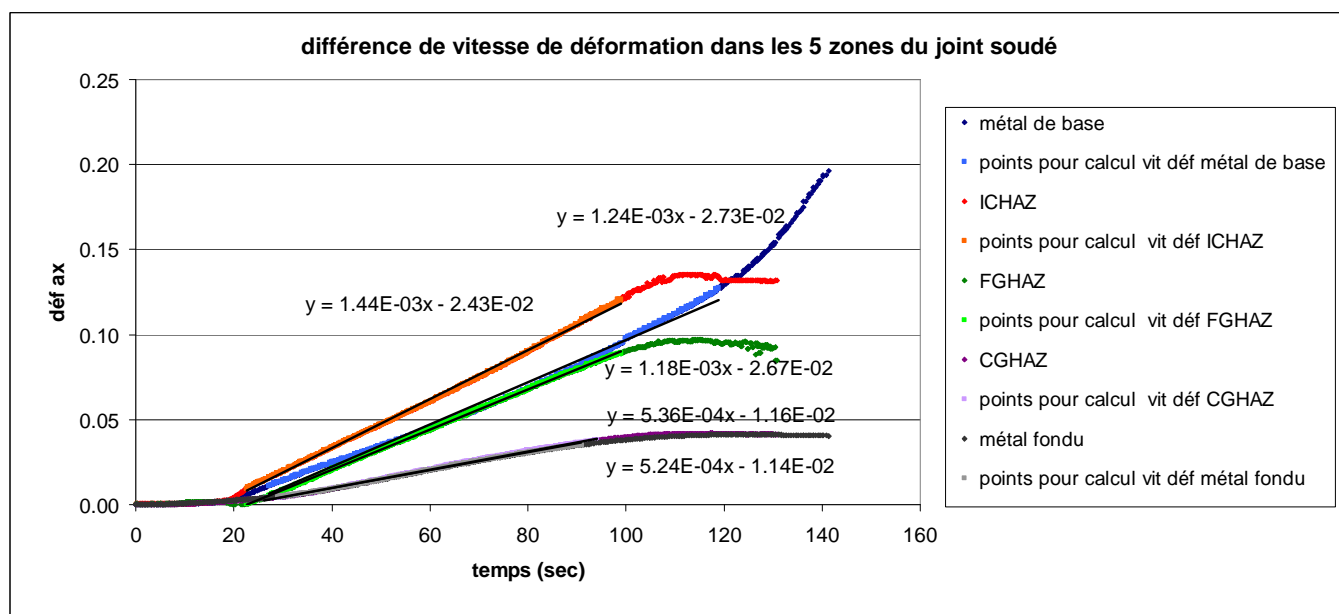


Figure 5-10 : Evaluation des vitesses de déformation pour chacune des zones du joint soudé. Vitesse macroscopique de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$

A partir de l'exploitation des essais (Figure 5-11), les caractéristiques mécaniques du métal de base telles que le module de Young, la limite d'élasticité ainsi que la résistance maximale en traction de l'acier P91 ont pu être déterminées. Le module de Young obtenu est de 224GPa (Figure 5-11) ce qui est très proche de la valeur attendue pour un acier sollicité à température ambiante (210GPa), soit 7% d'écart, la limite d'élasticité à 0.2% est de 535MPa et la résistance maximale à la traction est de 640MPa. On obtient également un coefficient de Poisson de 0.33 qui est très proche de celui que l'on donne habituellement pour les aciers. Ces résultats confirment les données de F. Vivier [Vivier 2009].

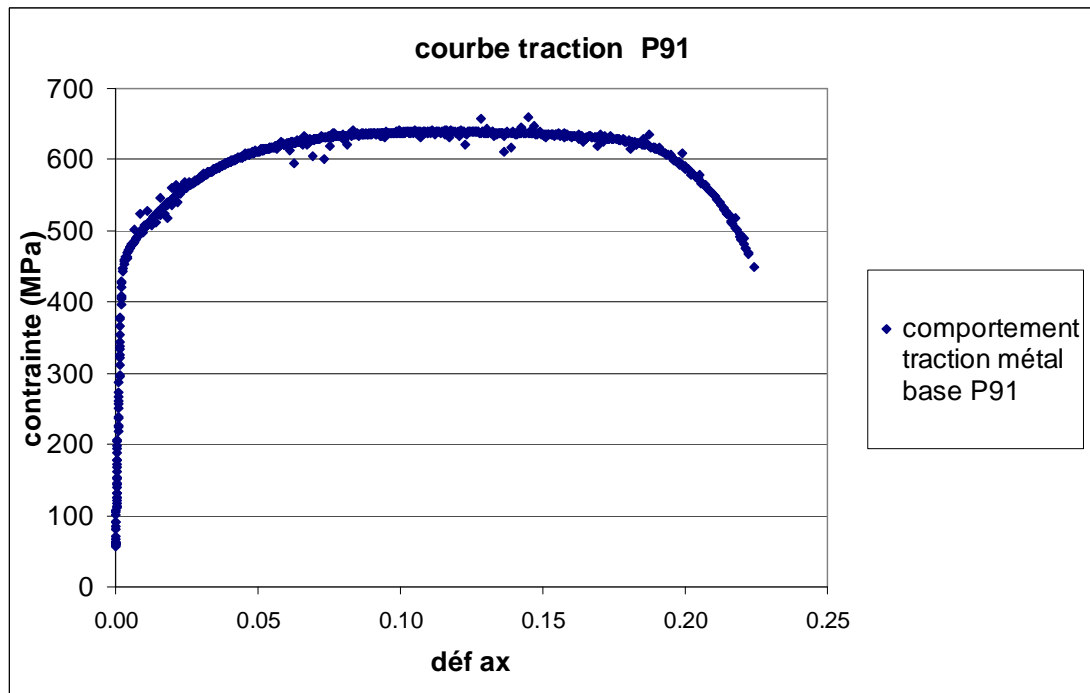


Figure 5-11. Courbe de traction de l'acier P91 à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (contrainte et déformation nominales)

On remarque que, quelle que soit la zone du joint soudé, à température ambiante la vitesse de déformation a peu d'influence sur le comportement du matériau (Figures 5-12 à 5-16). On en conclut donc que le comportement des matériaux peut être considéré comme élasto-plastique. Ceci est conforme à ce qu'indique F. Vivier dans sa thèse [Vivier 2009].

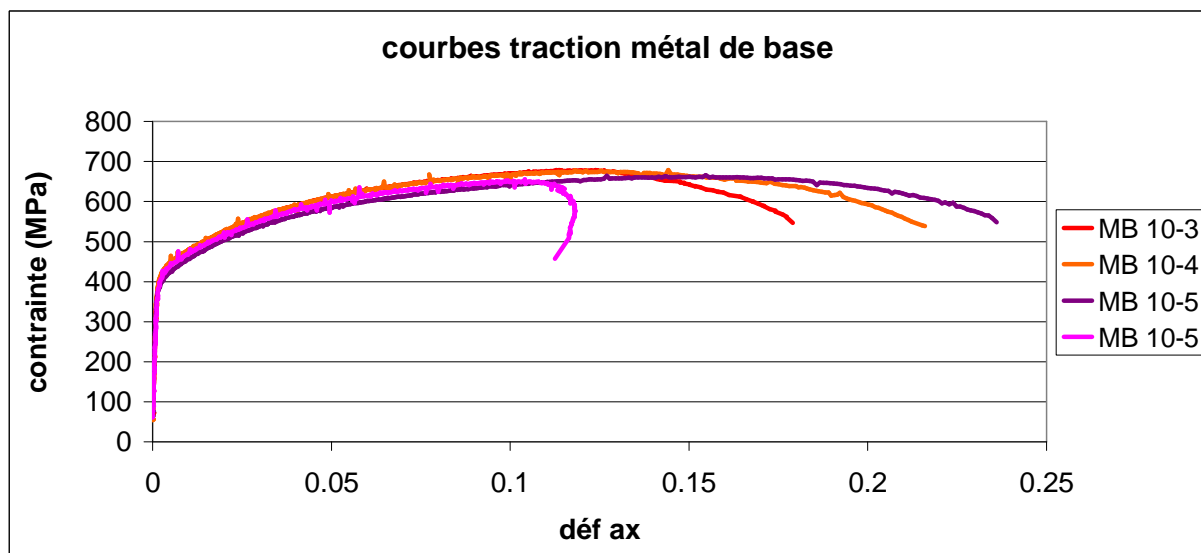


Figure 5-12: Courbes de traction (déformation et contrainte ingénieur) du métal de base à différentes vitesses de déformation macroscopique

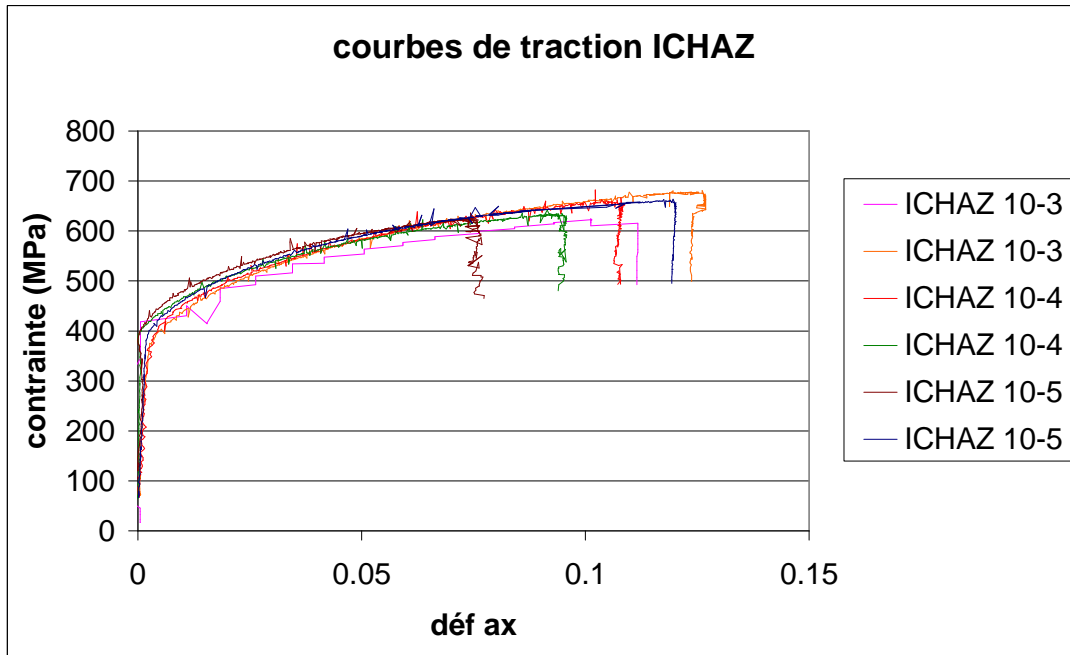


Figure 5-13: Courbes de traction (déformation et contrainte ingénieur) de l'ICHAZ à différentes vitesses de déformation macroscopique

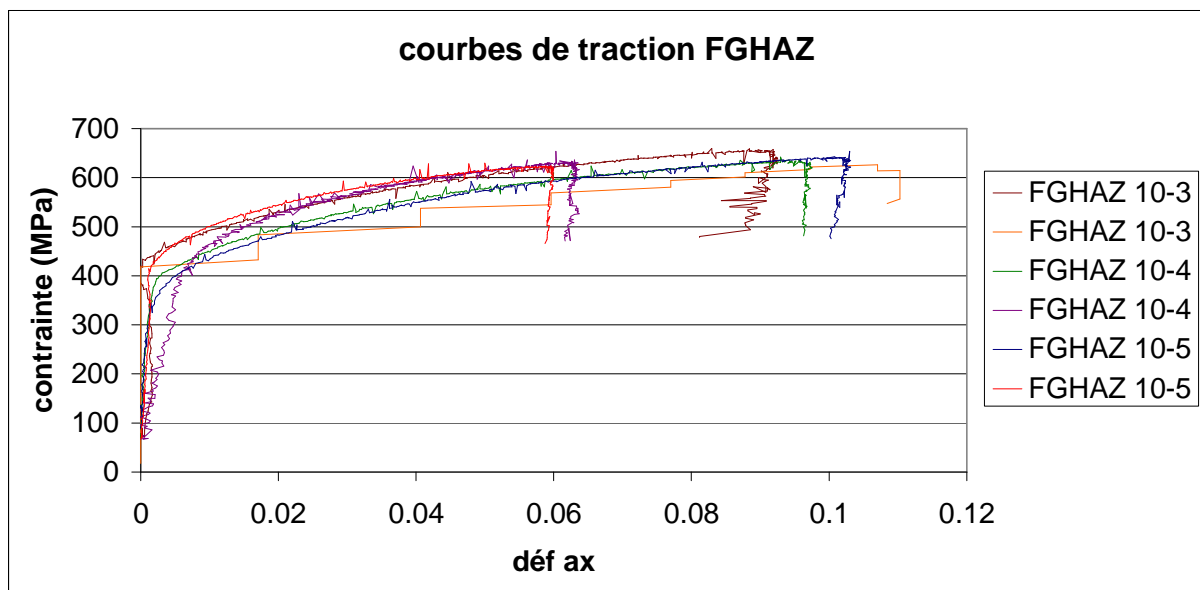


Figure 5-14 : Courbes de traction (déformation et contrainte ingénieur) de la FGHAZ à différentes vitesses de déformation macroscopique



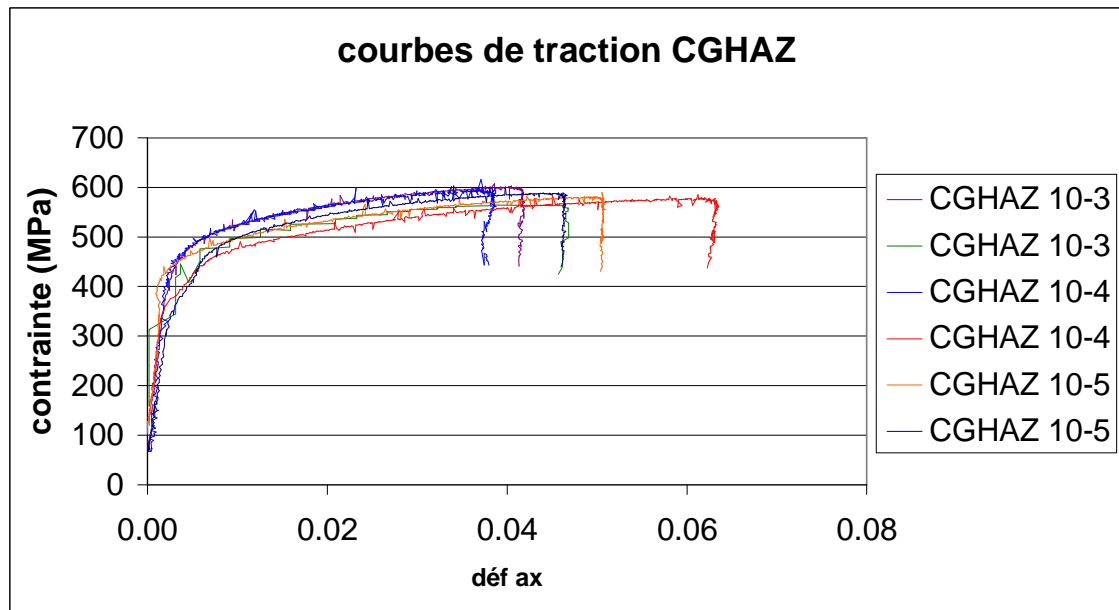


Figure 5-15 : Courbes de traction (déformation et contrainte ingénieur) de la CGHAZ à différentes vitesses de déformation macroscopique

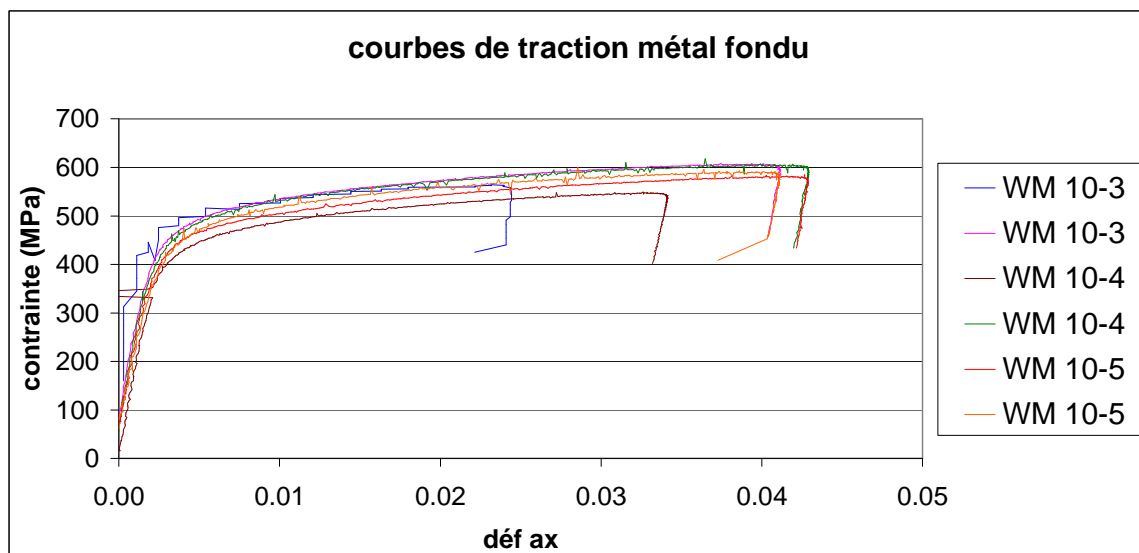


Figure 5-16 : Courbes de traction (déformation et contrainte ingénieur) du métal d'apport à différentes vitesses de déformation macroscopique

En superposant toutes les courbes de traction (Figures 5-12 à 5-16) obtenues avec une même éprouvette, on remarque que les zones du joint soudé ont des comportements différents (Figure 5-17), notamment en ce qui concerne leur limite d'élasticité et leur allongement à la rupture. Par contre, aux incertitudes expérimentales près, le module de Young semble être identique pour toutes les zones du joint (Figure 5-17). En effet, cette grandeur physique est indépendante de la microstructure [Eggeler 1994].

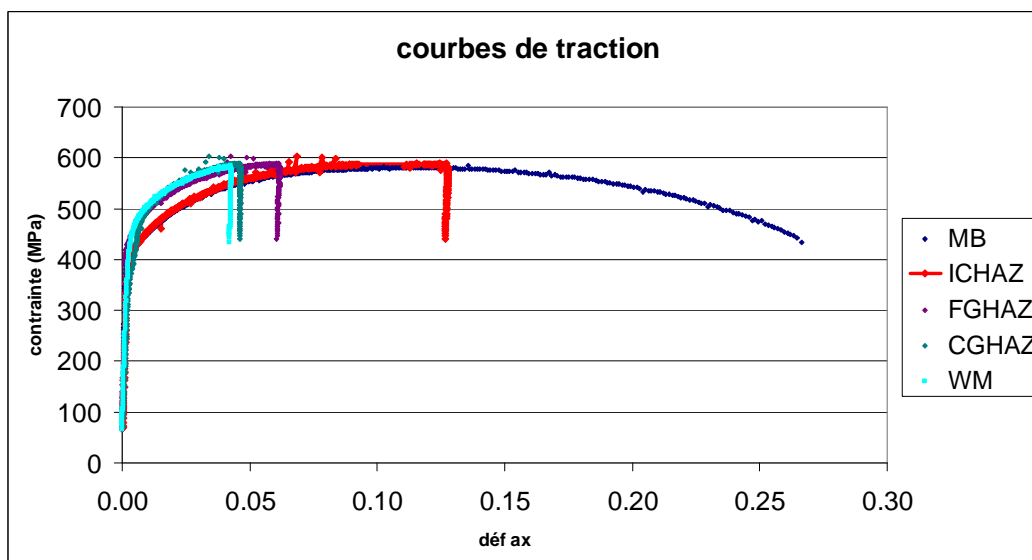


Figure 5-17: Superposition de toutes les courbes de traction de chaque zone du joint soudé à  $10^{-4} \text{s}^{-1}$  de vitesse de déformation macroscopique

Le Tableau 5-1 récapitule les caractéristiques mécaniques obtenues lors des essais à température ambiante comparées à celles trouvées dans la littérature [Laha 1995, Blach 2003, Das 2008, Vivier 2009]. Ces résultats sont inférieurs à ceux obtenus par [Laha 1995] qui obtenait pour le métal de base une limite d'élasticité de 520MPa. De plus [Laha 1995] obtient des propriétés en traction plus faible dans l'ICHAZ en réalisant des essais de traction sur des éprouvettes d'ICHAZ simulées très proche de celle du métal de base. Ce qui est également observé sur la Figure 5-17 et dans le Tableau 5-1.

L'écart entre les caractéristiques mécaniques trouvées par Laha et celles obtenues pendant cette étude est dû au fait que dans la publication de Laha, les éprouvettes ne représentaient pas un joint soudé mais seulement une zone du joint soudé où le cycle thermique a été simulé (par exemple il fabrique des éprouvettes d'ICHAZ simulé à partir du cycle thermique vu par cette région). Laha [Laha 1995] ne prend donc en compte aucun effet de structure, comme nous le verrons par la suite. Ceci est d'autant plus notable dans les zones où la déformation est faible comme la CGHAZ ou assez éloignée de la zone de rupture comme la FGHAZ. C'est pourquoi dans cette étude les valeurs de résistance maximale à la traction de la FGHAZ ou de la CGHAZ sont influencées par le comportement du métal de base (notamment le  $R_m$ ) qui est la zone de rupture. Ainsi Laha [Laha 1995] trouve des valeurs de résistance maximale à la traction supérieure à celles obtenues dans cette étude.

	Source	$\dot{\epsilon}$ (s <sup>-1</sup> )	Rp0.2 (MPa)	Rm (MPa)
métal de base seul	Cette étude	10 <sup>-3</sup>	475	640
métal de base seul	(Vivier 2009)	10 <sup>-3</sup>	471	647
métal de base seul	(Blach 2003)	Non indiqué	543	698
métal de base seul	(Das 2008)	6.2*10 <sup>-4</sup>	510	675
métal de base seul	(Laha 1995)	3*10 <sup>-4</sup>	520	670
ICHAZ seul	Cette étude	10 <sup>-3</sup>	420	640
ICHAZ seul	(Laha 1995)	3*10 <sup>-4</sup>	500	650
FGHAZ seul	Cette étude	10 <sup>-3</sup>	440	610
FGHAZ seul	(Laha 1995)	3*10 <sup>-4</sup>	550	700
CGHAZ seul	Cette étude	10 <sup>-3</sup>	450	600
CGHAZ seul	(Laha 1995)	3*10 <sup>-4</sup>	640	760
joint soudé	Cette étude	10 <sup>-4</sup>	445	581
joint soudé	Cette étude	10 <sup>-5</sup>	448	583
joint soudé	(Vivier 2009)	6,2*10 <sup>-4</sup>	470	Non identifié

**Tableau 5-1: Comparaison avec la littérature des caractéristiques mécaniques obtenues pour différentes zones microstructurales et pour différentes conditions de sollicitation.**

#### 4.2. Zone de rupture

D'après [Blach 2008], durant un essai de traction réalisé à température ambiante, la rupture de l'acier P91 est ductile avec des cupules résultant de la coalescence de microcavités et un certains nombres de facettes de clivages, le mode de fracture est intragranulaire. On trouve également des décohésions entre les lattes. Blach [Blach 2008], a montré que le traitement thermique subi par un tube d'acier P91 pouvait influencer son faciès de rupture avec la présence de zones lisses intercrystallines dues à une fragilisation pendant le traitement thermique. Cette dernière est causée par coalescence des précipités intergranulaires tels que les M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> et les phases de Laves pendant le recuit à haute température [Blach 2008].

Pour les essais réalisés à température ambiante, l'éprouvette de métal de base a rompu au milieu de la zone utile (voir Figure 5-18a) ce qui correspond aux résultats que l'on trouve dans la littérature [Vivier 2009].

Les éprouvettes avec un joint soudé ont rompu à la limite entre la ZAT et le métal de base, dans le métal de base. Ceci corrobore les résultats trouvés par F. Vivier et F. Gaffard dans leur thèse [Gaffard 2004, Vivier 2009] (Figure 5-18b). Ces zones de rupture correspondent bien au lieu où la dureté est la plus faible.



Figure 5-18: a. Éprouvette de métal de base rompue, b. Éprouvette avec cordon de soudure rompue (la ZAT est encadrée en noire sur le Figure 5-18b)

### 4.3. Modèle de comportement

Comme indiqué précédemment, le comportement mécanique pour toutes les zones du joint soudé peut être approché par un modèle élasto-plastique. La viscosité ne sera pas prise en compte comme l'attestent les résultats expérimentaux (Tableau 5-1 et Figures 5-11 à 5-15). La formulation de la loi de comportement s'est donc portée sur une loi élasto-plastique avec écrouissage isotrope, soit :

$$\sigma = R_0 + Q_1 * (1 - \exp(-b_1 * \varepsilon_p)) + Q_2 * (1 - \exp(-b_2 * \varepsilon_p)) \quad (5-1)$$

avec  $\varepsilon_p$  la déformation plastique cumulée équivalente,  $R_0$  la limite d'élasticité, ( $Q_1$ ;  $b_1$ ) et ( $Q_2$ ;  $b_2$ ) décrivent l'écrouissage. Le couple ( $Q_1$ ;  $b_1$ ) correspond à la description de l'écrouissage juste après la limite d'élasticité et le couple ( $Q_2$ ;  $b_2$ ) décrit l'écrouissage jusqu'à la striction.

Après optimisation avec l'algorithme de Levenberg-Marquardt (voir paragraphe suivant), les valeurs des paramètres de la loi de comportement sont récapitulées dans le Tableau 5-2.

	$R_0$ (MPa)	$Q_1$ (MPa)	$b_1$	$Q_2$ (MPa)	$b_2$	Critère de divergence (MPa)
<b>Métal de base</b>	369,1	93,8	38,2	348,6	3,03	4,2
<b>ICHAZ</b>	333,5	55	202	246	12,4	4,2
<b>FGHAZ</b>	370	72,2	11,3	195	11,3	3,4
<b>CGHAZ</b>	370	157	37	500	5	3,5
<b>Métal fondu</b>	372	82,25	138,3	500	5,06	3,1

Tableau 5-2: Récapitulatif des paramètres des lois de comportement obtenus pour chaque zone du joint soudé à l'aide de l'équation (5-1)

#### 4.4. Méthode d'optimisation

Pour obtenir la valeur de chaque paramètre de la loi de comportement comme indiqué par l'équation (5-1), la méthode d'optimisation choisie est celle de Levenberg-Marquardt [Levenberg 1944, Moré 1977]. Cette méthode est basée sur l'algorithme des moindres carrés où l'on cherche un ensemble de paramètres  $X$  d'une fonction  $f$  qui minimise la somme des carrés des déviations pour un ensemble de couple de données  $(t_i, y_i)$  :

$$F(X) = \sum_{i=1}^m [y_i - f(t_i | X)]^2 \quad (5-2)$$

Dans notre cas, la déformation en fonction du temps est imposée dans un calcul de simulation d'un point matériel. L'algorithme est appliqué à la description de l'évolution de l'état de contrainte en fonction du temps. Lorsque l'on souhaite comparer plusieurs ensembles de données (typiquement dans notre cas, plusieurs courbes de traction), on peut également choisir de donner plus ou moins d'importance à certaines de ces réponses par l'introduction d'une fonction poids :

$$F(x) = \frac{1}{2} (f(x) - y)^T W (f(x) - y) \quad (5-3)$$

avec  $x$  l'ensemble des variables à optimiser,  $f(x)$  est alors un vecteur de dimension  $(N*1)$  représentant dans notre cas les contraintes simulées,  $y$  est un vecteur de dimension  $(N*1)$  décrivant les contraintes expérimentales dans notre application. Et  $W$  est une matrice diagonale  $(N*N)$  qui représente la matrice de poids.

Dans le processus d'optimisation, une comparaison point par point entre les contraintes simulées et expérimentales est effectuée. Les contraintes simulées sont calculées à partir de l'équation constitutive (par exemple l'équation (5-1)) en utilisant l'évolution expérimentale de la déformation filtrée à l'aide de la méthode des moindres carrés pour limiter les comparaisons à 50 points. L'équation fondamentale pour mettre à jour les paramètres est l'équation (5-4). Le principe est de comparer les valeurs de  $F(x_{k+1})$  et  $F(x_k)$ . Si  $F(x_{k+1})$  est supérieur à  $F(x_k)$  alors on multiplie la valeur de  $\lambda$  par  $\nu$  (avec  $\lambda$  et  $\nu$  qui ont pour valeur initiale 1 et 10 respectivement) puis on résout l'équation (5-4). Si  $F(x_{k+1})$  est inférieur à  $F(x_k)$ , autrement dit si le résultat de l'optimisation est meilleur, alors la valeur de  $\lambda$  pour l'itération suivante vaut  $\lambda/\nu$  et on essaie de résoudre l'Equation (5-4) avec le nouveau jeu de paramètres:

$$(J_k^T W J_k + \lambda_k I)(x_{k+1} - x_k) = -J_k^T W (f(x_k) - y) \quad (5-4)$$

avec  $\lambda_k$  un scalaire positif qui est un facteur d'amortissement réajusté à chaque itération et  $k$  représente une itération et  $J_k$  est le Jacobien de  $F$  en  $x$  à l'itération  $k$ . L'optimisation se termine lorsque la première des deux minimisations sur  $\text{grad}[F(x)]$  ou  $F(x)$  est terminée (avec  $\text{grad}(F(x)) = J^T W (f(x) - y)$ ). Autrement dit, lorsque  $\text{grad}[F(x)]$  ou  $F(x)$  a atteint un seuil fixé par l'utilisateur (par défaut, dans Z-set [Z-set manual 2007] le seuil pour  $\text{grad}[F(x)]$  est de  $10^{-8}$  et celui pour  $F(x)$  est de  $10^{-4}$ ).

#### 4.5. Comparaison des champs de déformations

Les champs de déplacement ont été obtenus grâce au logiciel CORRELI-Q4<sup>LMT</sup> développé au Laboratoire de Mécanique et Technologie de l'Ecole Normale Supérieure de Cachan [Hild 2002]. La taille des imagerie [subdivision de l'image où les niveaux de gris locaux sont analysés et où les corrélations sont effectuées] est de 32 pixels pour les images à faible grandissement correspondant à la visualisation de l'ensemble du joint soudé soit une taille de pixel de 6 $\mu\text{m}$  et de 16 pixels pour les images associées aux essais sur la ZAT, soit une taille de pixel de 4 $\mu\text{m}$ .

Le champ de déformation associé à la composante du tenseur de déformation dans la direction de traction à température ambiante est présenté en Figure 5-19. Ce dernier montre une localisation de la déformation dans le métal de base (cette zone peut se trouver sur la partie inférieure ou supérieure de l'éprouvette aléatoirement, ceci pourrait être dû à une faiblesse mécanique), ce qui était déjà pressenti sur les courbes de traction (Figure 5-16). On peut également observer que la déformation est quasi homogène dans le métal fondu et la CGHAZ.

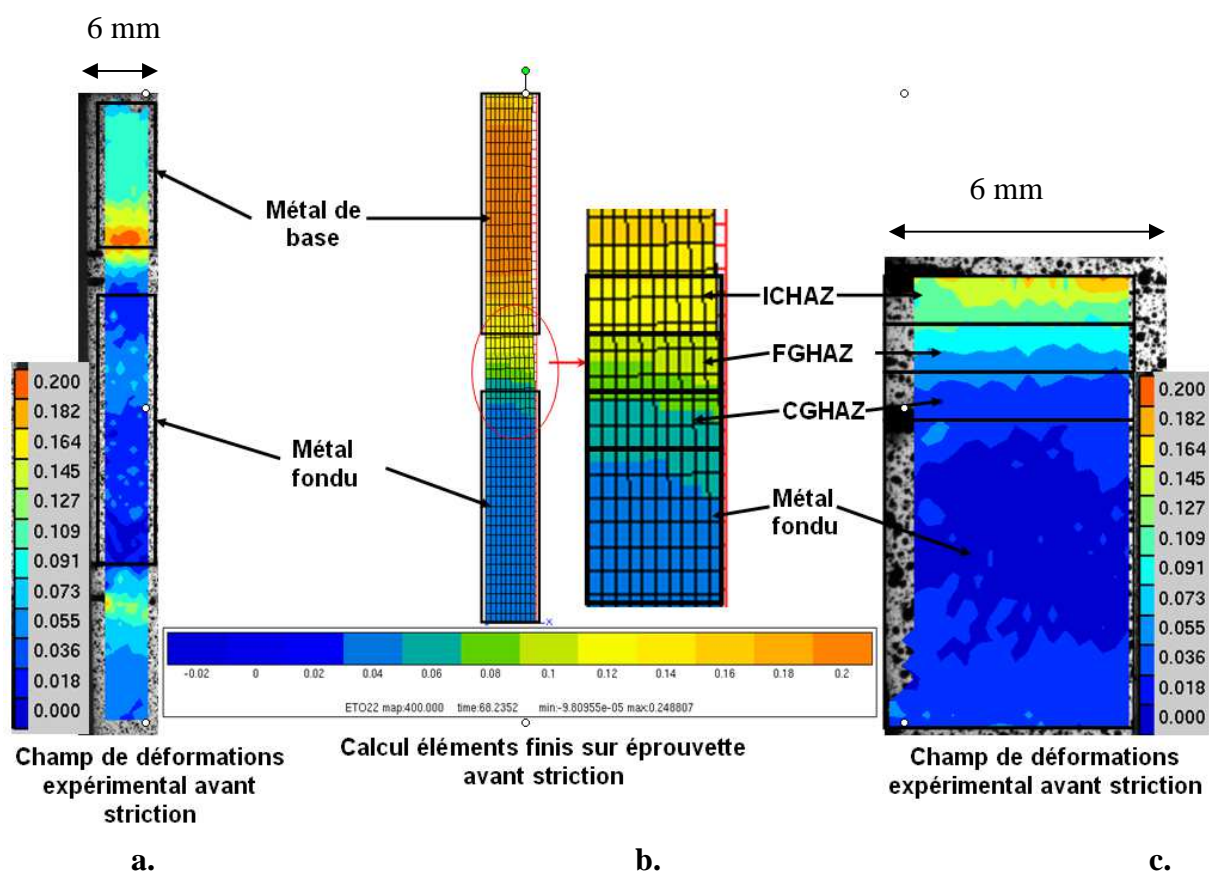


Figure 5-19: Comparaison à 7% de déformation macroscopique entre les champs de déformation  $\epsilon_{11}$  expérimental et simulé pour un essai de traction à  $10^{-3}\text{s}^{-1}$  (les Figures 5-19a, 5-19c représentent le champ expérimental et 5-19b le champ simulé)

D'après la Figure 5-19, on observe une bonne correspondance entre les champs de déformation expérimentaux et simulés. Ceci est confirmé par les mesures moyennes de déformation dans la direction longitudinale qui sont résumées dans le Tableau 5-3.

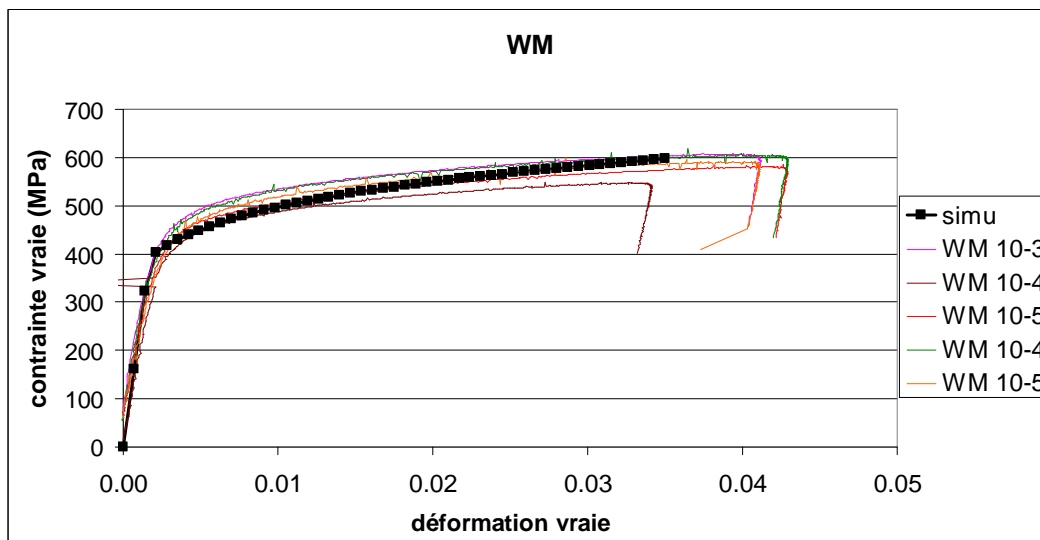
	Déformation moyenne obtenue par corrélation d'images (%)	Déformation moyenne obtenue par calcul éléments finis (%)	Erreur relative entre la déformation obtenue expérimentalement et celle calculée (%)
Metal de base	12	11	8,3
ICHAZ	10	9	10
FGHAZ	5,2	5	3,8
CGHAZ	4,1	4,5	9
Metal fondu	4	3,8	5

**Tableau 5-3: Comparaison entre les mesures de déformation obtenues par corrélation d'image et celles issues du calcul éléments finis pour un essai de traction uniaxial à température ambiante pour chaque zone microstructurale.**

La déformation moyenne macroscopique est de 7%

#### 4.6. Comparaison expérience – simulation

En plus d'une comparaison entre les champs de déformation expérimentaux et simulés, une validation des lois de comportement a été effectuée sur les courbes contrainte-déformation. La Figure 5-20 présente cette comparaison dans le cas du métal fondu. On constate que la courbe simulée se superpose avec les courbes expérimentales ce qui valide le choix de la loi de comportement ainsi que les valeurs des paramètres identifiés.



**Figure 5-20: Comparaison, à température ambiante pour la zone du métal fondu, entre les courbes de traction expérimentales (courbes en couleur) et les courbes de comportement simulées par calcul éléments finis (points noirs)**

### 4.7. Influence du taux de triaxialité des contraintes

Comme indiqué dans le paragraphe 5.2.2, le dispositif expérimental ne dispose que d'une seule caméra. Nous ne pouvons donc accéder qu'aux composantes planes du tenseur des déformations. On peut toutefois se poser la question de l'influence du taux de triaxialité sur le processus d'identification notamment en présence d'un matériau hétérogène.

En effet, un calcul de l'évolution du taux de triaxialité défini à l'aide de la formule de l'Equation (5-5), effectué sur des éprouvettes homogènes de métal de base en faisant varier leur épaisseur (entre 2 et 6 mm) (Figure 5-21) montre bien que quelle que soit l'épaisseur de l'éprouvette, l'essai que nous réalisons est bien un essai de traction uniaxiale (Tableau 5-5).

$$TF = \frac{(\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3)}{3 * \sigma_{\acute{e}q}} \quad (5-5)$$

avec  $\sigma_1$ ,  $\sigma_2$  et  $\sigma_3$  les contraintes principales et  $\sigma_{\acute{e}q}$  qui est calculé grâce à l'équation (5-6) :

$$\sigma_{\acute{e}q} = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2} \quad (5-6)$$

Taux triaxialité	-1/3	0	1/3	2/3	+∞
Mode de sollicitation	Compression uniaxiale	Cisaillement pur	Traction uniaxiale	Traction biaxiale avec $\sigma_1 = \sigma_2$	Traction triaxiale avec $\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma_3$

Tableau 5-5: Quelques valeurs remarquables du taux de triaxialité pour des cas de chargements classiques

La hausse assez rapide à partir de 95 secondes du taux de triaxialité correspond à l'apparition de la striction. Ainsi l'hypothèse d'une traction uniaxiale pour identifier le comportement d'un matériau homogène semble valable jusqu'à striction.

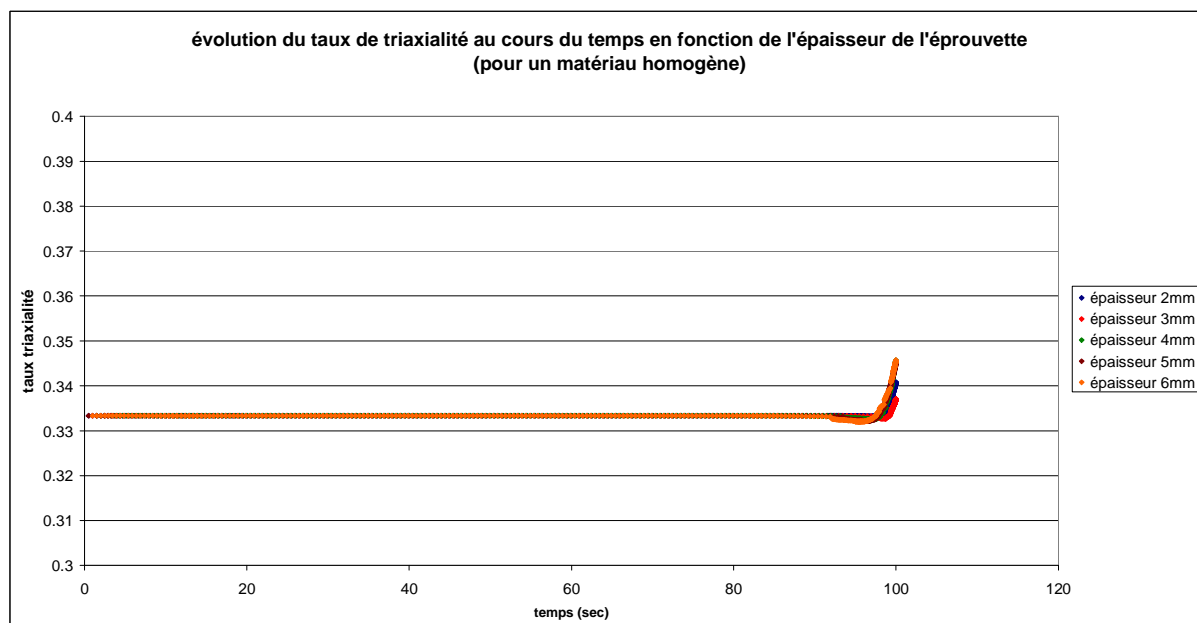


Figure 5-21 : Evolution du taux de triaxialité en fonction de l'épaisseur de l'éprouvette (éprouvette homogène de métal de base, simulation par éléments finis)



Mais dans notre cas, celui d'un joint soudé, il y a la présence de zones plus molles (l'ICHAZ par exemple) entourées de zones plus dures (le métal de base et la FGHAZ) ce qui donne des évolutions du taux de triaxialité comme indiqué sur la Figure 5-22, notamment lors du passage de la limite élastique dans la zone souple.

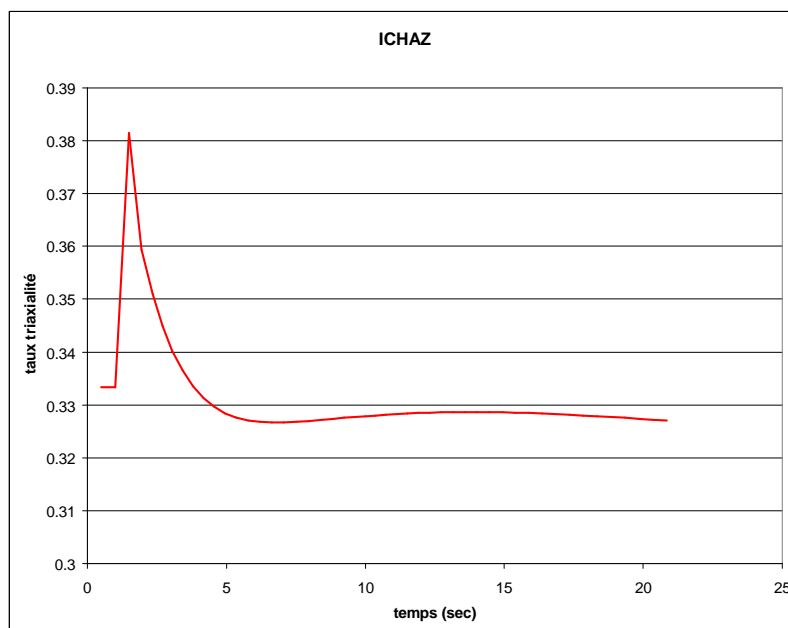


Figure 5-22: Évolution du taux de triaxialité en fonction du temps dans l'ICHAZ au cours d'un essai de traction à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (simulation par éléments finis)

On peut alors se demander si la hausse de 15% du taux de triaxialité à la 3<sup>ème</sup> seconde de l'essai (due à l'évolution, entre autres, de la composante hors plan du tenseur de contraintes auquel nous n'avons pas accès avec notre dispositif expérimental), qui correspond à la transition élastique-plastique, peut influencer le résultat des identifications de paramètres de loi de comportement.

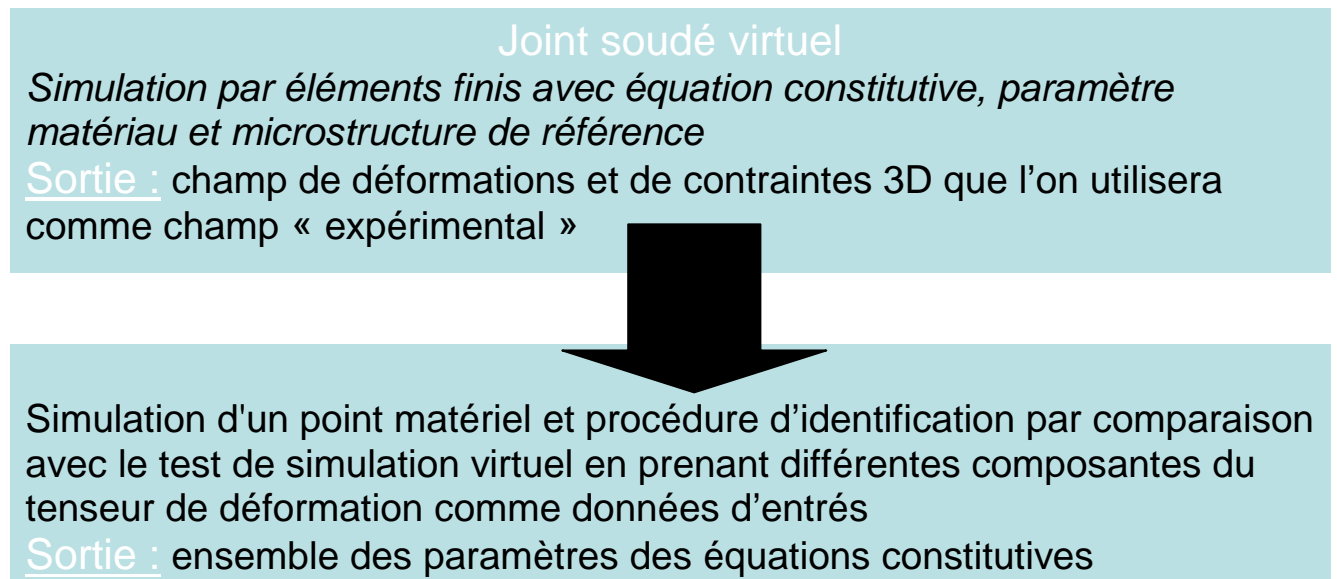
Pour cela, une analyse de l'influence des composantes du tenseur des déformations (et par conséquent des conditions de chargement) sur le résultat d'une identification a été effectuée.

#### 4.8. Analyse de l'influence des conditions de chargement

L'analyse de l'influence des conditions de chargement sera faite de la façon suivante. Nous allons nous servir d'un calcul par éléments finis que l'on a précédemment validé (appelé par la suite « calcul de référence »). Avec ce calcul, nous avons accès à toutes les composantes des tenseurs de déformation mais également à celles des contraintes. Nous nous limiterons, ici, à l'étude de l'effet des composantes du tenseur de déformation car expérimentalement, il nous est difficile d'accéder aux composantes du tenseur des contraintes. Par la suite, un processus classique d'identification sera utilisé en prenant en compte comme conditions aux limites une, deux ou trois composantes du tenseur des déformations issues du calcul éléments finis de référence. Trois cas ont été arbitrairement choisis : le premier (cas A) où seule la composante dans la direction de traction ( $\epsilon_{22}$ ) sera prise en compte, un deuxième subdivisé en 2 sous-cas, (cas B1) où le paramètre d'entrée de l'identification sera le couple formé par les composantes longitudinales ( $\epsilon_{22}$ ) et transversales ( $\epsilon_{11}$ ) du tenseur de déformations et un second (cas B2) où l'identification s'effectuera à partir du couple formé par les composantes longitudinale ( $\epsilon_{22}$ ) et normale ( $\epsilon_{33}$ ) du tenseur de déformation, le dernier (cas C)

correspondant à un chargement où les composantes longitudinale ( $\varepsilon_{22}$ ), transversale ( $\varepsilon_{11}$ ) et normale ( $\varepsilon_{33}$ ) seront toutes imposées. Pour réaliser les optimisations, on utilise l'évolution exacte, issue du calcul de référence, des composantes qui nous intéressent. Par la suite un filtrage par la méthode des moindres carrés est effectué afin de limiter le nombre de point à comparer et rendre l'optimisation plus rapide. Lors du processus d'optimisation, l'identification est faite seulement avec une comparaison sur l'évolution de la contrainte axiale en fonction du temps, soit  $\sigma_{22}(t)$ .

La procédure d'analyse de l'influence des composantes du tenseur de déformations est schématisée sur la Figure 5-23.



**Figure 5-23** : Schéma synthétisant la démarche d'analyse de l'influence des composantes du tenseur de déformation

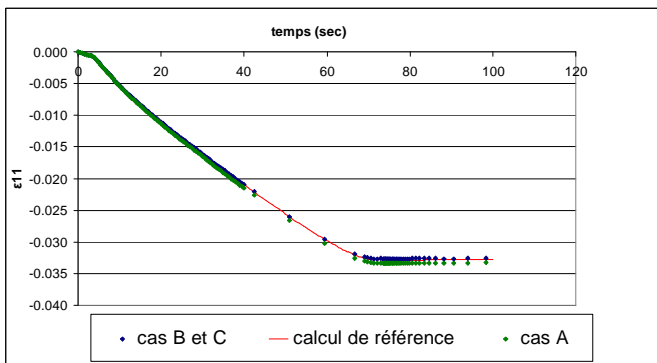
Les résultats présentés dans la suite de ce chapitre portent sur l'ICHAZ, mais les autres zones du joint soudé présentent des résultats similaires. Ils sont indiqués dans la Figure 5-24 où les courbes rouges correspondent au « calcul de référence ».

Une analyse complémentaire sur les pseudo coefficients de Poisson  $\left( -\frac{\varepsilon_{22}}{\varepsilon_{11}} \right)$  et de Lankford

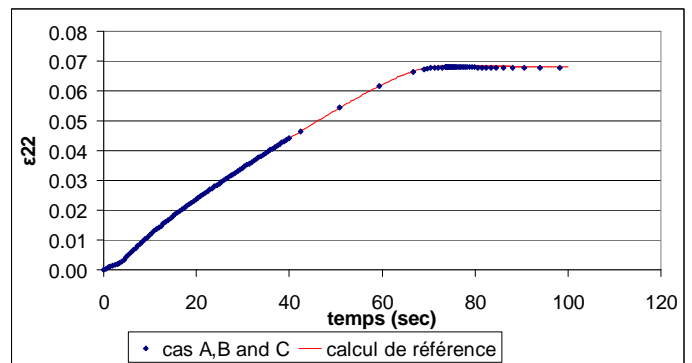
$\left( \frac{\varepsilon_{11}}{\varepsilon_{33}} \right)$  a été effectuée. En effet, ces deux paramètres permettent de mieux appréhender la

qualité de l'identification car ils prennent en compte les effets de structure qui apparaissent dans chaque zone. Le palier en déformation que l'on observe sur les Figures 5-24.a, 5-24.b et 5-24.c s'explique par le fait que l'ICHAZ n'est pas la zone de localisation de la déformation à température ambiante donc après la striction, la déformation plastique se stabilise. Sur les Figures 5-24.d et 5-24.f l'effet de structure déjà observé sur la Figure 5-22 est présent au début de la courbe (à environ 0,1% de déformation). En effet, comme décrit précédemment, l'ICHAZ a une limite d'élasticité plus faible que les deux zones qui l'entourent. Cet effet de structure est également observé sur la Figure 5-24.h après 2 secondes de sollicitation. La Figure 5-24.h qui présente l'évolution du coefficient de Lankford indique également que le matériau est quasi-isotrope car la valeur du paramètre de Lankford est proche de la valeur 1, Comme l'indiquent les Figures 5-24.a à 5-24.c, une bonne adéquation concernant l'évolution dans le temps des composantes  $\varepsilon_{11}$  et  $\varepsilon_{33}$  du tenseur des déformations est obtenue en ne prenant en compte, dans le processus d'identification, qu'une composante du tenseur des déformations (cas A). En effet, l'erreur entre le calcul de référence et le résultat de

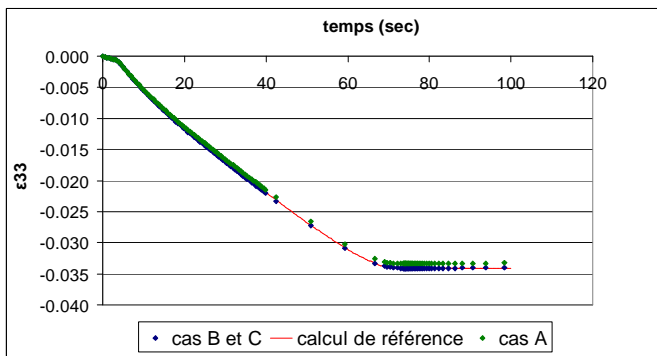
l'optimisation est de seulement 1,5% pour l'évolution de la composante  $\epsilon_{11}$  et de 2,5% pour le cas de la composante  $\epsilon_{33}$ . Il existe une erreur très faible (moins de 2%) dans l'évaluation de l'évolution de coefficient de Poisson pour le cas A. L'erreur est de 4% sur le coefficient de Lankford, pris égal à 1 dans le cas A. De plus expérimentalement nous n'avons pas accès à la composante  $\epsilon_{33}$  du tenseur des déformations. La Figure 5-24.e montre un bon accord entre la courbe expérimentale (courbe rouge) et celle obtenue après identification (courbe bleue). Ceci confirme le résultat obtenu à la Figure 5-20 correspondant à la superposition des résultats « expérimentaux » avec la simulation par éléments finis. Sur les Figures 5-24.d et 5-24.f, il est à noter que l'évolution de  $\sigma_{11}$  en fonction de  $\epsilon_{11}$  et celle de  $\sigma_{33}$  en fonction de  $\epsilon_{33}$  avec la prise en compte de deux ou trois composantes du tenseur de déformations dans les conditions de chargement (cas B et C respectivement) donne une très mauvaise superposition du fait que dans le processus d'optimisation, on ne compare que l'évolution de la composante  $\sigma_{22}$  du tenseur des contraintes en fonction du temps. Les oscillations que l'on peut observer sur les Figures 5-24.d et 5-24.f, sont également présentes avec des amplitudes similaires dans la Figure 5-24.e mais ne sont pas observables du fait de la valeur élevée de la contrainte dans la direction de traction. Pour obtenir une meilleure superposition, il faudrait effectuer des optimisations en fonction des composantes  $\sigma_{11}$  et  $\sigma_{33}$  du tenseur des contraintes mais ceci est difficilement reproductible expérimentalement.



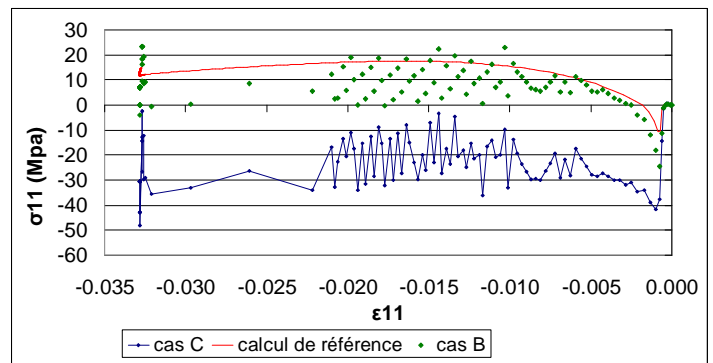
a



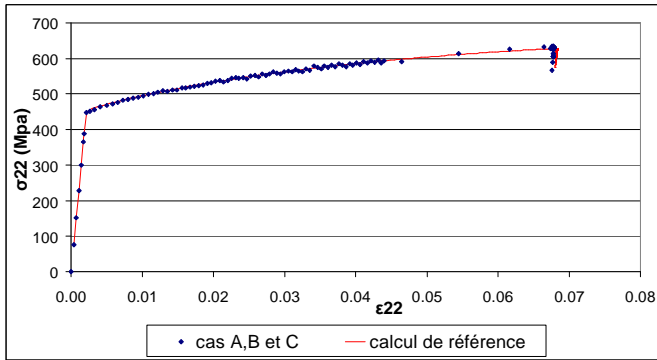
b



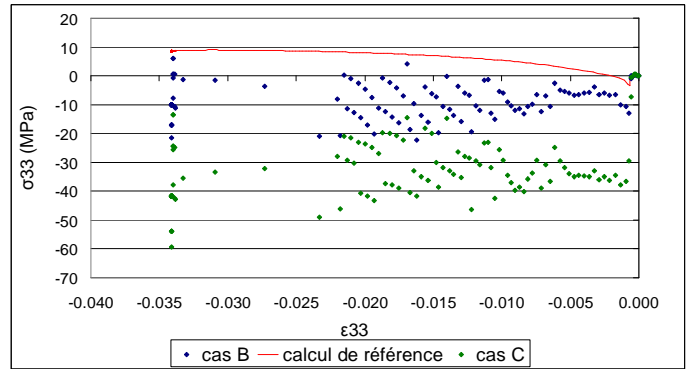
c



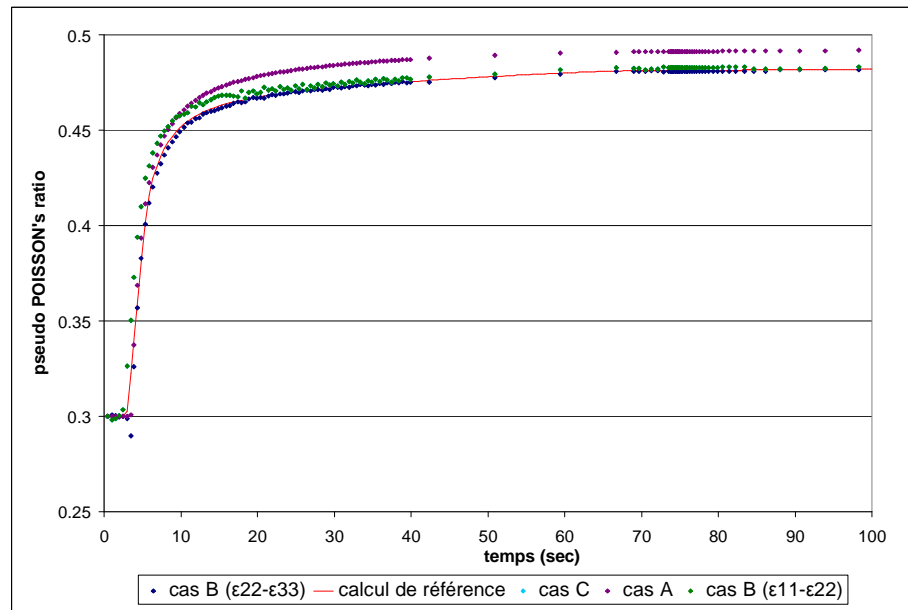
d



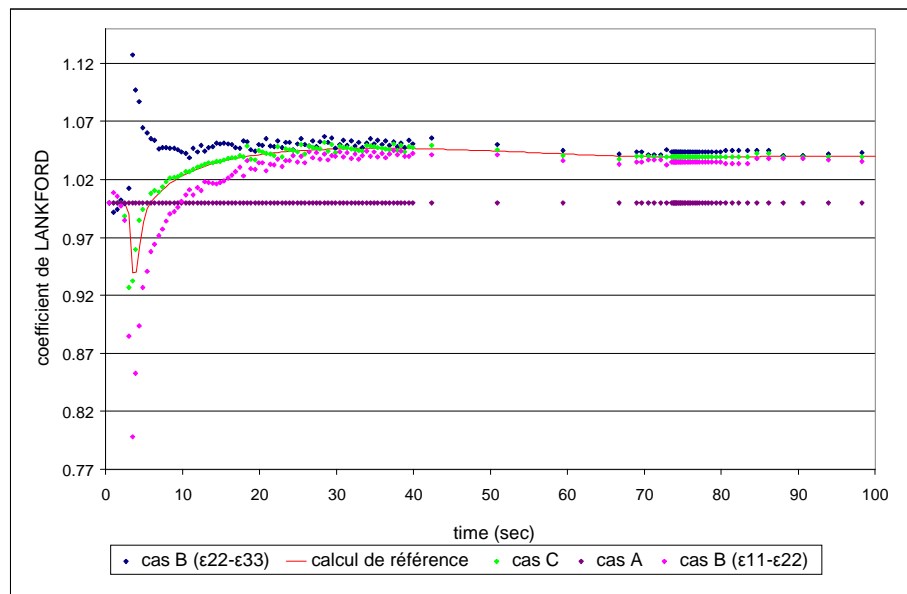
e



f



g



h

Figure 5-24 : a-Évolution de  $\epsilon_{11}$  en fonction du temps ; b- Évolution de  $\epsilon_{22}$  en fonction du temps ; c- Évolution de  $\epsilon_{33}$  en fonction du temps ; d- Évolution de  $\sigma_{11}$  en fonction de  $\epsilon_{11}$  ; e- Évolution de  $\sigma_{22}$  en fonction de  $\epsilon_{22}$  ; f- Évolution de  $\sigma_{33}$  en fonction de  $\epsilon_{33}$  ; g-Évolution du coefficient de Poisson en fonction du temps (le terme pseudo est présent car on l'utilise dans le domaine élastique et le domaine plastique) ; h-Évolution du coefficient de Lankford en fonction du temps

#### 4.9. Robustesse de l'identification (ajout de bruit)

Pour démontrer la robustesse de la méthodologie, du bruit de mesure a été ajouté artificiellement au signal original (c'est-à-dire sur les déplacements issus du calcul de référence), ce bruit est associé aux mesures du déplacement utilisées pour les capteurs. On postule un bruit gaussien aléatoirement distribué avec un maximum d'amplitude égal à 0.1 pixel ; ce qui correspond selon [Haddadi 2008, Triconnet 2009] aux valeurs traditionnellement obtenues durant un essai mécanique avec corrélation d'images. Ceci a été confirmé par la mesure du champ de déformation axiale obtenue à partir d'images successives enregistrées avant le lancement de l'essai (cf. partie 2 de ce chapitre (Figure 5-25)).

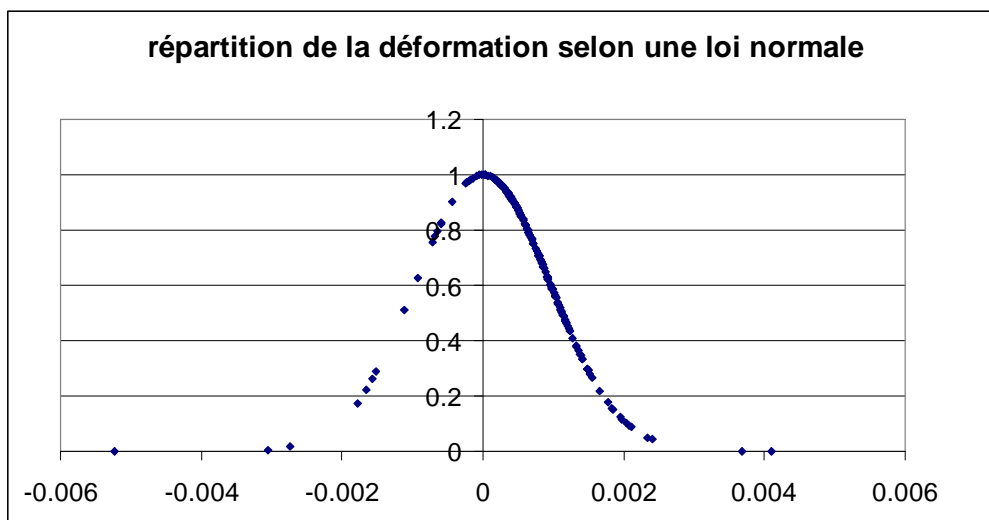


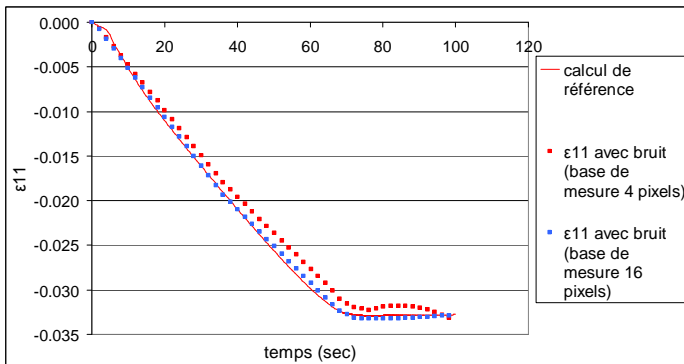
Figure 5-25 : Répartition de la mesure expérimentale de la déformation axiale, la base de mesure est fixée à 16 pixels

Les résultats présentés dans cette partie se concentrent sur l'ICHAZ dans le cas A (voir paragraphe précédent). L'influence du bruit de mesure sur la qualité de l'identification est effectuée en ajoutant du bruit dans les données d'entrée du processus d'identification avec des bases de mesure de 4 et 16 pixels. L'amplitude maximale de déformation induite par cet ajout de bruit est de 5% et 1,25% respectivement.

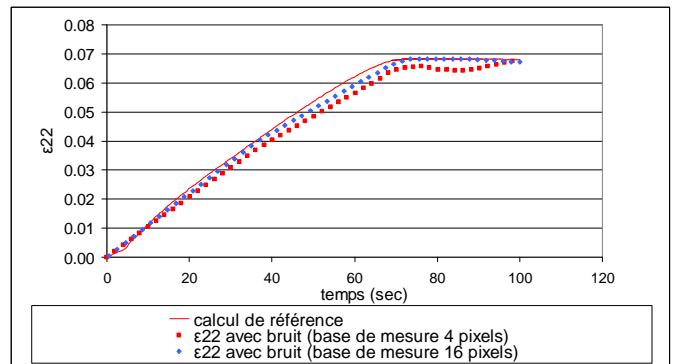
La Figure 5-26 présente les évolutions de  $\varepsilon_{11}$  (Figure 5-26.a),  $\varepsilon_{22}$  (Figure 5-26.b),  $\varepsilon_{33}$  (Figure 5-26.c),  $\sigma_{22}$  (Figure 5-26.d) et du coefficient de Poisson (Figure 5-26.e). Les calculs de référence sont représentés en rouge sur toutes les figures. Les courbes en points rouges décrivent les réponses mécaniques après l'ajout du bruit en prenant en compte une base de mesure de 4 pixels et les courbes en points bleus représentent celles obtenues avec une base de mesure de 16 pixels.

La figure 5-26.d montre l'écart entre les courbes de traction de référence (courbe rouge) et celles identifiées à partir de données bruitées (courbes en points rouges et bleus). La différence entre les courbes avec et sans bruit est faible car dans le processus d'identification les données d'entrées sont filtrées au niveau du logiciel Z-set par un lissage sur le temps par la méthode des moindres carrés. La Figure 5-26.a indique la robustesse au bruit de notre processus car la superposition entre l'évolution au cours du temps de  $\varepsilon_{11}$  est quasi-parfaite pour une base de mesure de 16 pixels, or expérimentalement les bases de mesure utilisées sont plutôt de l'ordre de 150 pixels donc cette différence entre les deux types de courbes (expérimentale et simulée) serait encore plus faible et l'influence du bruit devrait donc être insignifiante. La robustesse du processus d'identification vis-à-vis du bruit de mesure est confirmée par les Figures 5-26.a, 5-26.b et 5-26.c. En effet, l'erreur moyenne (calculée en

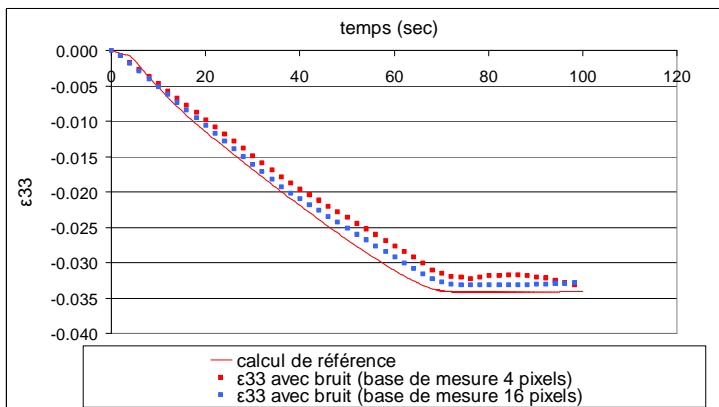
moyennant l'écart entre la courbe de référence et celle obtenue avec des données bruitées) est de 7,8% pour une base de mesure de 4 pixels et de seulement 1,5% pour une base de mesure de 16 pixels. La non-influence du bruit de mesure sur l'évolution du coefficient de Poisson au cours du temps est confirmée par la figure 5-26.e, l'erreur moyenne mesurée est de 3.5%. Le paramètre le plus perturbé par l'ajout du bruit est la limite d'élasticité puisque c'est dans la zone de transition élastique –plastique que l'erreur moyenne est maximale (environ 10%). En effet, une petite perturbation de la valeur de la déformation dans le domaine élastique modifie énormément la réponse en contrainte dans ce domaine. Cela joue notamment, sur la détermination de la contrainte équivalente J2 responsable de la limite d'élasticité. Par exemple, une biaxialité ou triaxialité des contraintes peut être artificiellement induite par l'ajout du bruit sur les valeurs de déformation, ce qui aboutit à une diminution de la limite d'élasticité (voir Figure 5-26.d).



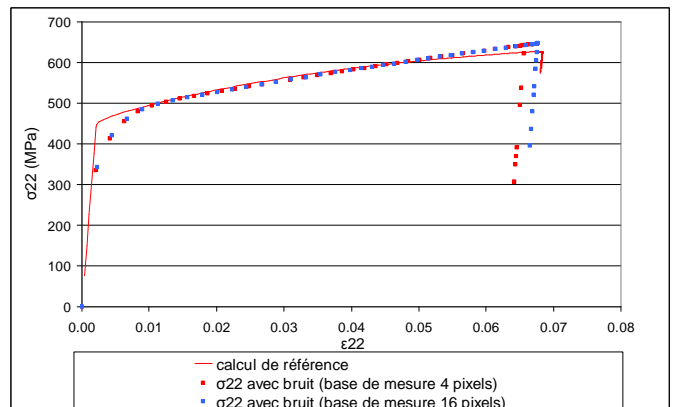
a



b



c



d

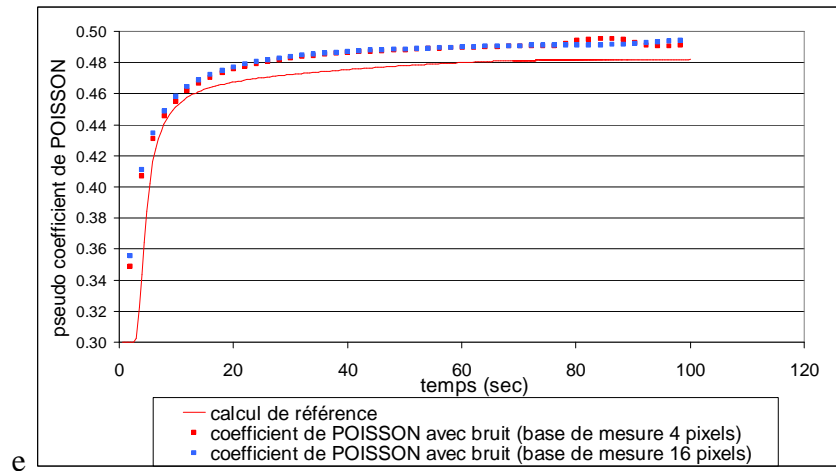


Figure 5-26 : Effet de l'ajout d'un bruit gaussien sur les mesures de déplacements. a-Évolution de  $\varepsilon_{11}$  en fonction du temps; b- Évolution de  $\varepsilon_{22}$  en fonction du temps ; c- Évolution de  $\varepsilon_{33}$  en fonction du temps ; d- Évolution de  $\sigma_{22}$  en fonction de  $\varepsilon_{22}$  ; e-Évolution du coefficient de Poisson en fonction du temps

## 5. Comportement à 625°C

### 5.1. Courbes de traction

La campagne d'essai de traction à 625°C se compose de 32 essais de traction et de 3 essais de traction—relaxation :

- 2 essais sur des éprouvettes de métal de base pour différentes vitesses de déformation ( $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) ;
- 30 essais de traction avec des éprouvettes prélevées dans le joint soudé pour différentes vitesses de déformation (onze à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , dix à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et neuf à  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ) ;
- 3 essais de traction – relaxation qui permettent d'atteindre des vitesses de déformation très faibles (jusqu'à  $10^{-9} \text{ s}^{-1}$ );

Comme pour les essais réalisés à température ambiante, la vitesse de déformation dans chacune des zones du joint soudé est mesurée. On constate sur la Figure 5-27 que, comme à température ambiante, le métal de base se déforme plus vite que toutes les autres zones et que le métal fondu est la région qui se déforme le plus lentement.

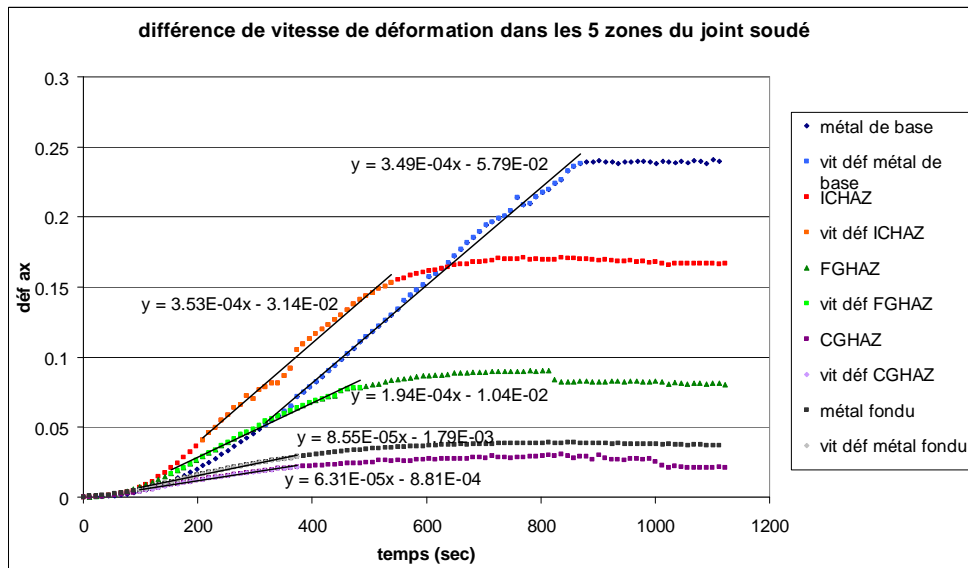


Figure 5-27 : Caractérisation des vitesses de déformation mesurées dans les différentes zones du joint soudé pour un essai de traction à  $10^{-4} s^{-1}$

Ceci est le cas pour les essais à  $10^{-3}$  et  $10^{-4} s^{-1}$  mais pas à  $10^{-5}$  où la zone qui se déforme le plus devient l'ICHAZ.

A  $625^{\circ}C$ , le module de Young vaut en moyenne  $145GPa$  (Figure 5-28) et le coefficient de Poisson vaut  $0,37$  pour toutes les zones du joint soudé. Comme l'avait indiqué [Eggeler 1994] ces grandeurs sont indépendantes de la microstructure. Les valeurs mesurées sont cohérentes avec celles trouvées par V. Gaffard [Gaffard 2005].

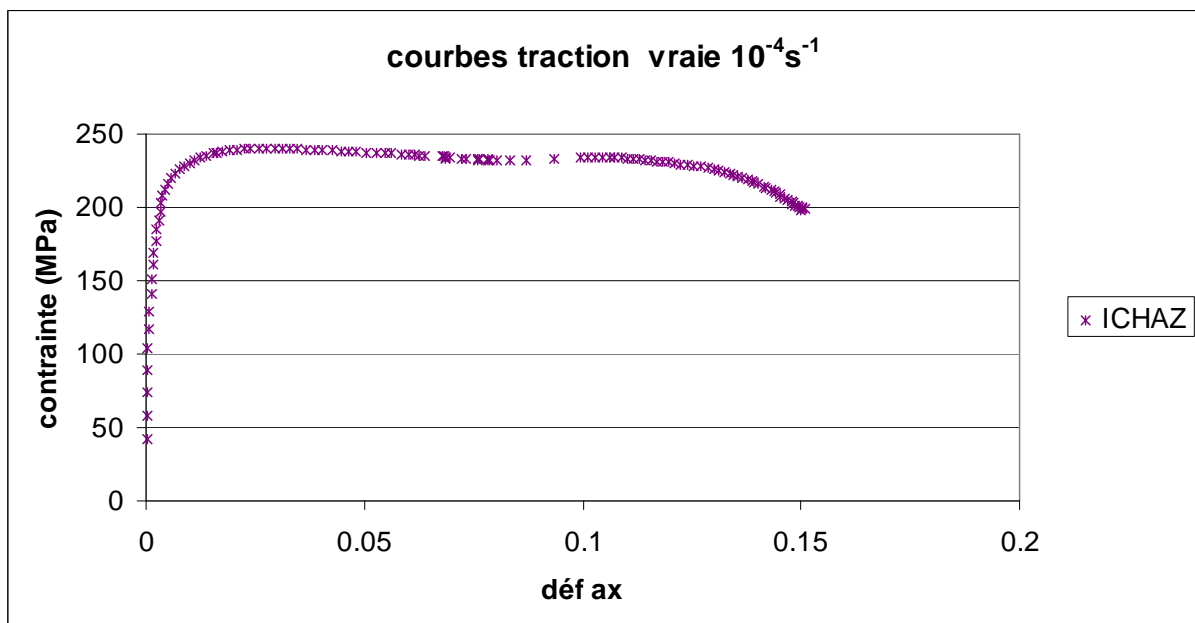


Figure 5-28: Courbe de traction à vitesse de déformation macroscopique de  $10^{-4} s^{-1}$  (contrainte et déformation nominales)



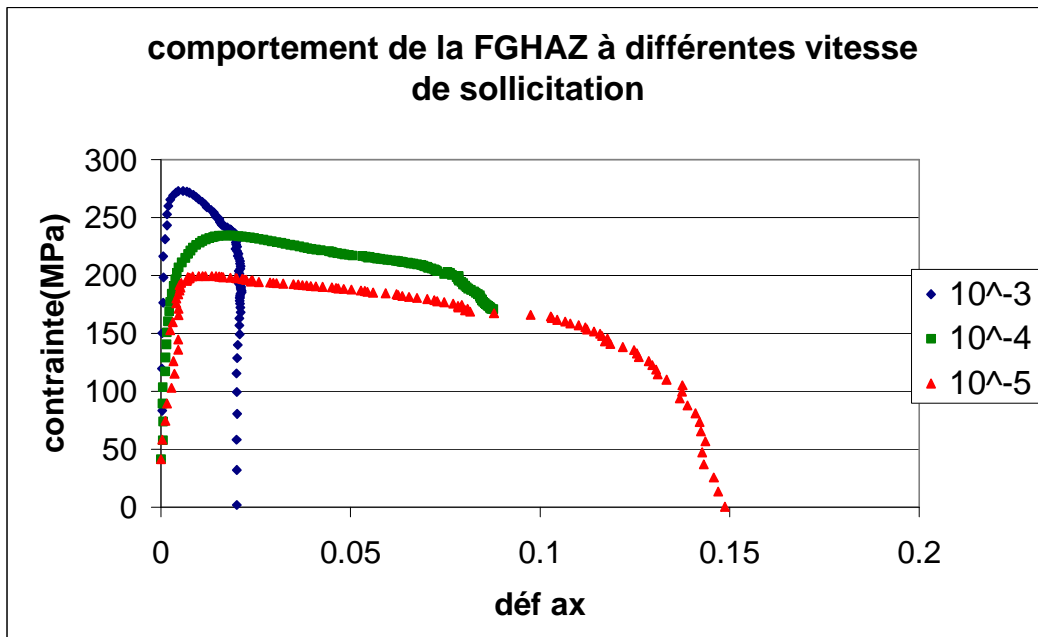


Figure 5-29: Influence de la vitesse de chargement sur la réponse de la FGHAZ (contrainte et déformation nominales)

Contrairement à ce qui se passe à température ambiante, la vitesse de déformation influe sur la réponse du matériau à 625°C comme l'indique la Figure 5-29. Ainsi un modèle élasto-viscoplastique sera choisi pour la réalisation de simulations numériques.

On peut remarquer sur la Figure 5-30 les différences entre deux courbes de traction obtenues à température ambiante et à 625°C pour une même vitesse de déformation de  $10^{-3}s^{-1}$ . A 625°C, on constate qu'il n'y a plus de durcissement du matériau avant striction mais un adoucissement. Cet adoucissement est aussi présent dans les essais de traction à 625°C réalisés par V. Gaffard [Gaffard 2005].

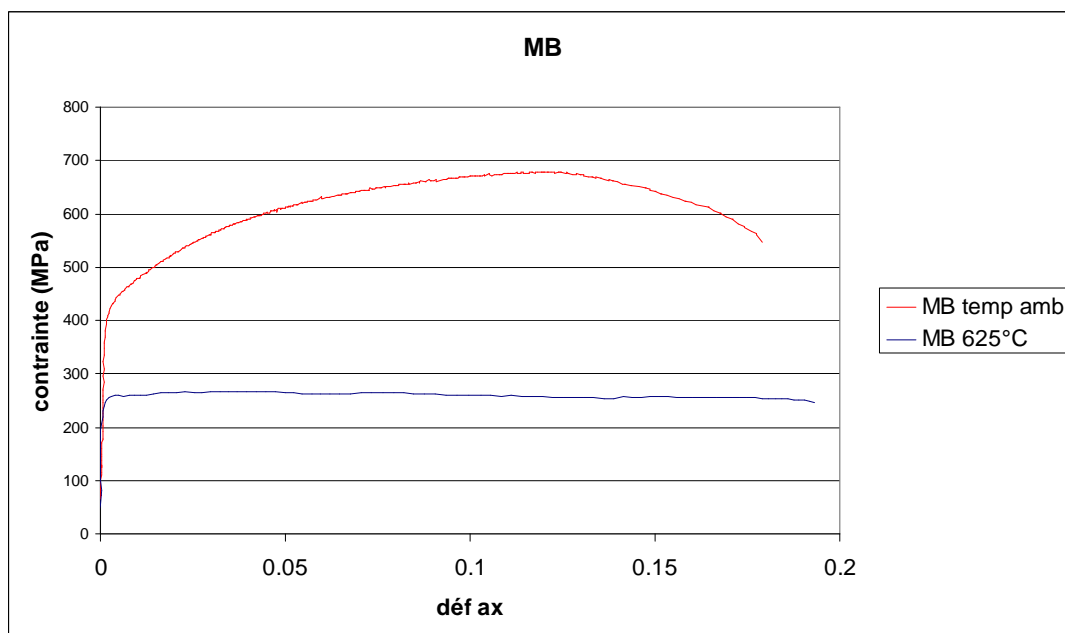


Figure 5-30: Comparaison des réponses du métal de base entre un essai de traction à température ambiante et à 625°C. vitesse de déformation de  $10^{-3}s^{-1}$

On remarque sur la Figure 5-31 que chaque zone du joint soudé présente un comportement mécanique plutôt de type adoucissant, avec des amplitudes de déformation plastique relativement différentes. Il faut donc simuler chacune de ces réponses individuellement si on veut être représentatif du comportement du joint soudé. Le Tableau 5-5 récapitule les caractéristiques mécaniques obtenues lors de chaque essai.

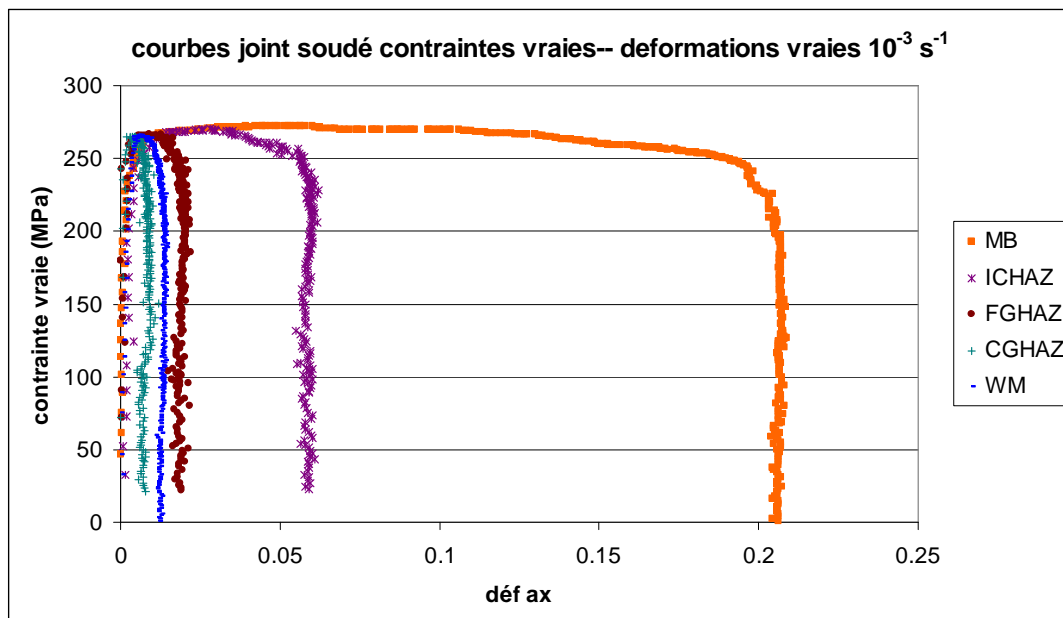


Figure 5-31 : Courbes de traction des différentes zones du joint soudé obtenues pour une vitesse de déformation macroscopiques de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$

$\dot{\epsilon}$ ( $\text{s}^{-1}$ )	$R_{p0.2}$ (MPa) cette étude	$R_{p0.2}$ (MPa) (Gaffard 2004)	$R_{mv}$ (MPa) cette étude	$R_m$ (MPa) (Gaffard 2004)
$10^{-3}$	210	236	280	295
$10^{-4}$	210	230	230	240
$10^{-5}$	180	190	210	205

Tableau 5-5 : Comparaison entre les résultats de V. Gaffard [Gaffard 2004] et les caractéristiques mécaniques macroscopiques obtenues sur les cordons de soudure pour différentes vitesses de sollicitation

## 5.2. Zone de rupture

Durant un essai de traction à chaud, le mode de rupture est intragranulaire, ductile avec des cupules [Laha 1995].

A  $625^\circ\text{C}$ , les éprouvettes ont rompu dans le métal de base pour les essais à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , ce qui est cohérent avec la littérature [Gaffard 2005, Vivier 2009]. Par contre la rupture a lieu dans l'ICHAZ pour les essais réalisés à  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Il est à noter que plus les essais se déroulent à vitesse de déformation lente et plus la rupture a lieu proche de la ligne de fusion comme l'indiquent les figures 5-32 et 5-33. Ceci va à l'encontre des résultats de la littérature qui stipulent que quelle que soit la vitesse de sollicitation, la rupture a lieu dans le métal de base. [Gaffard 2004, Watanabe 2006, Vivier 2009].



Figure 5-32 : Rupture des éprouvettes de traction à  $10^{-3}\text{s}^{-1}$  (à gauche),  $10^{-4}\text{s}^{-1}$  (au milieu) et  $10^{-5}\text{s}^{-1}$  (à droite)

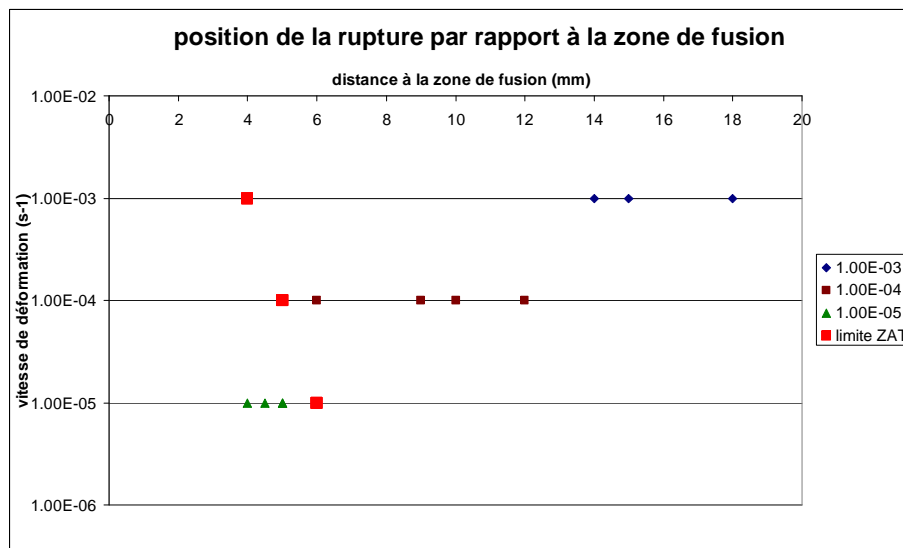


Figure 5-33: Lieu de rupture en fonction de la vitesse de déformation pour les essais de traction à  $625^\circ\text{C}$

### 5.3. Evolution de la loi du matériau

#### 5.3.1. Simple Norton

Comme cela est indiqué sur la Figure 5-28 et la Figure 5-34, le matériau présente, contrairement à la température ambiante, un comportement visqueux à  $625^\circ\text{C}$ . Cette observation concorde avec ce qu'avait observé F. Vivier [Vivier 2009], il avait noté d'ailleurs que cette viscosité n'apparaissait qu'aux environs de  $500^\circ\text{C}$ .

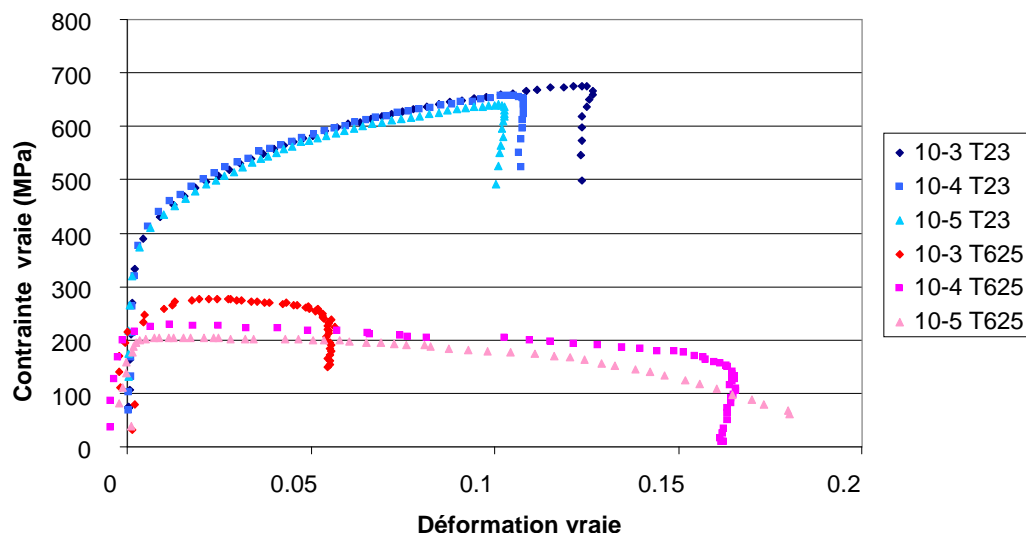


Figure 5-34 : Différence de comportement mécanique de l'ICHAZ entre la température ambiante et 625°C – mise en évidence de l'effet de la vitesse de sollicitation

De plus, par rapport aux essais de traction réalisés à température ambiante, la Figure 5-34 montre que l'écrouissage à 625°C est négatif, ceci est en accord avec les observations antérieures [Gaffard 2004, Giroux 2010]. Cet effet d'adoucissement serait dû à une croissance de la taille des sous-grains, croissance qui ne peut être observée qu'en microscopie électronique en transmission (MET) du fait de la dimension de ces parties de la microstructure. Notons qu'aucune modification microstructurale n'a été détectée à l'échelle des blocs comme l'indique l'analyse EBSD (Figures 5-35 et 5-36)

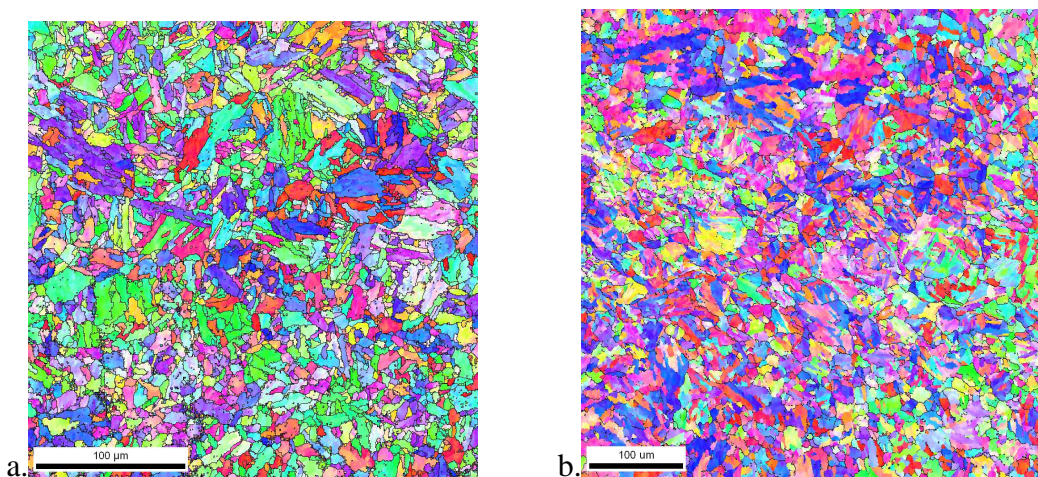


Figure 5-35: Figure de pôles inverses du métal de base a. avant un essai de traction, b. après un essai de traction à  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et 625°C

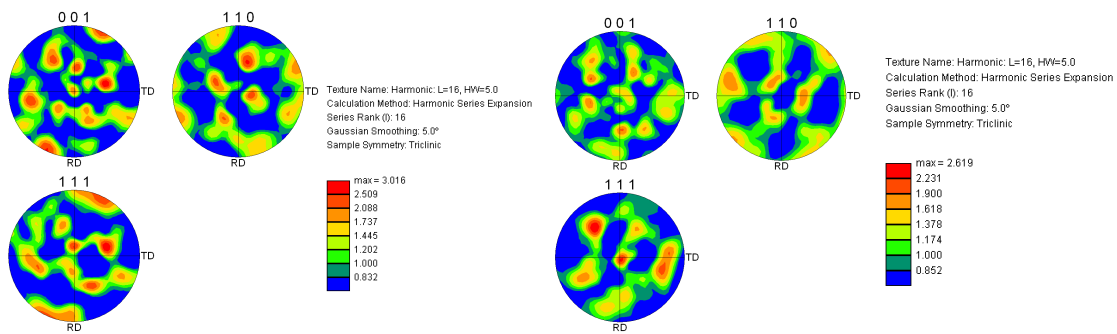


Figure 5-36 : Figures de pôles du métal de base a. avant un essai de traction, b. après un essai de traction à  $10^{-5}\text{s}^{-1}$  et  $625^{\circ}\text{C}$

Ainsi l'équation décrivant la relation entre la contrainte équivalente et la déformation équivalente en traction des matériaux composant un joint soudé doit être modifiée à  $625^{\circ}\text{C}$ . Un couple de coefficients  $(K, n)$  issu d'une loi de Norton, Equation (5-7), a été ajouté pour prendre en compte cette viscosité :

$$\dot{\varepsilon}_p = \left( \frac{\sigma_v}{K} \right)^n \quad (5-7)$$

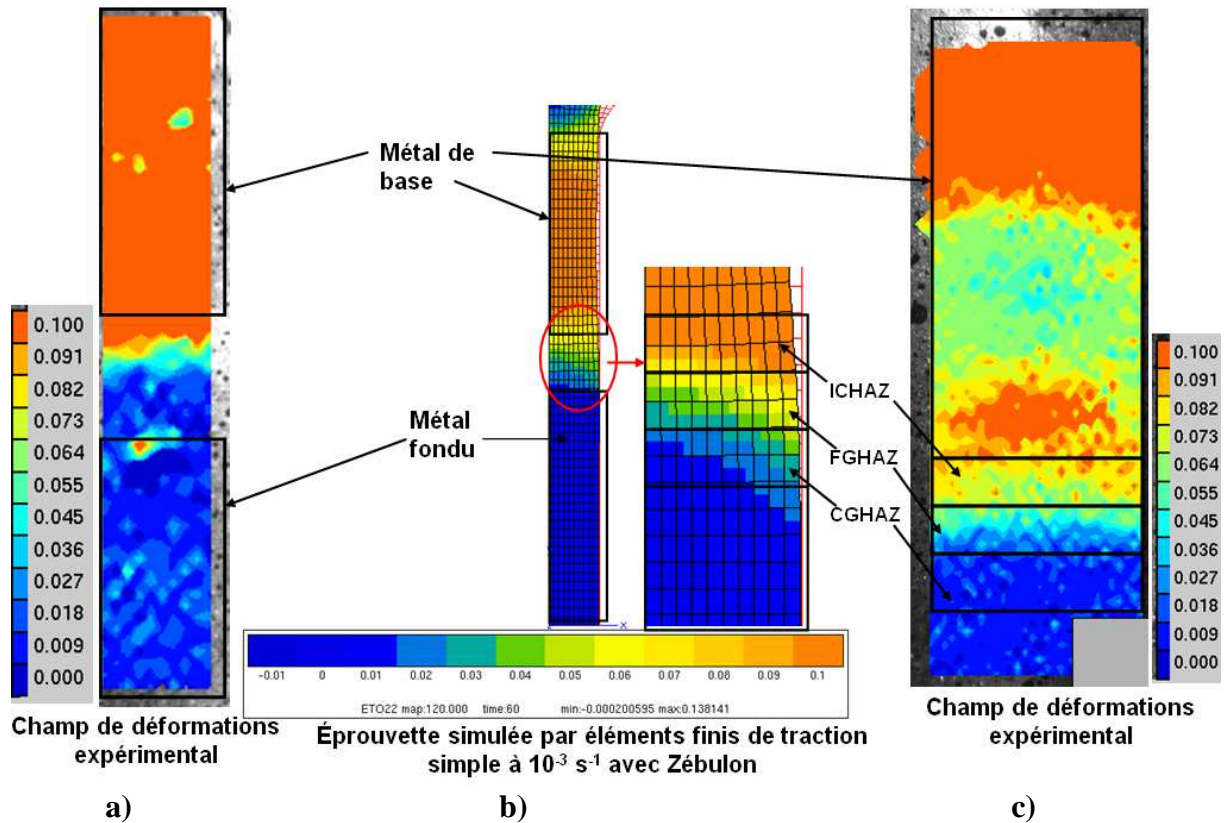
avec  $\sigma_v$  la contrainte visqueuse. Une nouvelle équation constitutive élasto-viscoplastique est alors testée, Equation (5-8) :

$$\sigma = R_0 + Q_1 * (1 - \exp(-b_1 * \varepsilon_p)) + Q_2 * (1 - \exp(-b_2 * \varepsilon_p)) + K * \dot{\varepsilon}_p^{\frac{1}{n}} \quad (5-8)$$

avec  $p$  la déformation plastique,  $R_0$  la limite d'élasticité, les couples  $(Q_1, b_1)$  et  $(Q_2, b_2)$  sont associés à l'écrouissage comme dans la loi à température ambiante. La même méthodologie que pour les essais de traction à température ambiante est alors appliquée pour identifier la valeur de chaque paramètre. Les résultats de l'identification sont présentés dans le Tableau 5-6. Pour toutes les zones du joint soudé, le module de Young est égal à 145 GPa et le coefficient de Poisson à 0,37. Une valeur minimale de 10 MPa a été imposée pour la limite d'élasticité. La valeur choisie a peu d'influence sur les courbes de comportement car le coefficient  $b_1$  est très élevé ( $Q_1 b_1 = 28.3$  à  $79.7 \text{ GPa}$ ). Les coefficients  $(Q_2, b_2)$  décrivent quant à eux l'adoucissement. Une valeur minimale de  $-100 \text{ MPa}$  a été imposée pour  $Q_2$ .

	$R_0$ (MPa)	$Q_1$ (MPa)	$b_1$	$Q_2$ (MPa)	$b_2$	$K$ (MPa)	$n$	Critère de divergence (MPa)
<b>Metal de base</b>	78,7	78,9	359	-100	3,6	401,2	5,1	7,1
<b>ICHAZ</b>	10	127,6	333,5	-16	17,2	445,8	5,4	16,4
<b>FGHAZ</b>	10	116,6	570,3	-100	2	344,9	7	23,3
<b>CGHAZ</b>	10	114,2	495,9	-60,3	56,3	461,1	7,5	10,4
<b>Metal fondu</b>	37,6	124,1	642,4	-100	8,7	957,4	3,7	50,8

Tableau 5-6 : Valeurs des paramètres de l'équation constitutive (8) pour chaque zone du joint soudé pour les essais à  $625^{\circ}\text{C}$



**Figure 5-37: Comparaison entre les champs de déformations expérimentaux et simulés lors d'un essai de traction à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $625^\circ\text{C}$  pour 6% de déformation macroscopique ; composante longitudinale. (les Figure s 5-37a, et c représentent les champs de déformations expérimentaux, 5-37b celui simulé)**

	Déformation moyenne obtenue par corrélation d'images (%)	Déformation moyenne obtenue par calcul éléments finis (%)	Erreur relative entre la déformation obtenue expérimentalement et celle calculée (%)
Metal de base	18	20	11,1
ICHAZ	8,7	9	3,5
FGHAZ	5,6	5,8	3,6
CGHAZ	2,7	3	11,1
Metal fondu	1,7	1,5	12

**Tableau 5-7 : Comparaison, pour chaque zone microstructurale, entre les mesures de déformation obtenues par corrélation d'image et celles issues du calcul éléments finis pour un essai de traction uniaxial à  $625^\circ\text{C}$ , la déformation moyenne est de 6%**

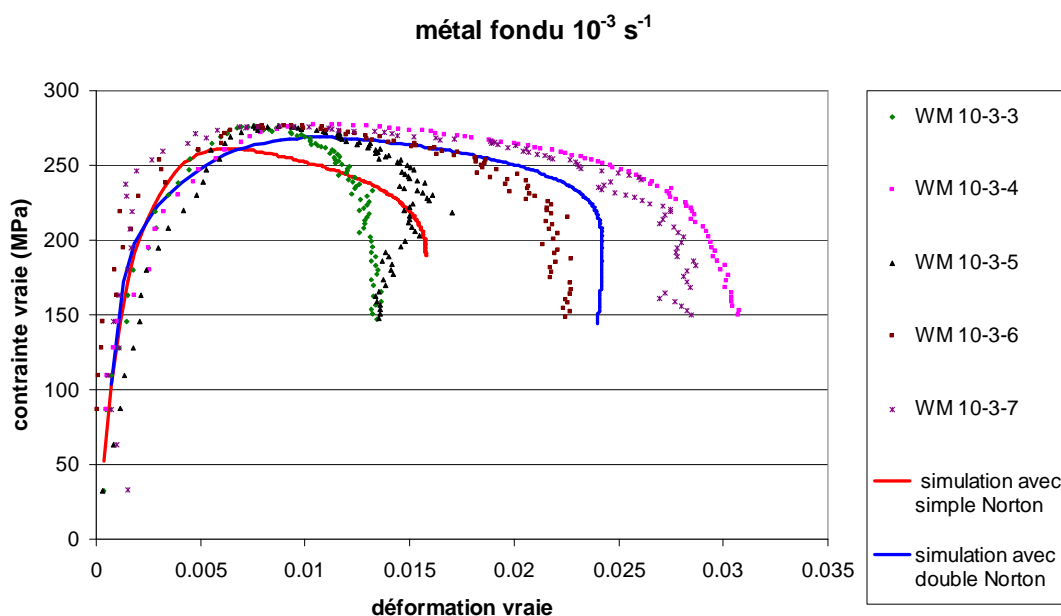
Une localisation de la déformation est observée dans le métal de base pour les plus hautes vitesses de déformations ( $10^{-3}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ), ce qui est cohérent avec les résultats trouvés dans la littérature [Gaffard 2004, Watanabe 2006, Vivier 2009]. Mais pour les vitesses de déformation les plus faibles ( $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ), la localisation apparaît à la frontière entre le métal de base et l'ICHAZ comme indiqué sur la Figure 5-33. Les Figures 5-37.a et 5-37.c indiquent que la déformation est quasi-homogène dans le métal fondu et dans la CGHAZ. A cette échelle, le champ de déformations paraît uniforme par zone métallurgique ; des observations avec un plus fort grossissement pourraient confirmer cette hypothèse.

D'après le Tableau 5-7 et la Figure 5-37, il y a une bonne corrélation entre le champ de déformation observé expérimentalement pour la composante dans la direction de traction et celui calculé par éléments finis.

Il est à remarquer que les résultats de l'identification sont moins bons à 625°C qu'à température ambiante, ceci est dû à la plus grande complexité du comportement mécanique à haute température avec l'apparition de la viscosité et de la déconsolidation sur chaque zone du joint soudé.

On peut maintenant comparer les résultats issus d'un calcul éléments finis avec ceux obtenus expérimentalement en termes de réponse contrainte-déformation. La Figure 5-38 montre une bonne superposition notamment en ce qui concerne la limite d'élasticité et l'écrouissage, compte tenu d'une forte variabilité des courbes expérimentales. En revanche, la contrainte maximale en traction, qui présente une faible dispersion expérimentale, est mal reproduite, on observe une erreur de l'ordre de 15% sur la Figure 5-38.

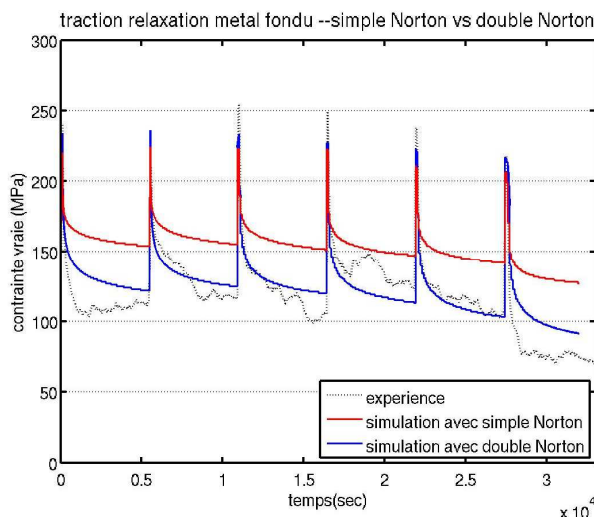
C'est pourquoi nous complétons la loi constitutive (Equation (5-8)) par l'ajout d'un autre couple ( $Q_3, b_3$ ) de paramètres permettant de mieux décrire la transition élastique-plastique (Equation (9)).



**Figure 5-38 : Comparaison pour le métal fondu à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et 625°C entre les courbes de traction obtenues expérimentalement (courbes en points, les différentes couleurs correspondent à différents essais réalisés à la même vitesse de déformation) et celles obtenues après calcul éléments finis (courbes rouges avec un simple Norton, courbe bleue avec un double Norton)**

### 5.3.2. Double Norton et ajout de paramètres dans l'écrouissage

Pour compléter la base de données expérimentales et pour connaître l'influence des très faibles vitesses de chargements, des essais de traction-relaxation ont été effectués. La Figure 5-39 présente la comparaison entre une courbe expérimentale en pointillés noirs avec le résultat d'un calcul éléments finis en trait plein rouge, avec le modèle simple Norton.



**Figure 5-39 : Courbe de traction-relaxation expérimentale (pointillés noirs), comparée au résultat d'un calcul éléments finis avec une loi simple Norton (rouge) et avec une loi double Norton (bleue). Relaxations par palier effectuées à 0.5%, 1%, 3%, 5%, 7% et 20% de déformation durant un essai de traction**

On constate que la courbe rouge atteint un palier au niveau des faibles vitesses de déformation (à partir de  $10^{-5} \text{s}^{-1}$ ). Ceci est dû au fait que pour obtenir cette courbe on a utilisé une gamme de vitesses de déformations allant de  $10^{-3} \text{s}^{-1}$  à  $10^{-5} \text{s}^{-1}$ . Or pendant un essai de traction-relaxation la vitesse de déformation peut descendre jusqu'à  $10^{-8} \text{s}^{-1}$ . Ainsi pour prendre en compte une plus grande gamme de vitesses de déformation et inclure les essais de traction-relaxation dans la procédure d'identification, il a fallu compléter l'Equation (5-2) en ajoutant un couple ( $K_2, n_2$ ). La nouvelle équation constitutive est détaillée dans l'équation (5-9) :

$$\sigma = R_0 + Q_1 * (1 - \exp(-b_1 * p)) + Q_2 * (1 - \exp(-b_2 * p)) + Q_3 * (1 - \exp(-b_3 * p)) + K * \dot{p}^{\frac{1}{n}} + K_2 * \dot{p}^{\frac{1}{n_2}} \quad (5-9)$$

On utilise alors une optimisation de Levenberg-Marquardt pour déterminer les valeurs des paramètres de loi de comportement. Ces valeurs sont résumées dans le Tableau 5-8. Une valeur maximale de 1000MPa a été imposée au coefficient K.

	$R_0$ (MPa)	$Q_1$ (MPa)	$b_1$	$Q_2$ (MPa)	$b_2$	$Q_3$ (MPa)	$b_3$	K (MPa)	n	$K_2$ (MPa)	$n_2$	Critère de divergence (MPa)
Metal de base	10	98,4	184,2	-46,6	0,06	-19,8	4,5	1000	5	288,2	10,8	85,5
ICHAZ	10	96,8	124,1	-24,7	84,1	20,5	5,5	1000	5,8	298,6	11,4	55,9
FGHAZ	10	105,1	125,5	-114,5	14,2	100	3,5	1000	5,8	380,3	9,9	50,5
CGHAZ	10	36,2	417	-232,1	51,9	231,1	81,6	1000	5,7	354,6	11,8	79,5
Metal fondu	10	98,1	183,4	-87,3	0,1	-363,8	4,6	1000	5,7	347,2	12,9	104

**Tableau 5-8 : Valeurs des paramètres de l'équation constitutive (9) pour un joint soudé d'acier P91 à 625°C**

Les Figures 5-38 et 5-39 présentent une meilleure superposition des courbes obtenues par simulations par éléments finis avec le double Norton vis-à-vis des résultats expérimentaux. En effet, il n'y a plus de palier asymptotique sur la courbe bleue de la Figure 5-39. De plus, on constate que sur la Figure 5-38, la valeur de la résistance maximale à la traction est mieux approchée avec l'ajout du couple ( $Q_3, b_3$ ). Sur cette Figure 5-38, il est à noter que la



déformation finale sur la courbe simulée est en fait une moyenne des déformations finales des courbes expérimentales.

Comme l'indique la Figure 5-40, ce modèle permet également de reproduire l'évolution de la zone de striction au cours d'essais de traction (Figure 5-33) et notamment le fait que plus la vitesse de sollicitation est lente et plus la striction se rapproche de la ZAT (Figure 5-40c).

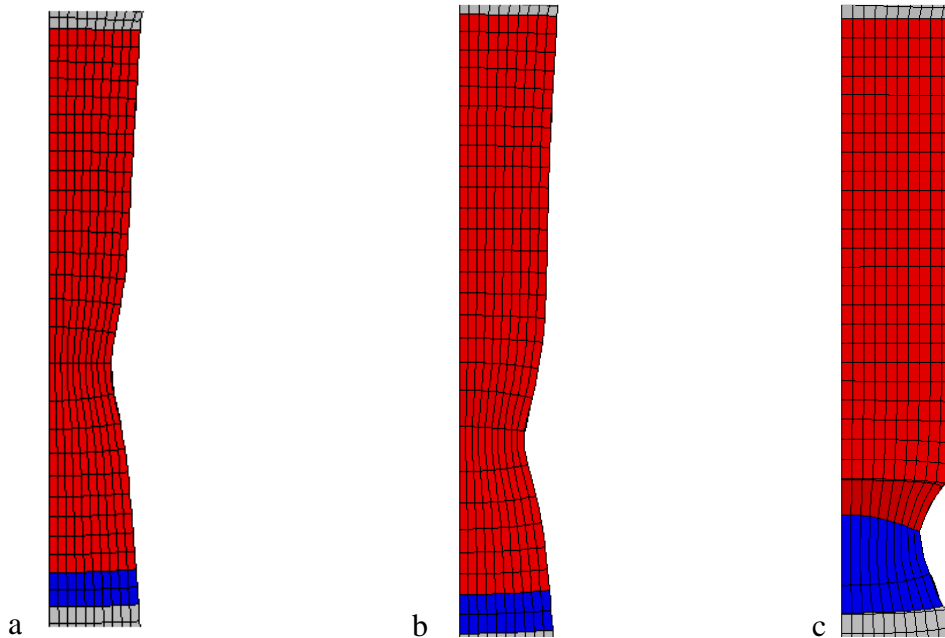
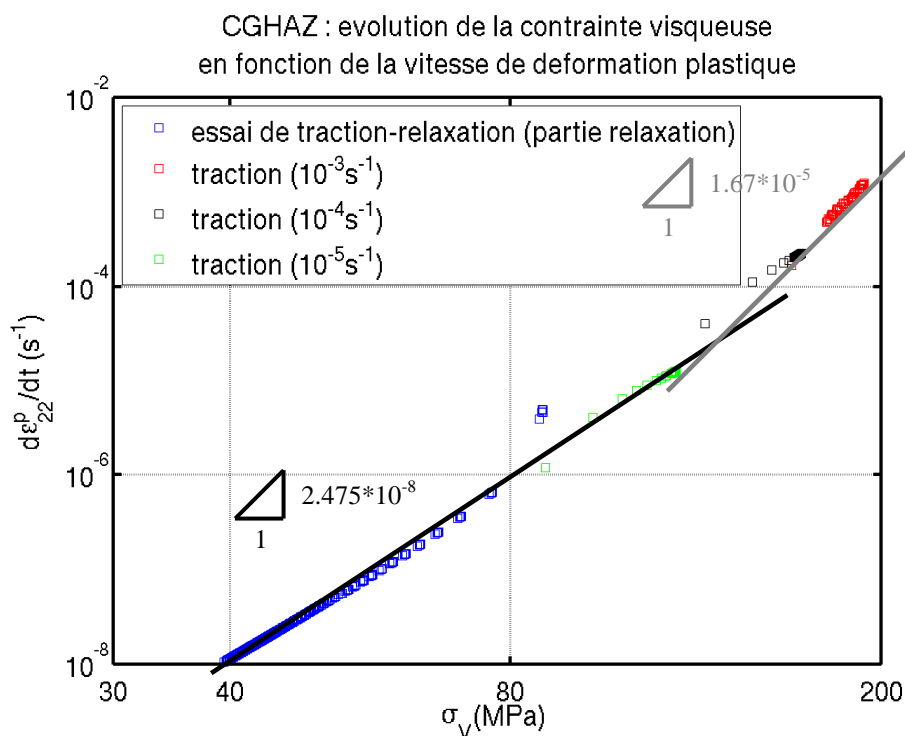


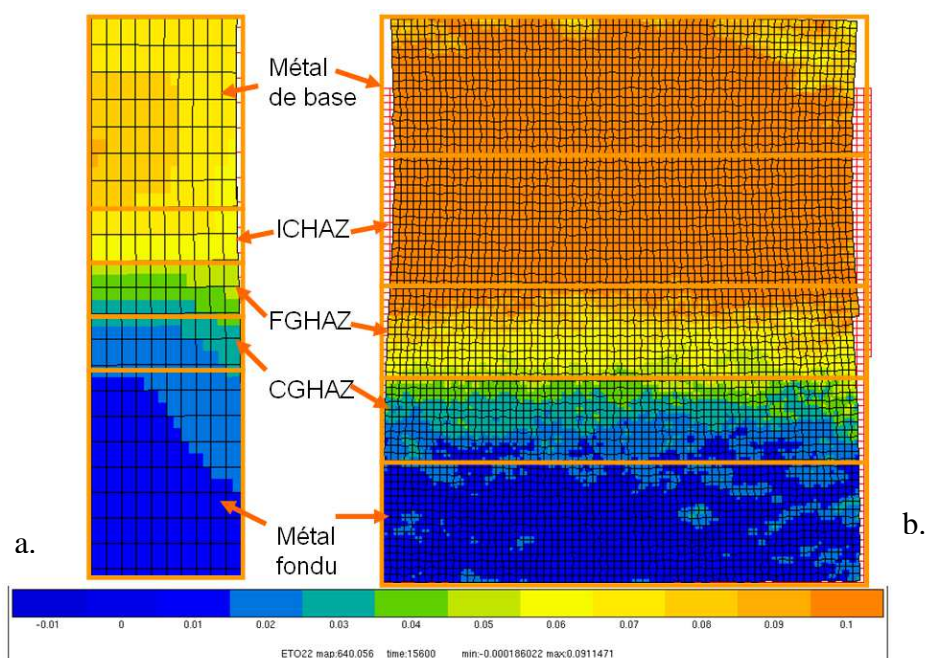
Figure 5-40 : Evolution du lieu de striction lors des essais de traction à 625°C selon la vitesse de sollicitation, Le métal de base est en rouge, l'ICHAZ en bleu, le métal de base est en gris en haut des clichés et la FGHAZ se trouve en gris en bas des clichés, (a :  $10^{-3} \text{s}^{-1}$ , b :  $10^{-4} \text{s}^{-1}$ , c : à  $10^{-5} \text{s}^{-1}$ )

La Figure 5-41 présente l'évolution de la vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte visqueuse dans le cas de la CGHAZ. Cette courbe montre l'existence d'un changement de pente aux alentours de  $10^{-6} \text{s}^{-1}$ , ce qui pourrait indiquer une modification de mécanisme de déformation due à la restauration de la microstructure.



**Figure 5-41 : Relation entre la contrainte visqueuse et la vitesse de déformation plastique pour la CGHAZ à 625°C**

On constate sur la Figure 5-42.a, qui présente le champ de déformation après calcul par éléments finis pour un essai de traction-relaxation, une localisation de la déformation dans le métal de base mais à la limite de l'ICHAZ tandis que la Figure 5-42.b, qui décrit le champ de déformation expérimental, indique une localisation de la déformation dans l'ICHAZ mais très proche du métal de base. Cette localisation dans l'ICHAZ confirme la tendance observée précédemment qui indiquait que plus la vitesse était lente et plus la localisation de la déformation se rapprochait de la ligne de fusion, La légère différence dans la zone de localisation entre ce qui est observé expérimentalement et simulé par éléments finis provient de la faible différence des paramètres  $R_0$  et  $Q_1$  des deux zones (voir Tableau 5-8).



**Figure 5-42 : Comparaison à 2,2% de déformation macroscopique entre le champ de déformation de la composante longitudinale pour un essai de traction-relaxation à 625°C (la Figure 5-42,a représente le champ simulé et la Figure 5-42,b celui expérimental)**

## CONCLUSION

*Le joint soudé rompt dans le métal de base à température ambiante et ce quelle que soit la vitesse de sollicitation. D'ailleurs dans ce domaine de température considéré la vitesse de déformation n'a que très peu d'influence sur la réponse mécanique du matériau. En revanche à 625°C, un effet visqueux intervient dans le comportement de chacune des zones du joint soudé. De plus la zone de rupture évolue en fonction de la vitesse de déformation, Plus l'essai de traction est lent et plus la zone de rupture va se trouver proche de la ZAT voire dans la ZAT pour les essais de traction-relaxation. Ainsi deux lois de comportement, pour chacune des zones microstructurales, ont été proposées (une à l'ambiante et l'autre à 625°C).*

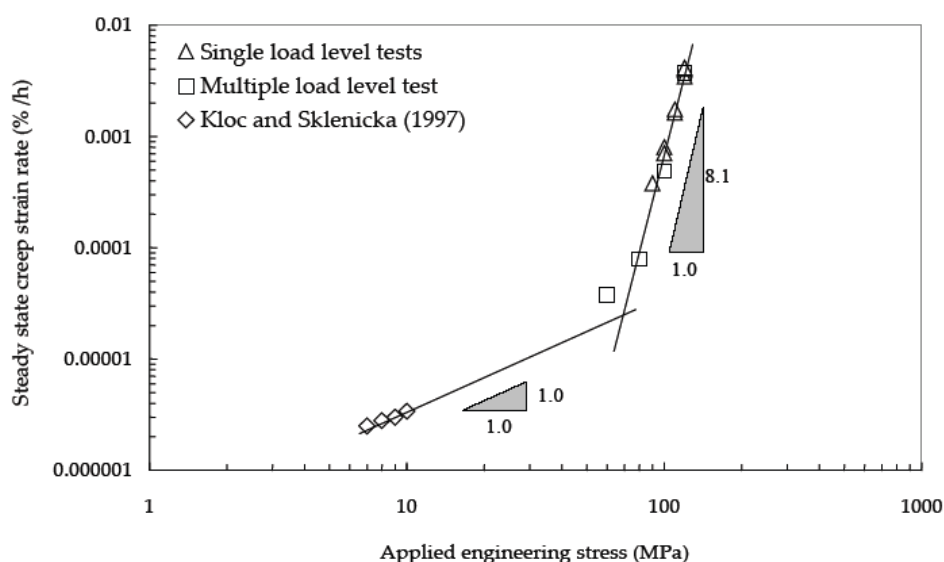
*Par la suite, la procédure d'identification des paramètres de loi de comportement a été validée. Cette dernière nécessite seulement la connaissance de la composante de déformation dans la direction de traction. Une étude paramétrique a permis de quantifier les effets de chacune des composantes sur l'évaluation de la procédure d'identification. Il a été vérifié, de plus, que le processus d'identification était insensible à l'ajout d'un bruit de mesure gaussien. Une bonne corrélation en termes de réponse mécanique existe entre les résultats expérimentaux et les courbes de traction obtenues grâce aux lois de comportement issues de ce processus d'identification.*

*Enfin, les différentes lois de comportement ont été incorporées dans un calcul par éléments finis et les champs de déformation issus de ces calculs sont comparés à ceux obtenus expérimentalement. L'adéquation est jugée bonne que ce soit en termes de valeur moyenne de déformation obtenue dans chacune des zones que de gradient de déformation le long du joint soudé. La nécessité de complexifier les lois de comportement pour les gammes de vitesses lentes à hautes température laisse supposer un changement de mécanisme, dans la déformation du joint soudé. Une analyse plus microstructurale devra être menée pour éclaircir ce point. Cette dernière sera développée dans le chapitre suivant.*

# Chapitre 6 : Etude du comportement en fluage du P91

## INTRODUCTION

Le chapitre précédent présentait le comportement de l'acier P91 en traction à la température ambiante puis à chaud. Toutefois, son application comme matériau constitutif des structures de tuyauterie dans les centrales thermiques, impose un dimensionnement plutôt de type fluage, soit une vitesse de déformation dans le régime stationnaire de l'ordre de  $10^{-8} s^{-1}$  à  $10^{-6} s^{-1}$ , ce qui correspond au domaine de traction relaxation étudié en fin de chapitre 5. Ces essais (cf Figure 5-41) ont toutefois fait apparaître le besoin d'étoffer les lois de comportement proposées afin de rendre compte des effets des faibles vitesses de sollicitations, liés probablement à des changements de mécanismes. De tels effets sont également rapportés dans la littérature [Gaffard 2005] et illustrés sur la Figure 6-1.



**Figure 6-1 : Graphique présentant le changement de mécanisme de déformation à basse contrainte [Gaffard 2005]**

Ces effets peuvent relever de phénomènes de restauration de la microstructure du fait des temps longs et de la température assez élevée, de modification des mécanismes de plasticité associés aux mouvements des dislocations, de l'apparition de mécanismes associés aux phénomènes de diffusion. Autrement dit, des mécanismes qui font intervenir des relations fortes entre la microstructure et son évolution, notamment des interactions entre joints de grains et mécanismes responsables de la plasticité. Comme illustration, nous pouvons citer la mise en évidence de glissement au joint de grains dans le cas d'alliages base nickel sollicités en fluage à haute température ( $750^{\circ}C$ ) sous 550 MPa (cf, [Soula 2008], Figure 6-2).

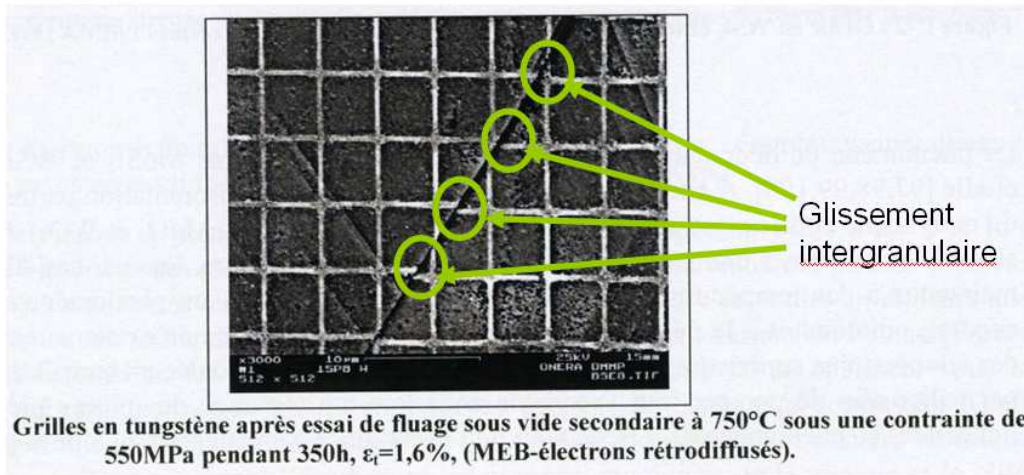


Figure 6-2 : Mise en évidence du glissement intergranulaire observé sur des alliages base Nickel [Soula 2008]

La Figure 6-3 représente la simulation numérique, réalisée à l'aide des lois de comportement identifiées à la fin du chapitre 5, de la réponse du joint soudé pour une sollicitation de type fluage (contrainte imposée de 100MPa) à 625°C pour un taux de déformation macroscopique de 1,5% mesuré sur le cordon. La réponse expérimentale obtenue sur un joint de P91 sollicité sous vide dans les mêmes conditions est représentée sur la Figure 6-4. Le champ de déformation présenté sur la Figure 6-4 a été obtenu grâce à une filiation de dureté le long du joint soudé avec un pas de 200µm. Par la suite pour mesurer les déformations, on utilise la distance entre les marques d'indentation. L'incertitude de mesure (entre parenthèses sur la Figure 6-4) est calculée en supposant une erreur valant le quart de la dimension de l'empreinte de dureté divisé par la distance entre les indentations étudiées.

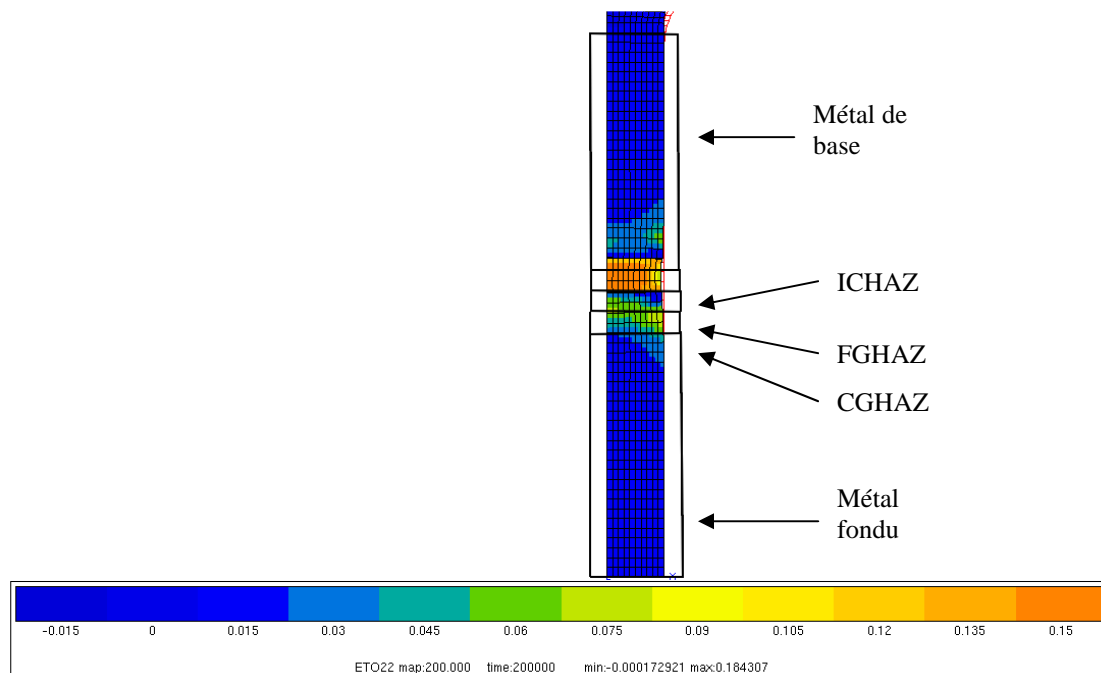


Figure 6-3: Champ de déformation à 1,5% de déformation macroscopique après un essai de fluage à 100MPa

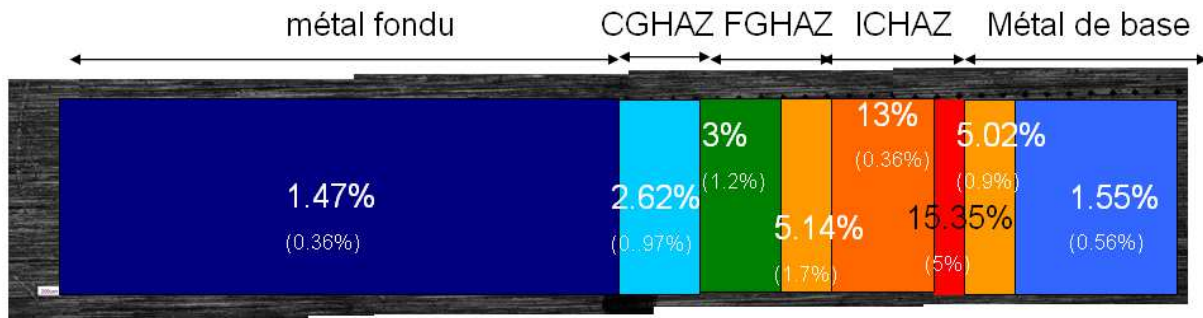


Figure 6-4 : Représentation du champ de déformation longitudinale mesurée sur un cordon de soudure sollicité en fluage sous vide à 625°C sous 100MPa, Déformation totale = 1,5%

La comparaison de ces deux résultats montre que même si la zone de localisation de la déformation semble être bien reproduite par le calcul, avec une forte localisation dans l'ICHAZ, les valeurs du champ de déformation obtenues par simulation ne sont pas suffisamment précises au regard du retour expérimental. Ceci peut s'expliquer par le fait que les lois de comportement utilisées pour la simulation ne peuvent rendre compte, car pas identifiées aux bonnes échelles, des mécanismes physiques, responsables de la déformation du matériau, notamment les mécanismes interagissant avec les joints de grains.

C'est pourquoi, nous avons donc décidé d'étendre la méthodologie développée dans les précédents chapitres à l'étude ambitieuse de l'interaction des mécanismes de plasticité avec les joints de grains. Nous utiliserons donc des lois de comportement de type cristallines appliquées à une microstructure se voulant être réaliste et représentative du matériau étudié. De plus, afin de reproduire l'effet du glissement aux joints de grains, mécanisme souvent évoqué lors du fluage à chaud de structures à petits grains, nous introduirons une étude sur la modélisation du glissement aux joints grâce à l'utilisation d'éléments cohésifs.

Mais, tout d'abord, nous commencerons par la description des notions de base qui concernent le fluage (cf. Annexe B) ainsi que ses mécanismes de déformations, puis la technique de mesure du champ utilisée pour caractériser le comportement à l'échelle de la microstructure sera décrite.

## **SOMMAIRE :**

<b>1. LE FLUAGE .....</b>	<b>111</b>
1.1. Une microstructure adaptée pour résister au fluage.....	111
1.2. Etude des propriétés mécaniques du matériau en fluage .....	112
<b>2. NOS CONDITIONS EXPERIMENTALES .....</b>	<b>112</b>
2.1. Le dispositif expérimental .....	112
2.2. Les conditions d'essais choisis .....	115
<b>3. DEPOUILLEMENT MACROSCOPIQUE .....</b>	<b>115</b>
<b>4. LES MECANISMES D'OXYDATION.....</b>	<b>117</b>
<b>5. LES MECANISMES DE RUPTURE EN FLUAGE .....</b>	<b>118</b>
5.1. Rupture intergranulaire dans la zone soudée .....	118
5.2. Etude des hétérogénéités de déformation à l'échelle microstructurale .....	120

5.2.1. Microextensométrie appliquée aux essais de fluage. ....	120
5.2.1.1 Fabrication de grilles .....	120
5.2.1.2 la forme du motif.....	122
5.2.1.3 Le pas de la grille et l'épaisseur des traits de la grille.....	124
5.2.1.4 Choix du matériau constitutif de la grille.....	124
5.2.1.5 Contrôle de l'atmosphère .....	125
5.2.1.6. Le tungstène comme matériau de revêtement .....	129
5.2.1.7. Réalisation d'une couche protectrice .....	131
5.2.2. Essai de fluage à fort niveau de contrainte (100MPa).....	132
5.2.3. Essai de fluage à faible niveau de contrainte (60MPa) .....	134
<b>6. ETUDE PAR SIMULATION NUMERIQUE DU GLISSEMENT AUX JOINTS DE</b>	
<b>GRAINS .....</b>	<b>137</b>
6.1. <i>Présentation générale des éléments cohésifs</i> .....	137
6.2. <i>Loi cohésive utilisée</i> .....	142
6.3. <i>Choix du modèle cristallin</i> .....	144
<b>7. VALIDATION SUR UNE STRUCTURE TEST DES LOIS DE COMPORTEMENTS</b>	
<b>CHOISIES .....</b>	<b>146</b>
7.1. <i>Description du maillage</i> .....	147
7.2. <i>Description des conditions aux limites</i> .....	147
7.3. <i>Simulations sans éléments cohésifs</i> .....	147
7.4. <i>Simulation avec utilisation d'éléments cohésifs</i> .....	156
<b>CONCLUSION .....</b>	<b>171</b>

---

## 1. Le Fluage [cf Annexe B]

En général, pendant la phase de fluage à haute température, la microstructure des aciers a tendance à évoluer, avec d'une part une croissance de grains et une densité de dislocations qui diminue, et d'autre part une évolution de la précipitation et des phases dans le matériau. Un acier résistera d'autant mieux à un essai de fluage de longue durée qu'il peut maintenir une taille de grains petite et une densité de dislocations élevée [Eggeler 1994]. Il faut donc retarder la migration des dislocations et des joints de sous grains, La stabilité de la microstructure dépend du matériau considéré.

### 1.1. Une microstructure adaptée pour résister au fluage

Ennis [Ennis 1997] a étudié différents cycles thermiques appliqués au P91. Il s'est notamment intéressé aux effets de la température d'austénitisation (entre 970°C et 1145°C) sur la taille des grains d'austénite et aux effets de la température de revenu (entre 715°C et 835°C) sur la densité de dislocations et la quantité de martensite résiduelle. En effet, avec 9% de chrome, pour obtenir une microstructure totalement martensitique à température ambiante, ce qui est recherché en termes de propriétés mécaniques associées, il faut réaliser un traitement thermique d'austénitisation à 1050°C suivi d'un refroidissement à l'air puis d'un maintien à 750°C pendant 2 heures. Au-delà de 9%, de chrome, il existe un risque d'obtenir une microstructure austéno-ferritique voire totalement ferritique à partir d'une teneur de 15%. De plus, la vitesse de fluage à 600°C sous 120MPa est 10 000 fois plus rapide avec une structure austénitique qu'avec une structure martensitique [Ennis 1997]. On remarque d'ailleurs que le P91 avec une structure ferritique présente une résistance au fluage plus faible que le P91 à microstructure martensitique [Ennis 1997]. En effet, la structure initiale martensitique permet la formation d'une structure à sous-grains stables avec la formation de lattes, blocs et paquets de martensites. Abe et al. [Abe 2007] ont montré que la résistance en fluage de l'acier P91 était inversement proportionnelle à la largeur des lattes de martensite et par conséquent à la taille des sous grains ce qui est confirmé par Eggeler [Eggeler 1994]. La résistance au fluage est également améliorée quand la taille de grains (dans notre cas, anciens grains austénitiques) est grande [Murry, technique de l'ingénieur]. La morphologie des joints de grains peut être aussi un facteur important d'amélioration de la tenue au fluage. Si les joints de grains sont dentelés, il y a moins de concentration de contraintes aux points triples et ceci assurent alors une homogénéisation de la déformation. Cette configuration est également favorable car elle diminue le glissement intergranulaire. L'état structural du matériau joue donc un rôle dans sa résistance au fluage à basse température (<250°C) et pour des essais relativement courts (<10 000h) [Murry, technique de l'ingénieur]. De plus, la transformation martensitique entraîne une augmentation de la densité de dislocations, ces dernières interagissent avec les précipités, aboutissant à une stabilisation mutuelle des réseaux, dislocations/précipités assurant ainsi une meilleure tenue au fluage [Murry, technique de l'ingénieur]. En particulier à haute température (>1100°C) et pour des durées longues (>10 000h), car l'état structural a alors peu d'importance ; c'est la taille et la répartition des précipités qui ont un rôle prépondérant [Murry, technique de l'ingénieur].

Enfin, les aciers martensitiques du fait de leur faible coefficient de dilatation thermique et de leur forte conductivité thermique sont préférés aux aciers austénitiques.



## 1.2. Etude des propriétés mécaniques du matériau en fluage

Ennis [Ennis 1997] a effectué des essais de fluage sur ce type de matériau. Il a utilisé une loi de Norton  $\dot{\epsilon}_s = k * \sigma^n$  pour identifier le comportement. Il a trouvé pour les essais, réalisés à forte contrainte, un exposant n égal à 16, ce qui semble indiquer que le mécanisme de déformation correspondrait à de la montée de dislocations et pour ceux réalisés à faible contrainte, il identifie un exposant n égal à 6, ce qui impliquerait un changement de mécanisme de déformation. Ceci est confirmé par les résultats de Gaffard [Gaffard 2005] obtenus sur un matériau similaire et dans la même gamme de température. Lorsque la contrainte est inférieure à 70MPa, c'est le fluage diffusion qui gouvernerait le comportement de l'acier ; tandis qu'au dessus de 70MPa les mécanismes de déformations concernés seraient la montée ou le glissement dévié de dislocations. Pour Kloc [Kloc 2004], cette limite se situe autour de 90MPa. D'après Ennis [Ennis 1997], la baisse de l'exposant de Norton s'explique à la fois par la diminution de la densité de dislocations dans les sous-grains, la coalescence des précipités  $M_{23}C_6$  et MX et la formation de la phase de Laves.

En fluage sur structure soudée en P91, la rupture intervient dans l'ICHAZ. Elle est due soit à une décohésion entre les différents précipités ou carbures et la matrice soit à l'apparition de cavités au niveau des joints de grains [Hyde 2006]. La dispersion des particules de MX dans les sous grains semble donc être un point critique de la résistance du P91 au fluage, le bore jouant un rôle important dans ce cas [Abe 2007]. En effet, le bore influence la nucléation des particules MX et il pourrait ainsi améliorer les propriétés du matériau dans le fluage de longue durée [Abe 2004]. Lundin [Lundin 1995] pense que des petits MX apparaissent sur les dislocations et sont dissouts pendant le fluage. Le bore prendrait part à ce mécanisme en étant ségrégré au niveau des dislocations. En outre, le fort taux de tungstène confère à l'acier P91 une forte résistance au fluage car il stabilise la phase de Laves.

## 2. Nos conditions expérimentales

### 2.1. Le dispositif expérimental

Malgré ses bonnes propriétés vis-à-vis de la résistance à l'oxydation, les essais de fluage à chaud sur l'acier P91 doivent être pratiqués sous atmosphère inerte voire sous vide afin de préserver l'intégrité du matériau. Nous avons donc opté pour des essais sous vide secondaire, qui malgré nos précautions, ont été décevants et nous ont réservé quelques surprises en terme de qualité de l'état de surface.

Le dispositif expérimental utilisé pour réaliser ces essais de fluage a été développé au Centre des Matériaux, Mines ParisTech au cours des travaux de Fréchet [Fréchet 2001], puis de Kaddour [Kaddour 2004] (Figure 6-5). Il permet, d'effectuer sous atmosphère protectrice (vide secondaire ou gaz neutre), des essais dilatométriques et mécaniques en contrôle de charge axiale, à haute température jusqu'à 1000°C, sur diverses géométries d'éprouvettes :

- des éprouvettes tubulaires (travaux de Fréchet [Fréchet 2001], Kaddour [Kaddour 2004])
- des éprouvettes plates (Trégot [Trégot 2011] dont la géométrie est représentée sur la Figure 6-6.

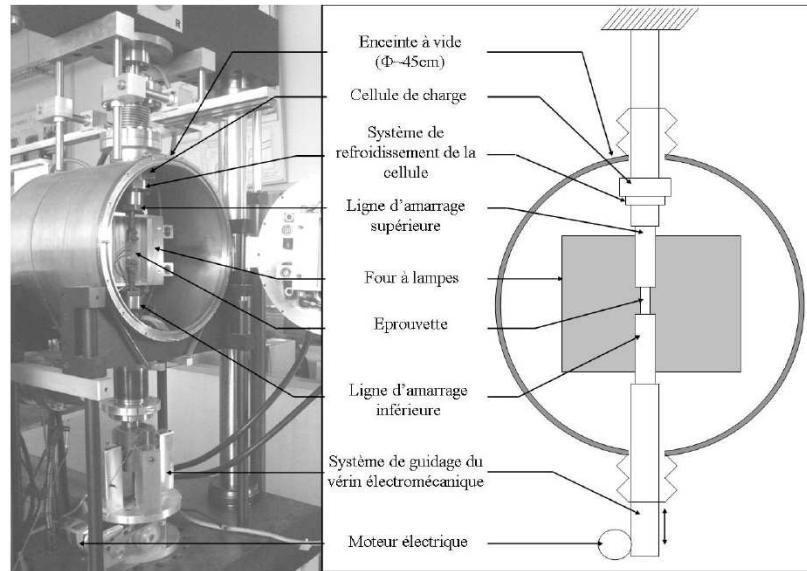


Figure 6-5 - Dispositif expérimental de fluage axial à haute température sous vide secondaire

Figure 6-5 : photographie de la machine utilisée pour les essais de fluage [Trégot 2011]

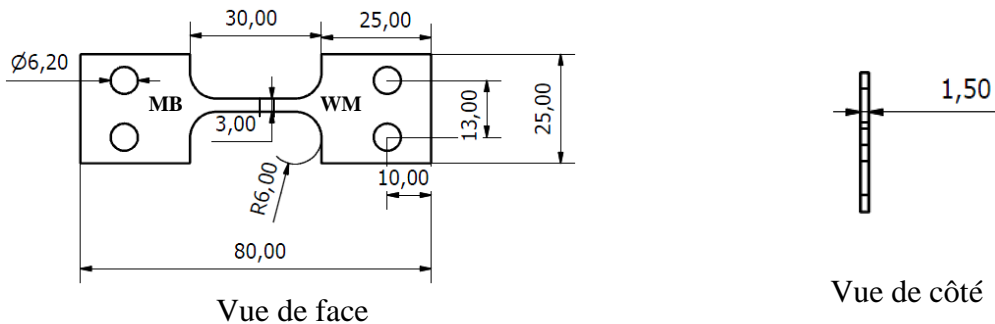


Figure 6-6 : Schéma de la géométrie d'éprouvette utilisée au cours de cette étude (avec indication de la position du MB (métal de base) et du WM (métal fondu))

Le système de pompage est composé d'une pompe primaire à palette et d'une pompe secondaire turbomoléculaire qui permet d'obtenir un vide poussé de l'ordre de  $10^{-6}$  mbar.

Le gradient thermique à l'intérieur de l'enceinte a été estimé et qualifié successivement par Fréchet [Fréchet 2001], Kaddour [Kaddour 2004], et Trégot [Trégot 2011] pour les différentes géométries d'éprouvettes. Ce dernier est inférieur à  $5^{\circ}\text{C}$  sur 18 mm, soit la longueur utile de l'éprouvette. La mesure de température est effectuée grâce à un thermocouple platine/platine rhodié soudé sur la partie utile de l'éprouvette (Figure 6-7).

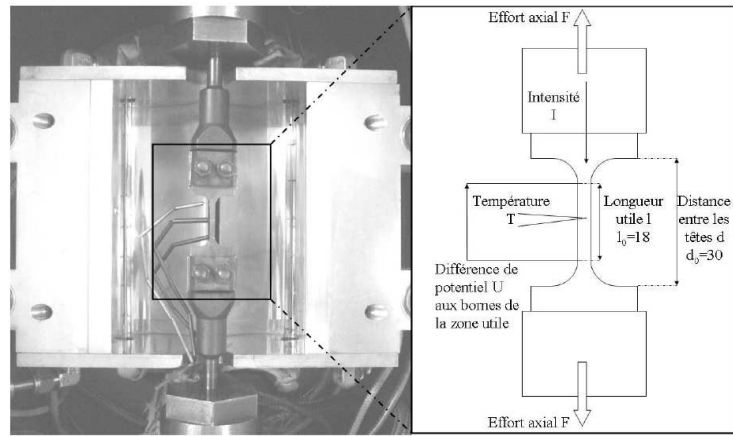


Figure 6-7 : Montage expérimental des éprouvettes de fluage

**Figure 6-7 : instrumentation d'une éprouvette [Trégot 2011]**

La mesure extensométrique macroscopique est assurée par une nappe laser, calibrée, pour la géométrie plate, sur la distance entre les congés de l'éprouvette. Son fonctionnement est précisé sur la Figure 6-8.

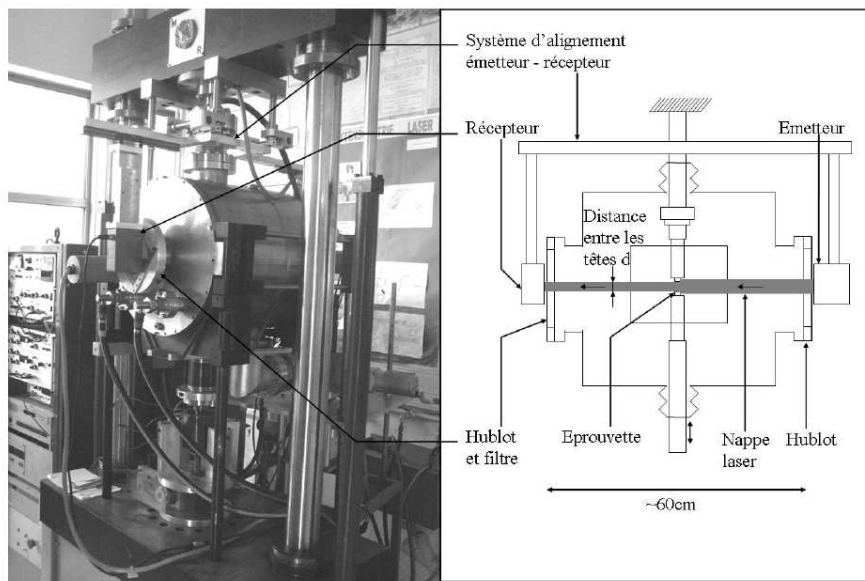


Figure 6-8 : Positionnement de l'extensomètre laser de part et d'autre de la machine de fluage

**Figure 6-8 : schéma explicatif de la mesure de déformation macroscopique par laser**

L'alignement de l'ensemble du dispositif est assuré lors de la configuration de la machine, au moyen d'un pot de métal à bas point de fusion (57,2 % Bi, 24,8 %In, 18 % Sn) assurant la liaison de la ligne d'amarrage avec le bâti (Figure 6-5).

## 2.2. Les conditions d'essais choisis

La géométrie utilisée sera plate afin de pouvoir effectuer des mesures de champs en relation avec la microstructure. Les échantillons sont centrés sur le joint soudé et prélevés parallèlement à ce dernier de sorte que la ZAT (Zone Affectée Thermiquement) soit située au centre de l'éprouvette (cf. Figure 6-6).

L'objectif affiché de ces essais est de quantifier l'importance du glissement intergranulaire vis-à-vis du glissement intragranulaire en fonction du niveau de contrainte imposé. Pour cela une comparaison des champs de déformation obtenus au cours des essais de fluage pour les différents niveaux de contrainte, sera effectuée. Les conditions d'essais sont choisies à partir de la Figure 6-1 [Gaffard 2005] qui met en évidence un changement de régime entre le régime de fluage dislocation et le régime de fluage diffusion. Cette transition se situe aux alentours de 70 MPa pour une température de 625°C. Les conditions d'essais retenues sont donc d'une température de 625°C sous une contrainte axiale de 100MPa et 60MPa, respectivement.

La procédure décrivant les opérations associées à un essai de fluage se décompose de la manière suivante :

- Mise sous vide de l'enceinte jusqu'à atteindre un niveau de vide de quelques  $10^{-6}$  mbar.
- Mise en température du four (625°C) avec une régulation à charge nulle afin de rattraper les effets dus à la dilatation thermique des éléments.
- Maintien de 5 minutes afin de stabiliser le gradient thermique à l'intérieur de l'enceinte.
- Mise en charge à une vitesse de 3MPa par seconde.
- Acquisition des données macroscopiques associées à l'essai (force, déplacement, déformation, température au cours du temps).
- Arrêt de l'essai lorsque la déformation macroscopique atteint la valeur de 1,5%.
- Arrêt du four, la charge étant maintenue constante (chute de la température).
- Retour au 0 de charge.
- Mise sous air lorsque la température est de l'ordre de la température ambiante.

## 3. Dépouillement macroscopique

Les Figures 6-9 et 6-10 regroupent les résultats obtenus sur des essais de fluage effectués lors de ce travail et comparés à ceux obtenus par Gaffard [Gaffard 2005]. Tout d'abord, nous remarquons que les courbes présentent un stade primaire assez marqué, suivi d'un stade secondaire (zone où la vitesse de fluage est constante) très court. Ce stade est d'autant plus court que les essais sont réalisés sous vide. Le stade tertiaire est, quand à lui, d'autant plus marqué que l'essai est court (Figures 6-9 et 6-10). Ces différentes observations sur l'allure des courbes confirment les analyses de Vivier [Vivier 2009] et Gaffard [Gaffard 2005]. Toutefois, le lieu de rupture, pour tous les essais réalisés, que ce soit sous air ou sous vide, est l'ICHAZ, ceci confirme, une nouvelle fois, les résultats de Gaffard [Gaffard 2005] et ceux de Watanabe [Watanabe 2006].

Toutefois, le fait d'obtenir, pour de mêmes conditions de sollicitation (même contrainte, même température), des vitesses de fluage secondaire sous vide plus rapides que sous air,

semble être contradictoire avec ce qui est généralement admis dans la littérature [de Oliveira Bueno 2008]. Cependant, les vitesses de fluage secondaire sont cohérentes avec les temps à rupture mesurés expérimentalement. En effet l'ensemble des résultats vérifie la relation de Monkman-Grant comme présenté sur la Figure 6-11.

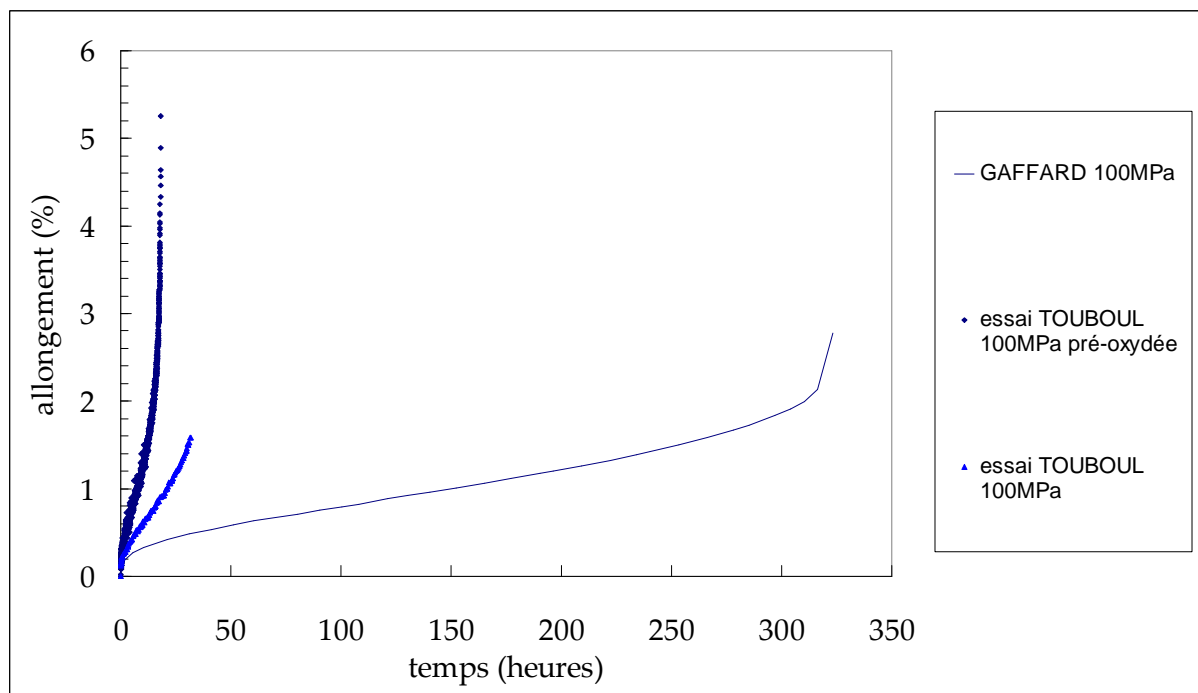


Figure 6-9 : Essais de fluage réalisés à 625°C sous air et sous vide sous 100MPa sur des éprouvettes comportant un joint soudé [l'essai de Gaffard est réalisé sous air tandis que les essais de cette étude sont obtenus sous vide]

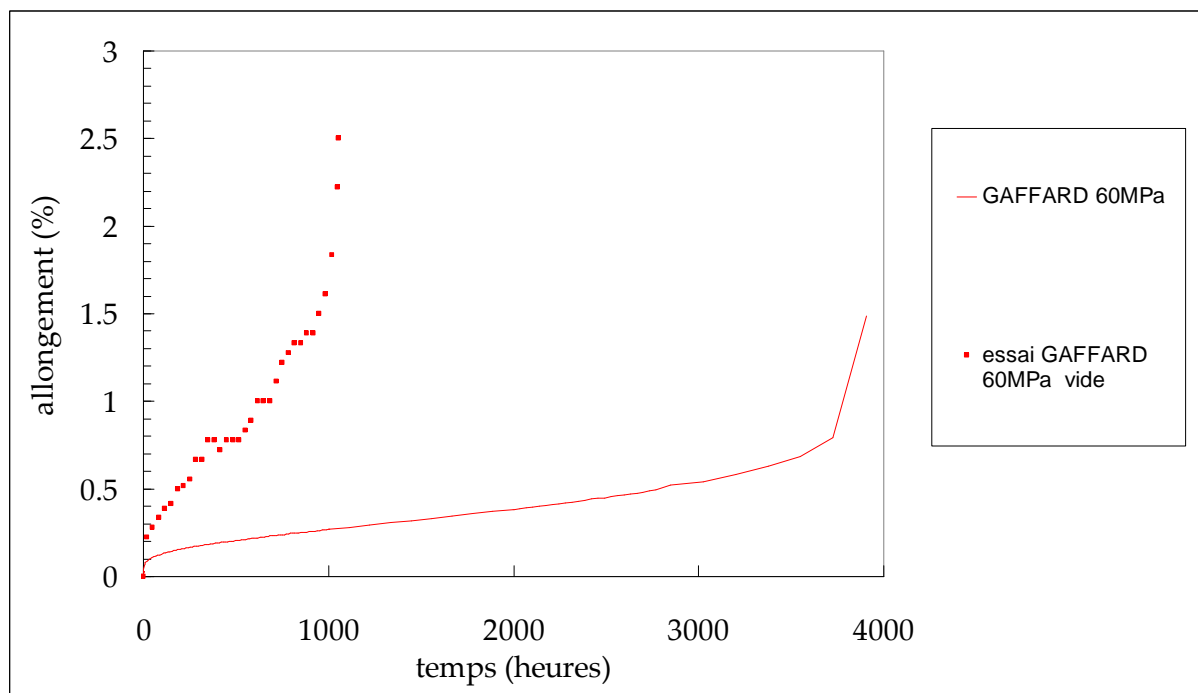


Figure 6-10 : Essais de fluage réalisés par Gaffard [Gaffard 2004] à 625°C sous air et sous vide à sous 60MPa sur des éprouvettes comportant un joint soudé

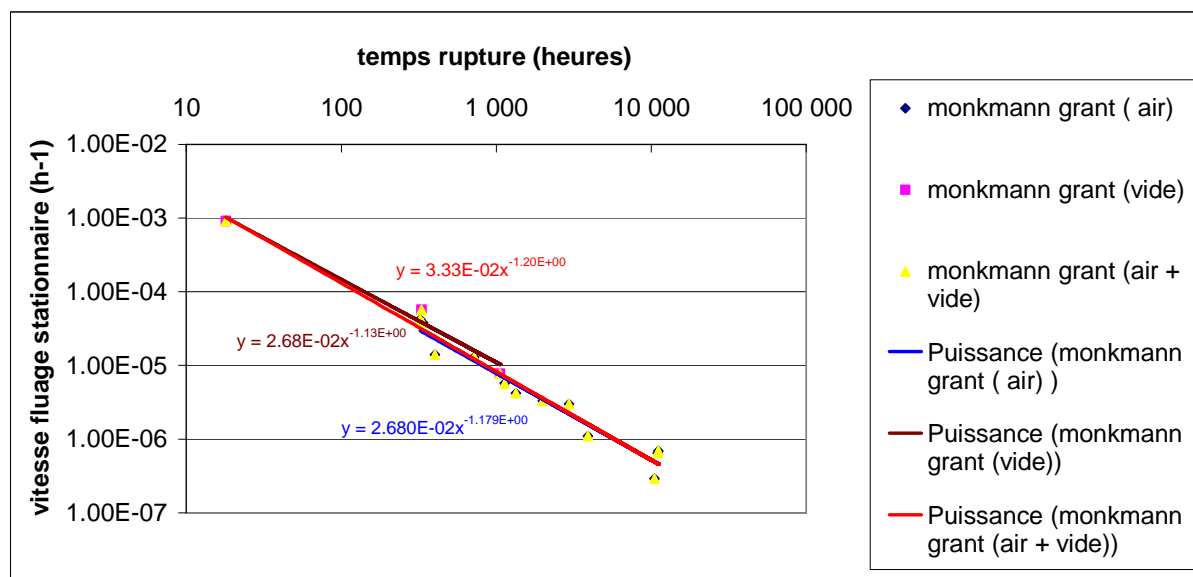


Figure 6-11 : Graphique de Monkman-Grant appliqué à l'acier P91

On peut ainsi conclure que l'oxydation (la contrainte à rupture des essais sous vide est réajustée en prenant en compte l'épaisseur de la couche d'oxyde grâce à une section efficace de l'éprouvette) ne semble pas avoir d'influence sur les paramètres de la loi de Monkman-Grant pour le cas de l'acier P91. Il n'y a donc pas de modification du comportement du matériau, seule l'évolution de la vitesse de fluage secondaire reste difficilement interprétable et nécessiterait des investigations plus poussées en termes de caractérisation des couches d'oxydes formées, de leur nature, de leur stabilité, etc... que nous ne sommes pas en mesure de pratiquer. Toutefois, nous avons réalisé une petite étude bibliographique afin d'évoquer le scénario de développement de la couche d'oxyde.

#### 4. Les mécanismes d'oxydation

L'initiation de l'oxydation de l'acier P91 a été étudiée par [Tökei 2000]. Elle débute par l'apparition d'une couche riche en chrome en surface provenant des joints de grains et des lattes de martensites [Cho 2001], ce qui explique sa répartition initiale non homogène [Grabke 2004], avec des zones plus riches en chrome et d'autres en fer. Dans un domaine de pression entre  $10^{-5}$  et  $10^{-7}$  mbar on peut aussi trouver une zone enrichie en silicium, faiblement oxydée [Grabke 2004], [Tökei 2000] rapporte aussi la présence de phosphore et d'azote sur la surface. D'après lui, si le silicium s'oxyde rapidement, la formation d'une couche riche en chrome serait retardée du fait de sa faible diffusivité dans la silice à l'inverse la présence de nitrure de chrome facilite la formation d'oxyde de chrome. Puis, il se forme une couche protectrice composée sur sa partie externe de  $Fe_2O_3$  et de  $Fe_3O_4$  [Trindade 2010] avec en zone interne une strate de spinelle de chrome  $(Fe,Mn,Cr)_3O_4$  [Mikkelsen 2003], et une zone de  $Cr_2O_3$  [Trindade 2010, Danielewski 2005] en contact avec le matériau sein. La présence de cette couche d'oxyde peut avoir un effet bénéfique en protégeant le matériau de la corrosion mais elle le rend plus sensible à la fissuration, car cette couche d'oxyde est plus fragile [Kurzydowski 1997].

La stabilité de cette couche d'oxyde peut évoluer selon la préparation de l'éprouvette. Selon [Grabke 2004], s'il existe une forte déformation de surface due à un procédé de sablage, la

couche riche en chrome et manganèse sera plus épaisse que dans le cas d'une éprouvette polie, ceci augmenterait la stabilité de la couche d'oxyde [Grabke 2004].

Au sein d'un joint soudé, la taille de la couche d'oxyde peut évoluer en fonction de la zone. En effet, d'après [Al-Mazouee 2005], dans le cas d'un matériau à 9%Cr, la zone où la couche d'oxyde est la plus importante est le métal fondu. Elle est moins protectrice dans la ZAT à cause de la diffusion plus facile des ions oxygènes dans cette zone [Al-Mazouee 2005].

La vitesse d'oxydation varie également avec la température. Généralement plus la température est élevée, plus l'oxydation est rapide. Mais dans le cas de l'acier P91, il y a une diminution de la vitesse d'oxydation entre 600°C et 700°C due à une phase de transition entre une oxydation générale entre 500°C et 600°C et une oxydation sélective au dessus de 700°C [Khanna 1986].

La composition et la morphologie de l'oxyde peut également évoluer selon le niveau de vide dans lequel l'essai est effectuée. En effet à partir d'un certain niveau de vide on passe d'une couche d'oxyde riche en fer à une couche d'oxyde riche en chrome [Cho 1999, Cho 2001]. Par exemple ce niveau critique de vide est de  $6,6 \cdot 10^{-7}$  mbar à 550°C tandis qu'il est de  $1,33 \cdot 10^{-8}$  mbar à 450°C [Cho 2001]. Cette différence s'explique par la diffusion du chrome au sein du matériau pendant l'oxydation sous vide [Cho 2001]. Ainsi ce changement de nature de couche d'oxyde pourrait expliquer la différence de durée de vie entre les essais sous air et sous vide réalisés sur l'acier P91 dans cette étude.

Enfin, la phase d'oxydation peut se terminer par l'« oxydation catastrophique » où il apparaît des fissures dans la couche d'oxyde de chrome causée par un mécanisme de croissance du chrome dans l'oxyde de chrome [Mikkelsen 2003]. Ceci provoque l'apparition de zones de compression qui donnent naissance à des fissures. Si la fissure est assez profonde, elle peut atteindre le matériau de base conduisant à son oxydation. Or le chrome ayant diffusé vers la surface, sa concentration n'est alors plus suffisante pour assurer la protection du matériau sein en pointe de fissure. Il se forme alors une couche d'oxyde de fer. Cette « oxydation catastrophique » ne se produit qu'après des temps d'oxydation longs par exemple au bout de 1000 heures à 600°C [Khanna 1986] conduisant alors à l'obtention d'une couche d'oxyde poreuse [Mathiazhagan 2004].

## **5. les mécanismes de rupture en fluage**

Gaffard [Gaffard 2005] a analysé les mécanismes de rupture de l'acier P91 au niveau du métal de base et du cordon de soudure. Nous rappelons que les ruptures associées à la zone affectée thermiquement sont appelées ruptures de type IV (cf. explication au chapitre 2 de ce manuscrit). Nous synthétisons ici les principaux résultats relatifs à l'analyse de la zone soudée.

### **5.1. Rupture intergranulaire dans la zone soudée**

Les ruptures intergranulaires sont beaucoup plus présentes dans la zone soudée que dans le métal de base. La rupture a lieu dans l'ICHAZ (microstructure à grains fins équiaxées) précédée d'une striction dans cette même zone comme on peut le voir sur la Figure 6-12.

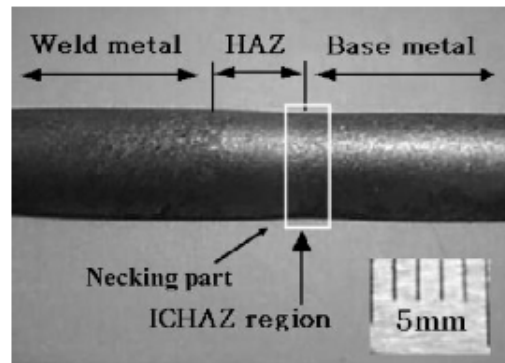


Figure 6-12 : striction dans l'ICHAZ [Kim 2008]

Dans les autres zones de la soudure, seules quelques cavités sont recensées. La naissance des cavités a lieu à l'interface entre la matrice et les précipités (Figure 6-13) (tels que la phase Z, les phases de Laves ou les particules  $M_{23}C_6$ ) [Oñoro 2006] et aux joints de grains et tout particulièrement aux points triples. Les cavités naissent également à partir des gros carbures de la microstructure initiale ou sur des particules de phase de Laves  $((Fe,Cr)_2Mo)$  qui se forment pendant le fluage. Les cavités ont alors une forme plus allongée dans la zone soudée que dans le métal de base.

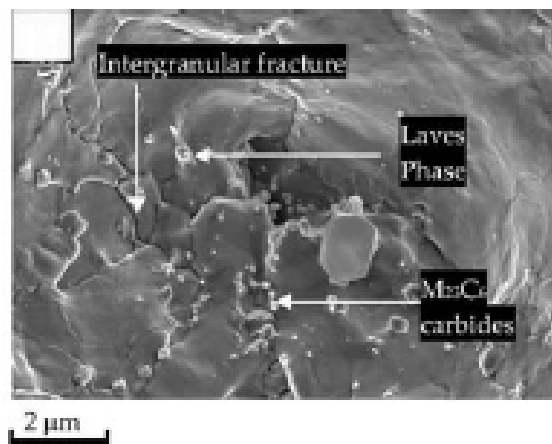


Figure 6-13 Faciès de rupture en fluage dans l'ICHAZ, essai de fluage à 625°C sous 60 MPa [Gaffard 2005]

D'après [Masuyama 2000], les ruptures dans la ZAT apparaissent à partir de 660°C pour des contraintes en dessous de 125MPa. Il en conclut que les ruptures dans la ZAT ont lieu à haute température et faible contrainte. Les ruptures sont alors dues à des germinations de cavités [Hyde 2006], le mécanisme principal est alors le fluage dislocation. De plus les phases Z apparaissent, grossissent et provoquent la dissolution des précipités MX, qui jouaient un rôle d'obstacle aux mouvements des dislocations. Cette diminution du nombre de particules MX provoque une chute de résistance en fluage [Maile 2007]. La précipitation de ces phases Z ainsi que des phases de Laves proches des anciens joint de grains austénitiques provoquent une baisse de la résistance au fluage [Kimura 2005].



La Figure 6-14 résume les mécanismes qui se déroulent durant une rupture intergranulaire.

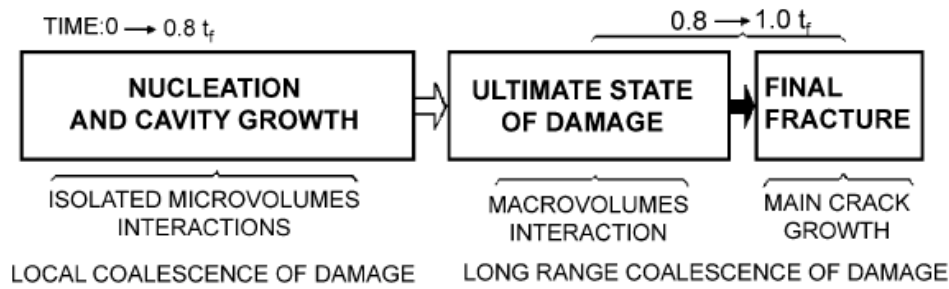


Figure 6-14 Mécanisme d'endommagement intergranulaire d'après [Sklenička, 2003]

## 5.2. Etude des hétérogénéités de déformation à l'échelle microstructurale

### 5.2.1. Microextensométrie appliquée aux essais de fluage

#### 5.2.1.1 Fabrication de grilles [Allais 1994, Carbonneau 1997, Doumalin 2000, Bornert 2008, Badulescu 2009]

L'intérêt étant d'observer la localisation de la déformation au niveau des joints de grains, un mouchetis réalisé à l'aide de bombe aérosol voire même d'aérographe est trop grossier pour observer ces mécanismes. De plus, ce type de marquage masquant la surface de l'échantillon, la corrélation entre la microstructure et les mécanismes devient difficile. D'où l'intérêt porté aux microgrilles, marquages périodiques constitués de barreaux continus qui permettent de mettre en évidence un cisaillement local (cf. Figure 6-2) Cette méthode de fabrication est basée sur la technique de microlithographie.

La première étape consiste à déposer une couche de résine sur le matériau à étudier. Pour cela on dépose une goutte de solution concentrée à 5% de PMMA (polyméthylméthacrylate) sur le substrat. On fait ensuite tourner l'échantillon que l'on souhaite étudier dans une centrifugeuse pendant environ 1 minute 30 afin que le dépôt de résine soit homogène et uniformément réparti puis on le place dans un four à 140°C pendant 30 minutes. La technique de lithographie consiste à réaliser un masque permettant de protéger certaines zones de l'échantillon et d'en exposer d'autres (pour déposer les barreaux de la future grille). Le PMMA est une résine électro-sensible, c'est-à-dire que le passage d'un faisceau d'électrons d'une certaine quantité d'énergie, permet de diminuer localement le poids moléculaire des chaînes de PMMA irradiées par le faisceau. Quand cette opération est suivie d'une dissolution sélective (seules les chaînes polymériques de plus bas poids moléculaires sont dissoutes), le substrat est alors mis à nu. L'opération suivante consiste alors à recouvrir la surface de l'échantillon d'une couche homogène d'ions métalliques (généralement or, nickel, palladium, etc...) afin de garantir un bon contraste de niveau de gris entre la grille et le substrat puis à dissoudre la résine restante, opération qui entraîne la disparition de la couche métallique déposée sur la résine. Il ne reste plus que le motif désiré. Le schéma représenté sur la Figure 6-15 résume les différentes opérations nécessaires à la réalisation d'une microgrille

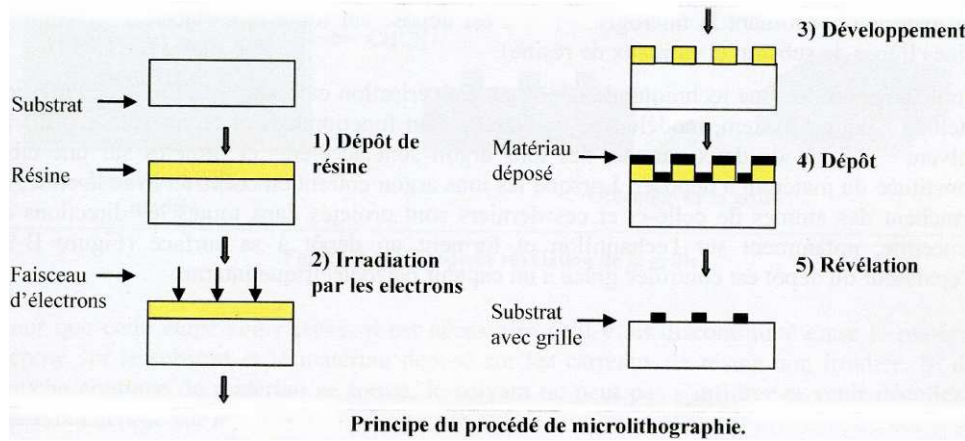


Figure 6-15 : Principe de fabrication d'une grille déposée [Allais 1995]

Une variante de ce type de grille, concerne la réalisation d'une grille gravée et non plus déposée. La Figure 6-16 illustre les différentes étapes de fabrication

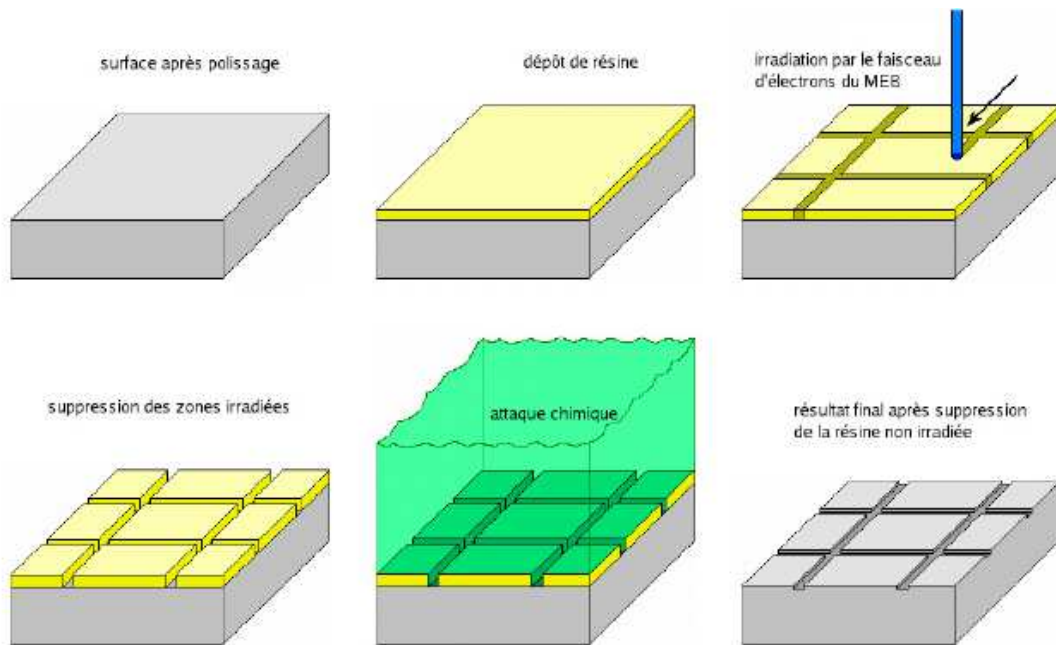


Figure 6-16 : Principe de fabrication d'une grille gravée [Rupin 2007]

L'acier P91 présentant une microstructure complexe, comme nous l'avons vu au chapitre 3, notamment vis-à-vis de la présence de nombreux joints de grains, la gravure d'une grille ne permet pas l'obtention au final d'un contraste suffisant pour discerner les barreaux de la microstructure rendant cette technique difficilement utilisable. La Figure 6-17a représente une grille d'un pas de  $4 \mu\text{m}$ , gravée par attaque Villela et déposée sur l'acier P91. Cet état, dit de référence, semble déjà peu adapté à la corrélation d'images, car l'histogramme des niveaux de gris (Figure 6-17b) est trop peu étalé (cf. chapitre 4 et Annexe A).

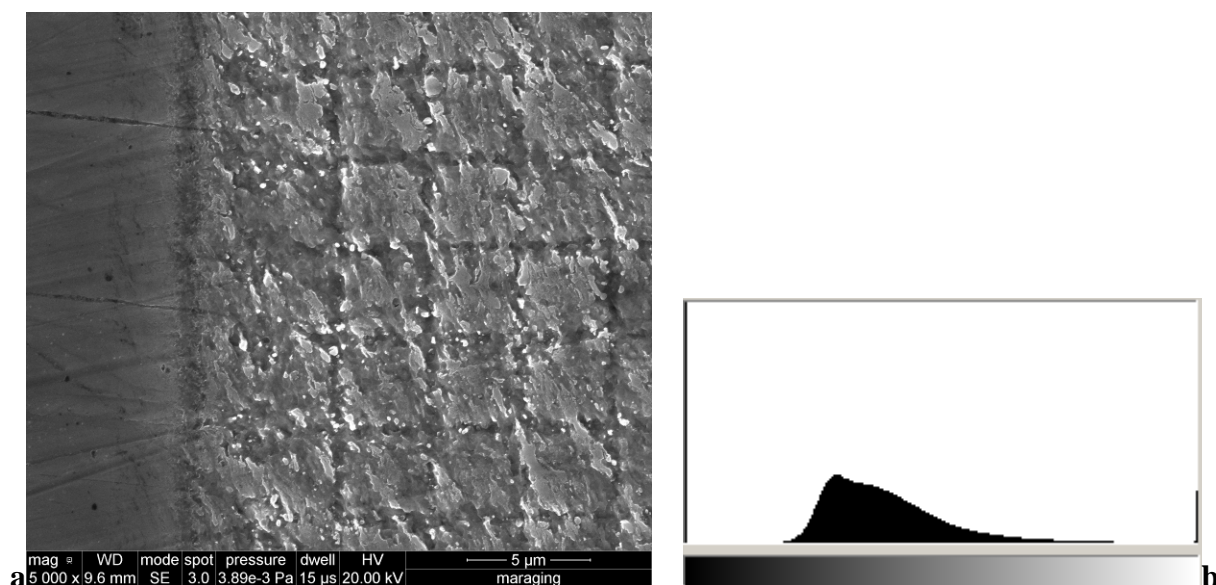


Figure 6-17 : a. grille gravée (attaque chimique : VILLELA) ; b. histogramme des niveaux de gris associé

### 5.2.1.2 la forme du motif

Le motif peut être réalisé sous différentes géométries : croix, croix tournée de 45°, cercle, disque. La précision de mesure associée à ces différents motifs est plus ou moins élevée en fonction de la quantité d'informations (distribution de niveaux de gris à l'intérieur même du motif) qu'ils contiennent. Cette précision de corrélation est déterminée par les pixels de la frontière du motif qui font la transition entre les pixels associées au substrat (souvent dans les faibles niveaux de gris) et ceux associés au motif (niveau de gris élevé). Doumalin a comparé [Doumalin 2000] la précision de ces types de motif dans sa thèse, il en a conclu qu'un repère en forme de croix constitue l'information élémentaire subpixel avec une seule information dans chaque direction principale  $x$  et  $y$  du repère. Une croix tournée d'un angle proche de 45° augmente le nombre d'informations subpixels pour un motif donné par rapport à une croix à 90°. La forme qui donne le maximum d'informations subpixels dans toutes les directions est le cercle, le disque quand à lui représente une configuration un peu moins précise que le cercle car l'intérieur du cercle, homogène en niveaux de gris, est une perte d'information. Plus le nombre d'informations subpixels du motif est grand et plus la précision entre déplacement mesuré et déplacement imposé est bonne.

Les Figures 6-18 et 6-19 donnent des critères de comparaison pour la précision des différents motifs.

#### Evaluation quantitative de l'information subpixel

Motif	croix	croix tournée	cercle
Nb d'info subpixel	9	129	102
Longueur du contour	108	144	106
$R_{sub}$	0,08	0,89	0,96

( $R_{sub}$  est le rapport entre le nombre d'informations subpixels et la longueur du contour du motif)

Figure 6-18 : Quantité d'information dans le motif de la grille [Doumalin 2000]

#### Critère pour la définition du motif

Motif	croix	croix tournée	cercle	disque	mouchetis
Précision	0,0545	0,0221	0,0140	0,0196	0,0140
Proportion de surface cachée	0,19	0,25	0,17	0,34	0,49
Produit (%)	1,03	0,55	0,23	0,66	0,68

Figure 6-19 : Précision des différents motifs disponibles [Doumalin 2000]

Les Figure 6-20, tirées de Doumalin [Doumalin 2000] donnent l'évolution des erreurs selon le motif choisi.

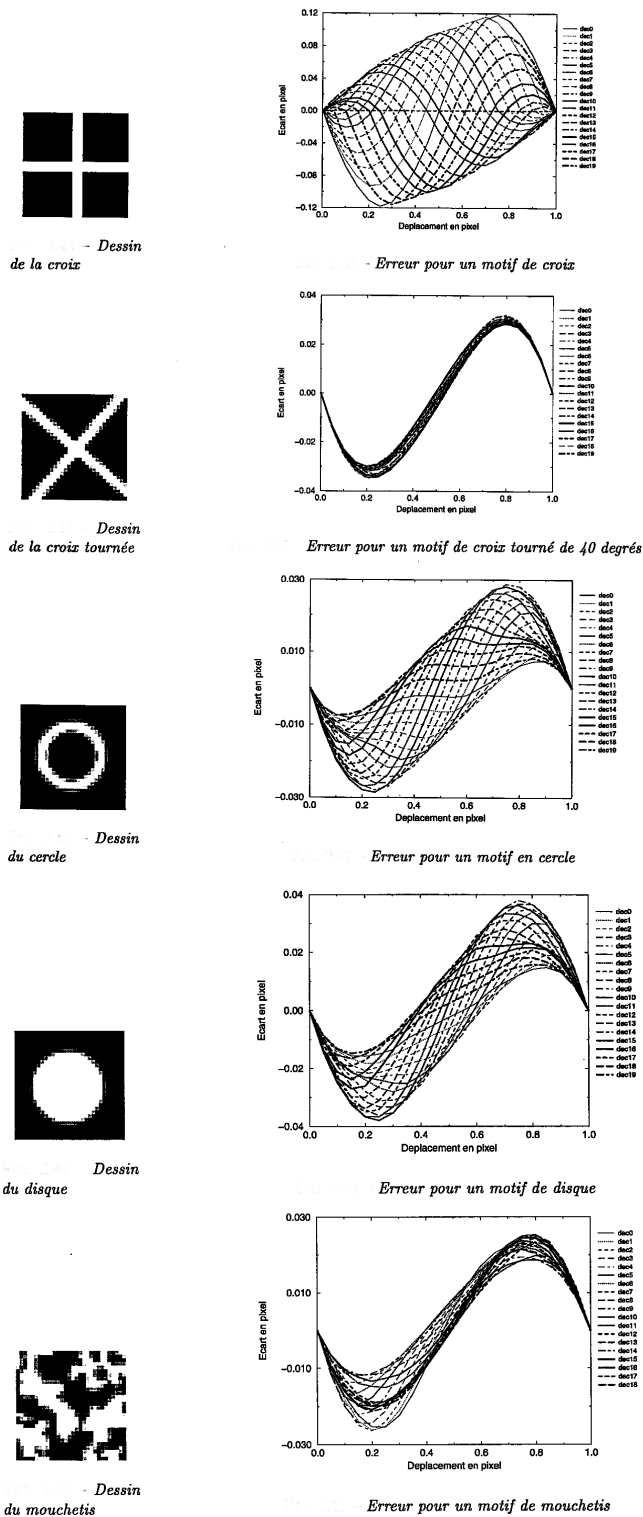


Figure 6-20 Evolutions des erreurs selon la forme du motif de la grille [Doumalin 2000]

Un motif idéal serait donc un mélange entre un cercle et une croix, on additionnerait ainsi les qualités de chacun des motifs (Figure 6-21).



Dessin du motif optimal

Figure 6-21 : Motif de grille optimal [Doumalin 2000]

### 5.2.1.3 Le pas de la grille et l'épaisseur des traits de la grille

Le pas de la grille est contrôlé à la fois par l'angle solide associé au grandissement du microscope, la résolution du balayage utilisée, et éventuellement le déplacement de la platine motorisée du microscope. Il doit être choisi en fonction des dimensions que l'on souhaite caractériser (taille de grains, hétérogénéités intragranulaire, mesure moyenne sur une zone caractéristique, ...). Pour avoir une « bonne précision », il est admis que le pas du motif doit être au maximum inférieur d'un ordre de grandeur à la taille de la phase analysée. Par exemple il faut environ une vingtaine de points de mesure par grains pour avoir une mesure représentative de la déformation intragranulaire.

L'épaisseur des barreaux de la grille est gouvernée par la densité de courant, l'énergie apportée par le faisceau et le temps d'irradiation. Pour que la mesure de champ soit « correcte », il faut que la largeur du barreau contienne au moins trois pixels, un pixel central pour définir le niveau de gris de la ligne associée au marquage et deux autres pixels de part et d'autres pour les informations associées au gradient. C'est cette dernière caractéristique qui fixe la résolution de l'image, et par voie de conséquence la taille du champ imagé en une seule image.

Les conditions optimales de fabrication de grille d'un pas de 4  $\mu\text{m}$  (pas acceptable pour notre étude) sont rappelées dans le Tableau 6-1.

Tension d'accélération (kV)	Distance de travail (mm)	Courant absorbé (nA)	Grandissement.	Temps balayage par ligne (ms/ligne)	Nombre de lignes	Taille des barreaux (nm)	Nombre de grilles pour couvrir la zone étudiée	Taille grille ( $\mu\text{m}^2$ )	Pas ( $\mu\text{m}$ )
20	10	1,5	$\times 200$	240	121	400	4	500*500	4

Tableau 6-1 : Condition d'obtention des grilles déposées

### 5.2.1.4 Choix du matériau constitutif de la grille

Le matériau que l'on utilise pour élaborer la grille doit répondre à plusieurs critères :

- il doit être stable à haute température. En effet dans notre étude, des essais à 650°C pour des durées longues (plusieurs jours) seront réalisés.
- Il doit avoir un numéro atomique très différent de celui du matériau dont la microstructure est étudiée, afin d'améliorer le contraste en analyse en électrons rétrodiffusés. En effet, le niveau de gris est directement proportionnel au numéro atomique de l'élément chimique analysé.
- Il doit avoir une bonne aptitude à la déformation plastique afin d'accommoder la déformation du substrat sur lequel il est déposé et ce tout au long de l'essai.

Soula [Soula 2008] a réalisé une analyse comparative sur un alliage de nickel (qui a un numéro atomique assez proche de celui du fer et des conditions d'essais similaires : fluage à chaud). Elle a utilisé comme matériau pour élaborer sa grille de l'oxyde d'hafnium.

Dans cette étude, nous avons testé différents matériaux tout d'abord de l'or, mais ce dernier pour les conditions d'essais testées (625°C, plusieurs jours) a tendance à globuliser du fait des effets de tension de surface (Figure 6-22).

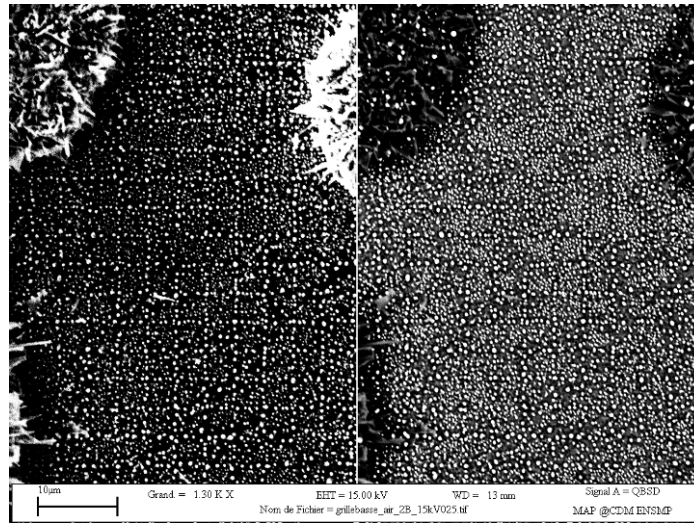
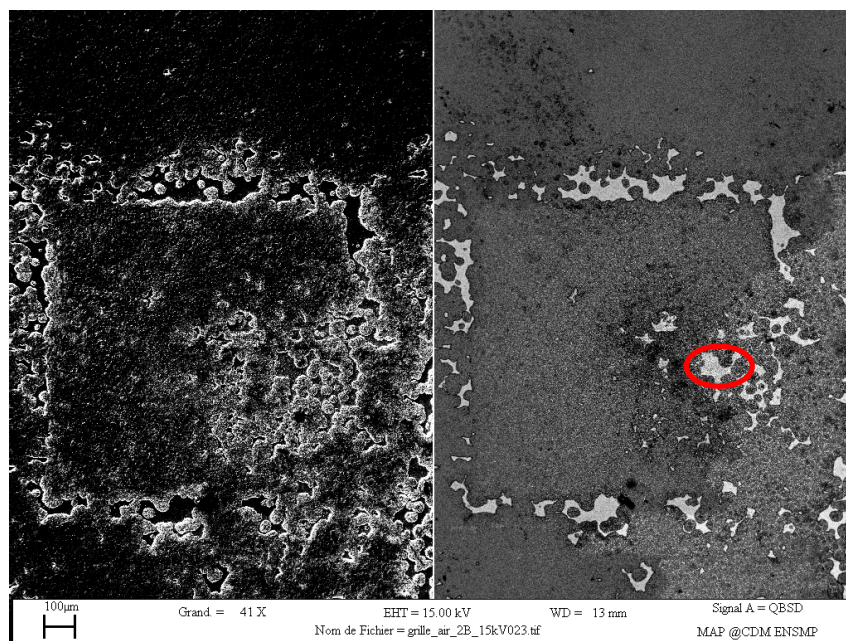


Figure 6-22 : Images de grille en or qui a globulisé après 11 jours dans un four sous air à 625°C

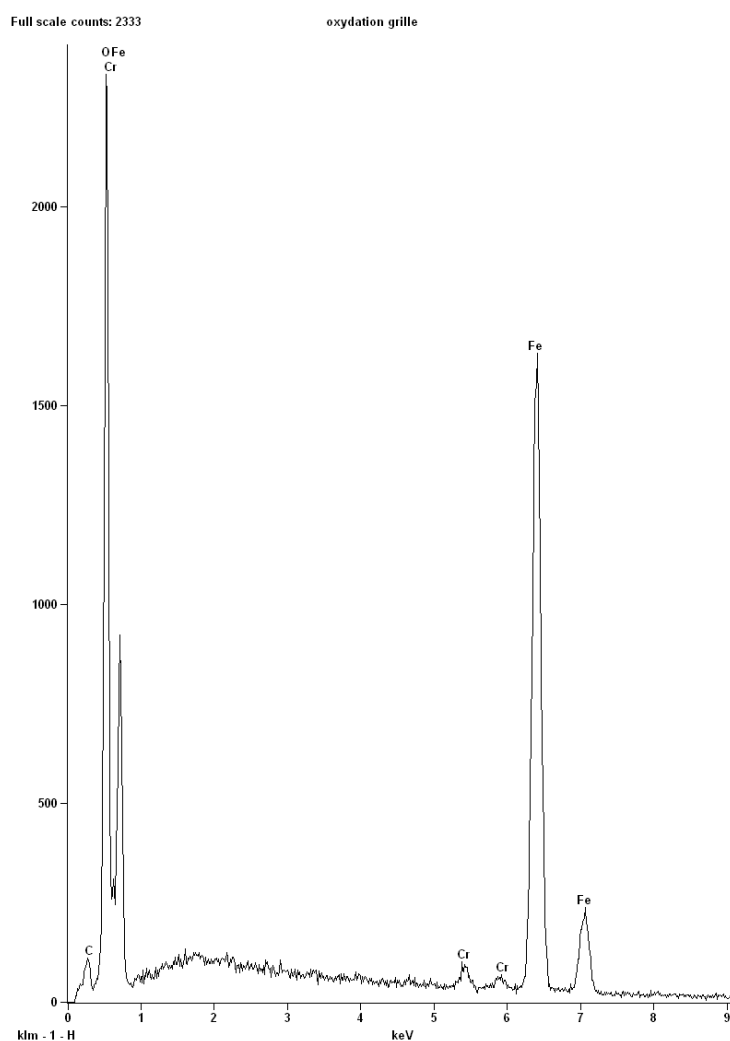
Ceci conduit à l'obtention d'une grille qui n'est plus continue avec un contraste de niveaux de gris qui n'est alors plus satisfaisant pour les conditions d'essais retenues ce qui élimine l'or comme matériau constitutif des grilles. Par la suite, les microgrilles seront réalisées en tungstène car elles montrent une meilleure résistance à la température et un meilleur contraste entre la grille et la microstructure.

### 5.2.1.5 Contrôle de l'atmosphère

L'objectif étant la réalisation d'essais de fluage sous faible charge et donc par voie de conséquence des essais de longue durée, nous nous sommes attelés à l'étude de l'évolution de l'état de surface de l'acier P91 au cours du temps. Un test sous air à 625°C a donc été pratiqué, le matériau étant revêtu pour l'occasion d'une grille d'or. L'essai a duré 11 jours, durée commensurable avec les conditions d'essais. Comme on peut le constater sur la Figure 6-22, la grille n'est plus visible et est recouverte d'une couche d'oxyde (Figure 6-23) comme l'indique l'analyse EDS pratiquée (Figure 6-24). Par comparaison avec un spectre EDS réalisé sur le matériau sain (Figure 6-25), l'apparition d'un pic d'oxygène couplé à celui du chrome sont la signature de la présence d'une couche d'oxyde de chrome, qui semble poreuse, puisque n'assurant pas le rôle de barrière de diffusion du film d'oxyde, comme rencontré pour les aciers inoxydables (acier plus chargé en chrome).



**Figure 6-23 : Grille déposée en or sous air après 11 jours à 625°C. Image MEB en électrons rétrodiffusés et en électrons secondaires (les zones claires correspondent à de l'or) [la zone entourée en rouge correspond à la Figure 6-17]**



**Figure 6-24 : Profil d'analyse EDS effectué sur la couche d'oxyde présente sur l'échantillon observé Figure 6-23 après 11 jours à 625°C**

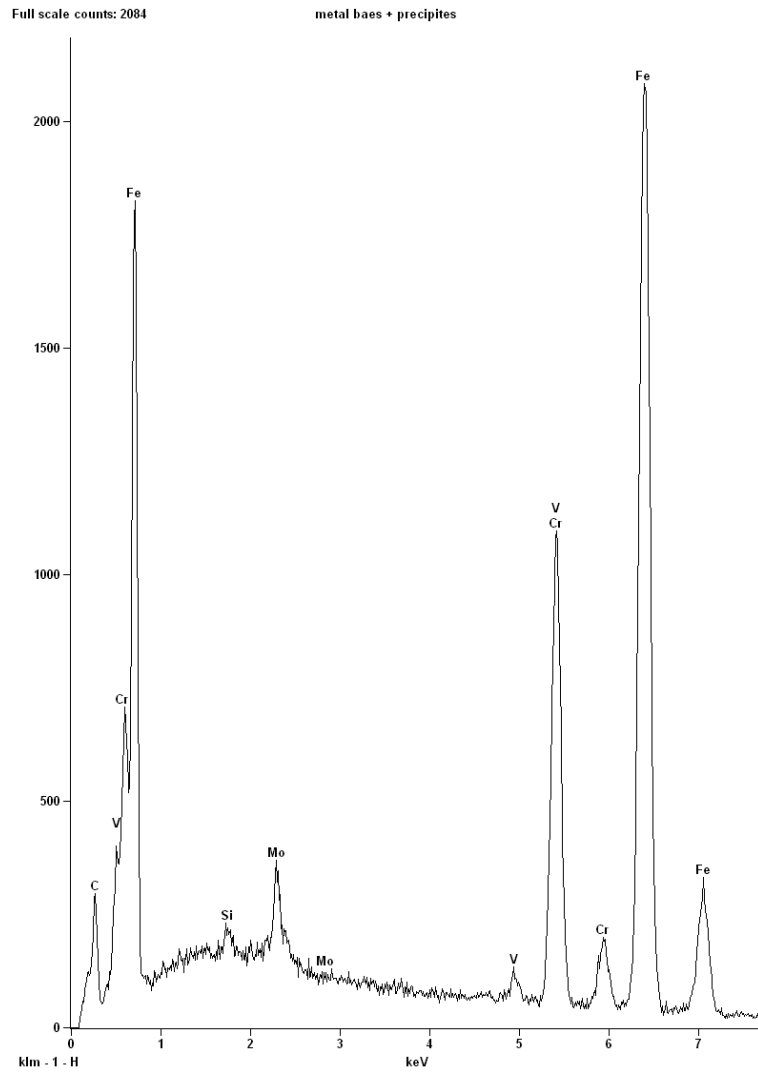


Figure 6-25 : Profil d'analyse EDS effectué sur le métal de base montrant l'absence de couche d'oxyde

A la suite de ces résultats, nous nous sommes orientés vers la réalisation d'essais sous atmosphère contrôlée, à savoir sous vide secondaire poussé ( $P = 10^{-9}$  bar). En effet, comme le montre la Figure 6-26, qui présente le résultat d'un essai de tenue d'une grille en tungstène déposée sur le substrat, une couche d'oxyde de chrome (analyse EDS Figure 6-27) apparaît pour des conditions de vide de quelques  $10^{-7}$  bar.



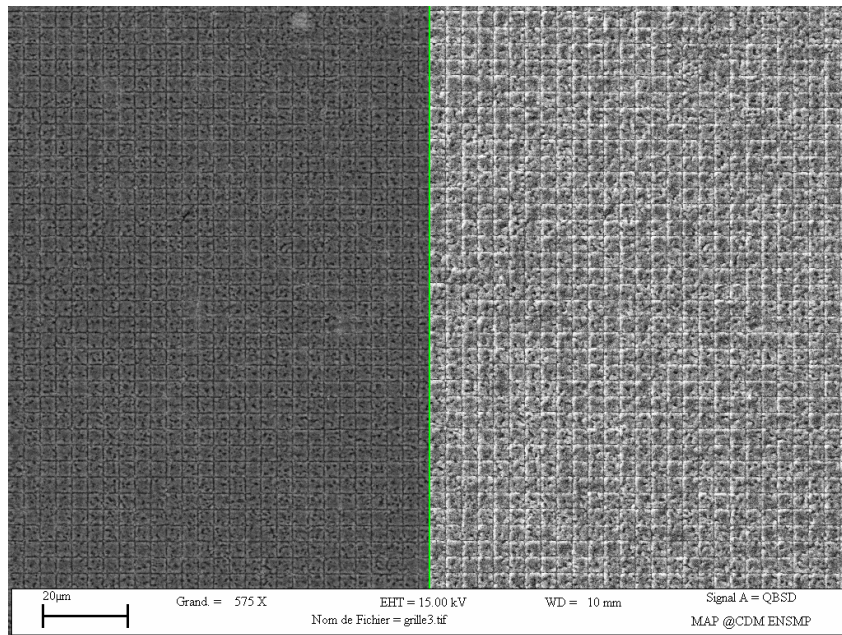


Figure 6-26 : Grille en tungstène oxydée (à droite) électrons secondaires, (à gauche) électrons rétrodiffusés en contraste chimique

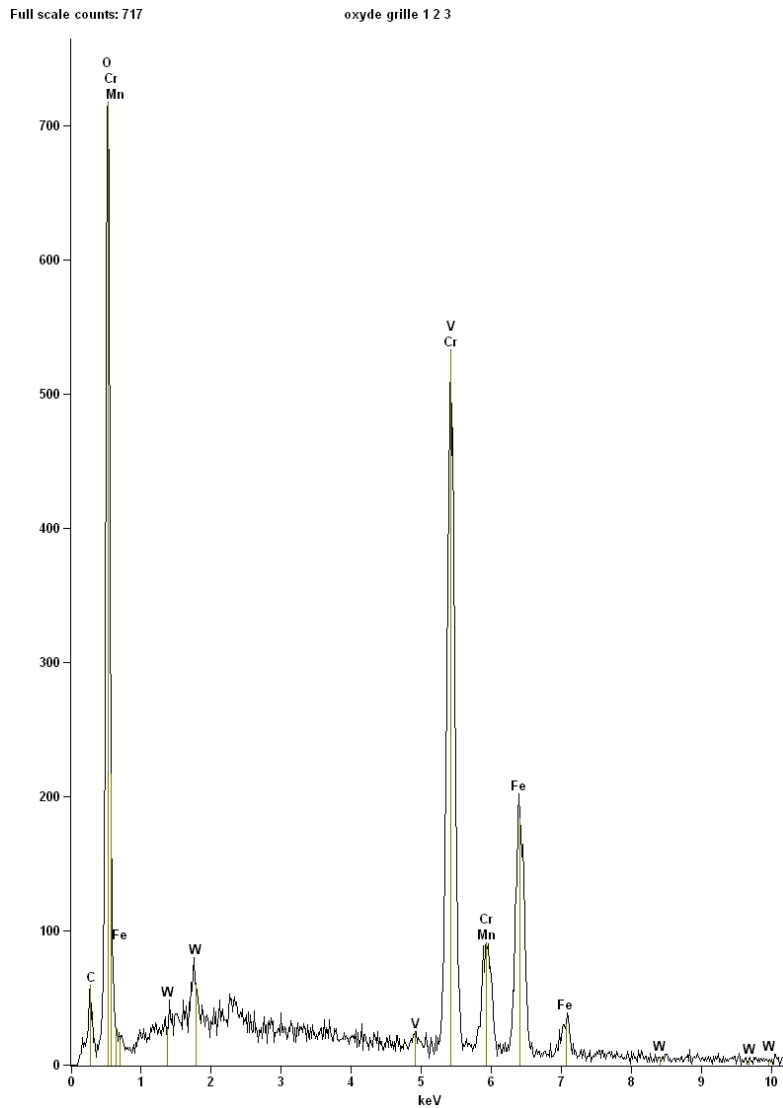


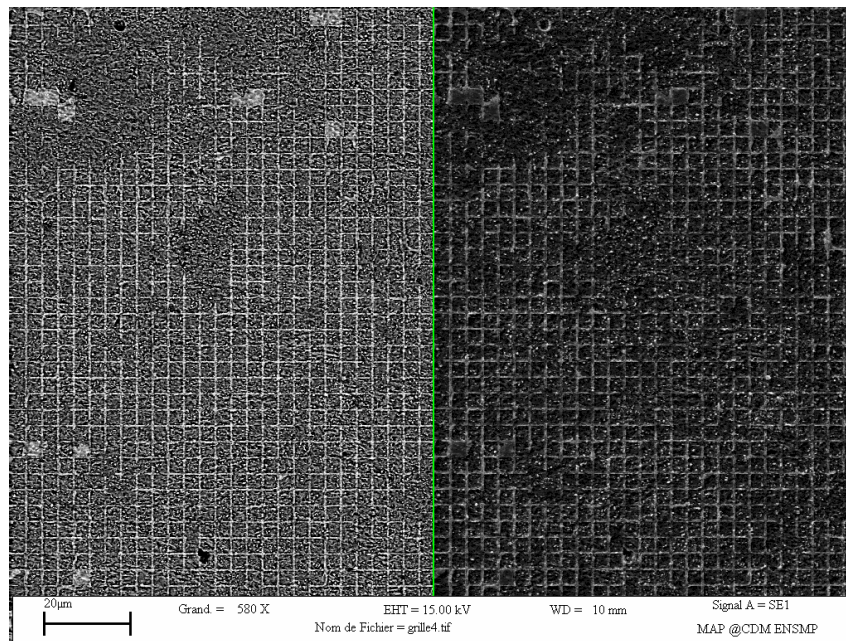
Figure 6-27 : Profil EDS réalisé sur un échantillon P91 revêtu d'une grille de tungstène et d'une couche d'oxyde

### 5.2.1.6. Le tungstène comme matériau de revêtement

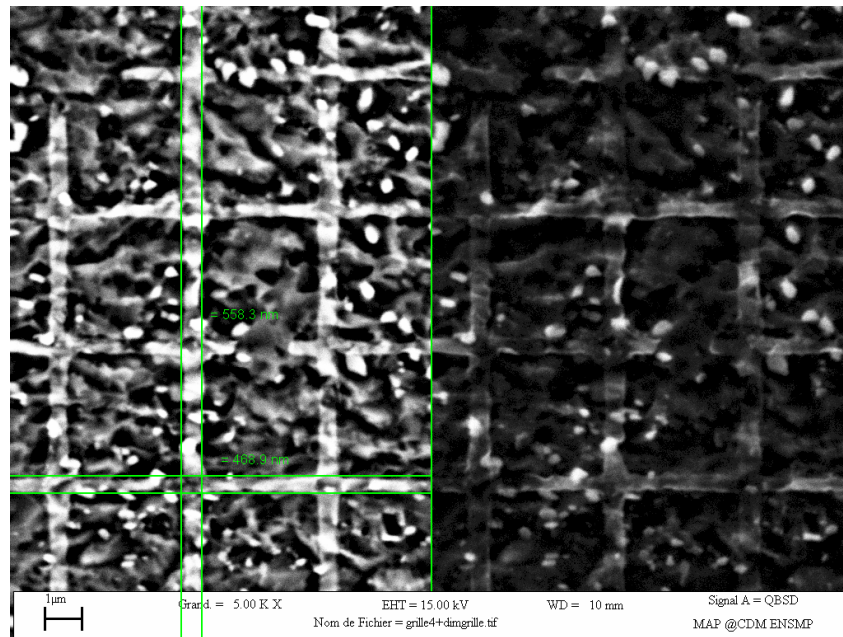
Comme le préconise Soula [Soula 2008], nous allons utiliser des grilles en tungstène, matériau présentant une bonne résistance à la température du fait de son point de fusion élevé et permettant un bon contraste en imagerie MEB (électrons rétrodiffusés) du fait de son numéro atomique élevé. Les conditions de fabrication de ces grilles sont indiquées dans le Tableau 6-2. La Figure 6-28 présente l'état d'origine de ce type de grille fabriquée avec ces conditions. La Figure 6-29 se focalise sur un motif de la grille.

Tension d'accélération (kV)	Distance de travail (mm)	Courant absorbé (nA)	Grand.	Temps balayage par ligne (ms/ligne)	Nombre de lignes	Taille des barreaux (nm)	Nombre de grilles pour couvrir la zone étudiée	Taille grille ( $\mu\text{m}*\mu\text{m}$ )	Pas ( $\mu\text{m}$ )
20	10	1,2	200	240	121	400	4	500*500	4

**Tableau 6-2 : Condition d'obtention des grilles déposées en tungstène**

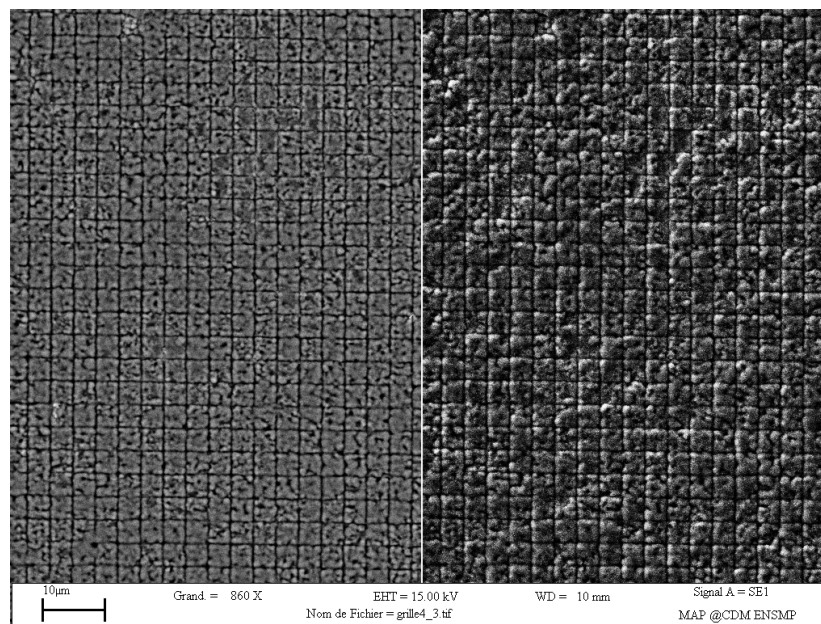


**Figure 6-28 : Grille de tungstène déposée sur le substrat P91 (état d'origine)  
Condition de double imagerie MEB, (à droite) électrons secondaires, (à gauche) électrons rétrodiffusés en contraste chimique**

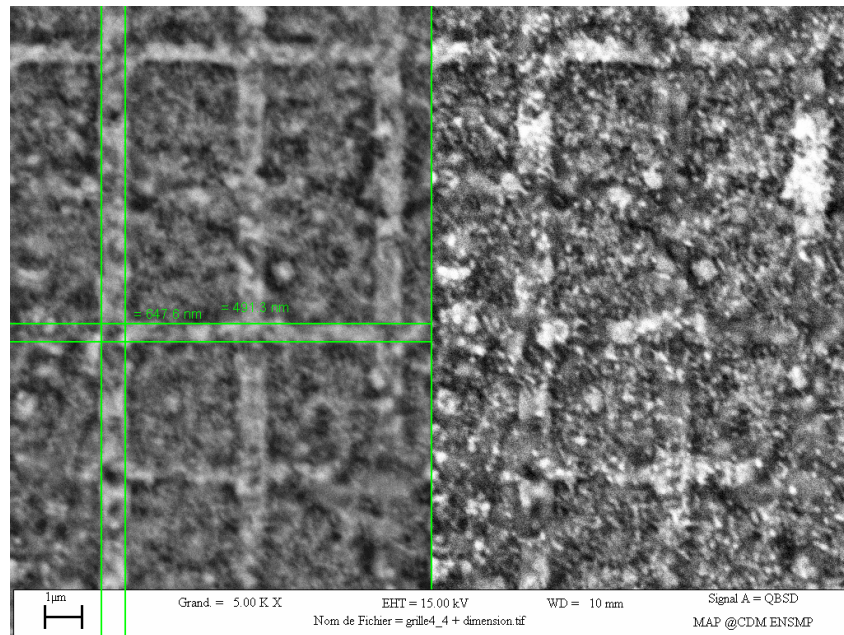


**Figure 6-29 : Motif constitutif des grilles de tungstène déposées sur le P91 (état d'origine)**  
 Condition de double imagerie MEB, (à droite) électrons secondaires, (à gauche) électrons rétrodiffusés en contraste chimique

Le test de résistance à l'oxydation est ensuite pratiqué. Les conditions d'essais sont de 625°C pendant 3 mois (durée approximative des essais de fluage), sous un vide de  $10^{-4}$  mbar. La Figure 6-30 montre que la grille en tungstène a bien résisté à la température par contre la qualité du vide ne s'avère pas suffisante puisque la surface de l'échantillon est recouverte d'une couche d'oxyde empêchant d'une part de visualiser la microstructure et d'autre part altérant partiellement la qualité de la grille comme indiqué sur la Figure 6-30 au regard de la qualité initiale (Figure 6-28).



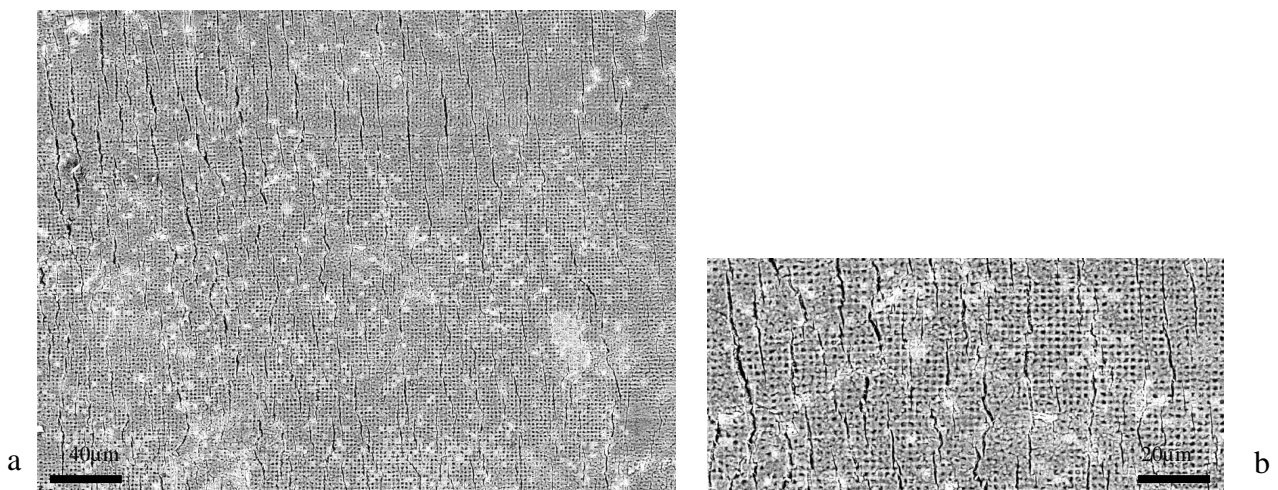
**Figure 6-30 : Grille déposée en tungstène après 3 mois à 625°C, (à droite) électrons secondaires, (à gauche) électrons rétrodiffusés en contraste chimique**



**Figure 6-31 : Motif constitutif des grilles de tungstène déposées sur le P91 après 3 mois à 625°C sous vide secondaire de  $10^{-7}$  bar**  
Condition de double imagerie MEB, (à droite) électrons secondaires, (à gauche) électrons rétrodiffusés en contraste chimique

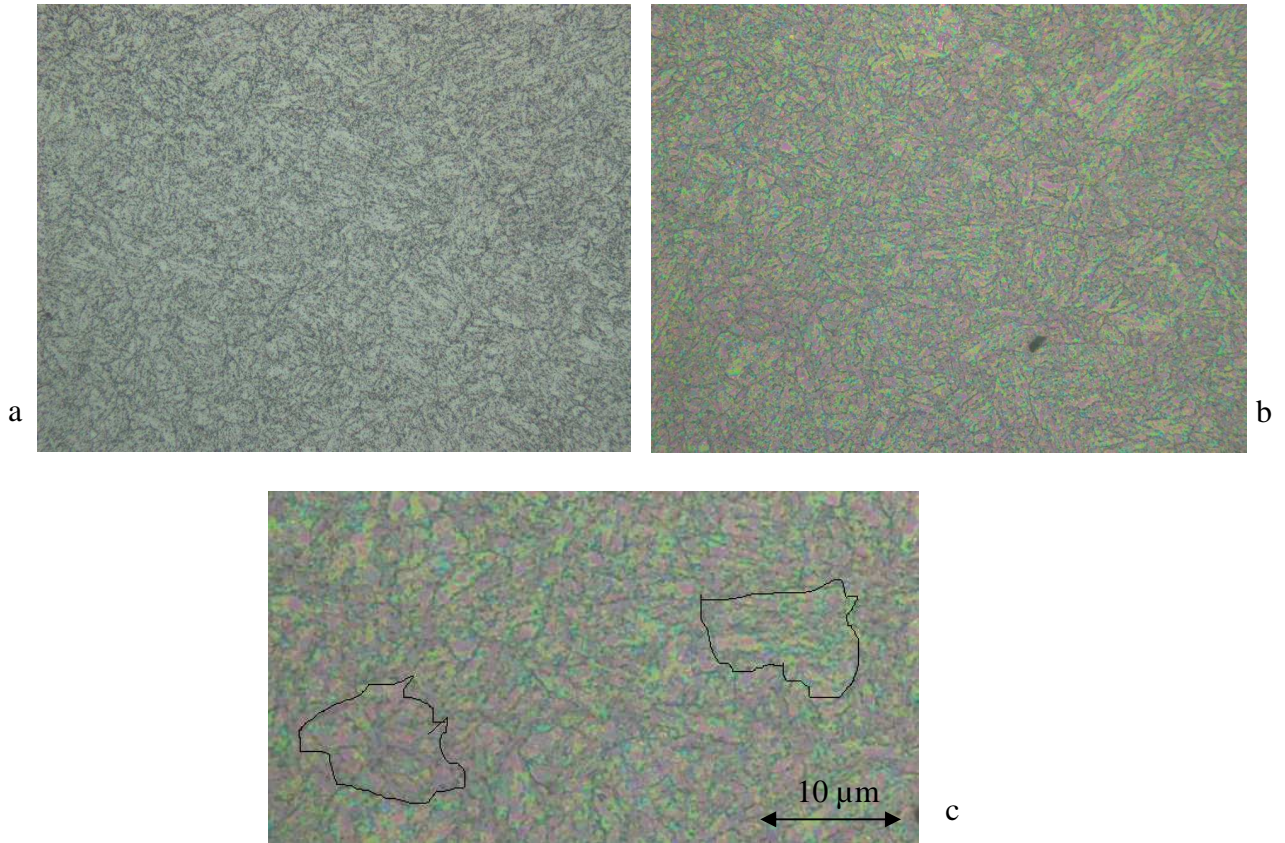
### 5.2.1.7. Réalisation d'une couche protectrice

Malheureusement, malgré nos efforts pour améliorer la qualité du vide (nous avons obtenu quelques  $10^{-9}$  bar), nous ne sommes pas parvenus à supprimer la couche d'oxyde observée à la surface de nos échantillons, ce qui entraîne, au cours des essais de fluage, l'apparition de nombreuses fissures perpendiculaires au chargement comme présenté sur la Figure 6-32a. En effet, le comportement de la couche d'oxyde étant fragile, cette dernière se fissure (Figure 6-32b) pour des niveaux de déformations très faibles. Cette présence de fissures dans la zone d'intérêt (l'ICHAZ) rend donc difficile l'utilisation des techniques de corrélation d'images, car la variation de niveaux de gris, associés aux imagerie, est trop prononcées.



**Figure 6-32 : a .observation de la grille de tungstène après un essai de fluage à 625°C après 500 heures. La présence de la couche d'oxyde entraîne l'apparition d'un réseau de fissures perpendiculairement à l'axe du chargement (axe horizontal) [b. zoom sur les fissures].**

De plus cette couche d'oxyde présente une épaisseur conséquente (environ  $50\mu\text{m}$ ), ce qui implique que la surface observée n'est plus forcément représentative du comportement de l'acier P91 mais de son oxyde. Il faut donc empêcher impérativement la formation de cette couche oxydée. Nous avons donc réalisé un dépôt de chrome sur la grille de tungstène afin de protéger la surface de l'échantillon par la création d'une couche d'oxyde de chrome nanométrique compacte protégeant le matériau. La Figure 6-33 représente l'évolution d'une surface revêtue entre l'état de référence (Figure 6-33a) et la même surface exposée à  $625^\circ\text{C}$  pendant 1 mois sous un vide approximativement de  $10^{-7}$  bar (Figures 6-33b et 6-33c).



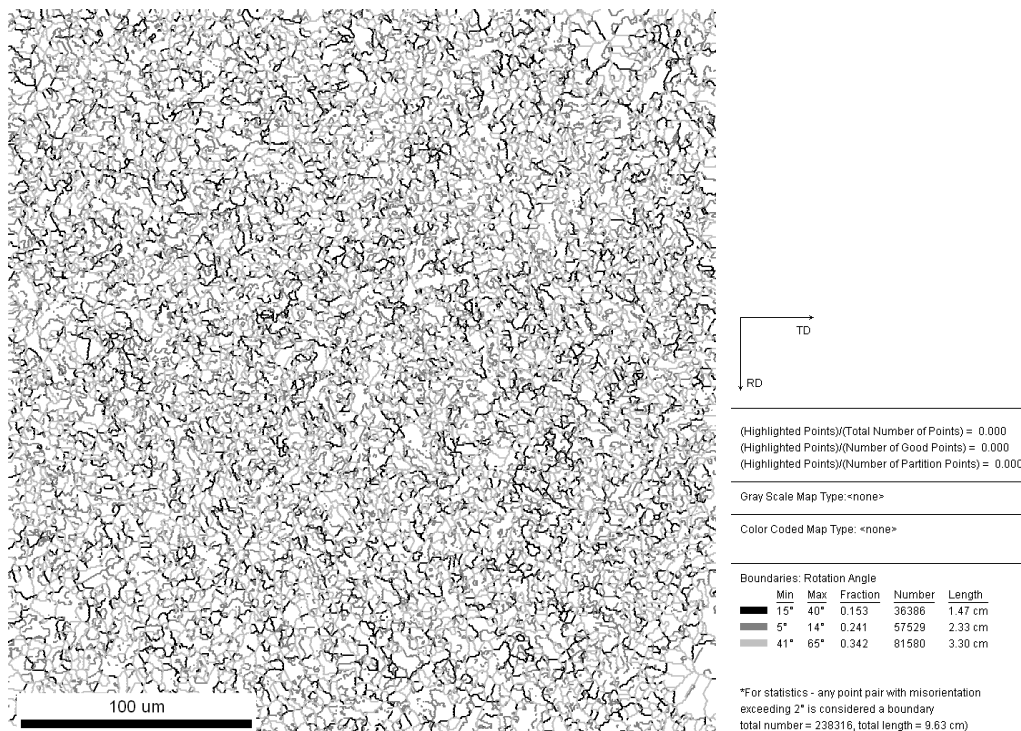
**Figure 6-33 : Image en microscopie optique ; a. microstructure à l'état initial ; b. microstructure avec dépôt de chrome après 1 mois à  $625^\circ\text{C}$  à  $10^{-4}$  mbar ; c) zoom de la Figure 6-33.b en montrant les contours de la microstructure**

Sur la Figure 6-33b et 6-33c, on observe que la microstructure reste visible au bout d'un mois à  $625^\circ\text{C}$  à  $10^{-7}$  bar. Cette technique nous permet donc d'avoir un peu d'espoir.

### 5.2.2. *Essai de fluage à fort niveau de contrainte (100 MPa)*

La Figure 6-35 représente la surface de l'échantillon après un essai de fluage à  $625^\circ\text{C}$  sous 100 MPa réalisé sous vide secondaire ( $10^{-9}$  bar). L'essai a été interrompu au bout de 70 heures, pour un niveau global de déformation du joint soudé enregistré par la nappe laser de 1,3 %. On remarque l'apparition de fissures, qui malgré toutes nos précautions de préparation de l'essai n'ont pas permis de conserver intact l'état de surface. Néanmoins les grilles sont toutefois observables, comme par exemple sur la Figure 6-35, nous permettant tout de même d'envisager un traitement semi-automatique de corrélation d'images. Le traitement semi-automatique consiste à intervenir manuellement pour placer les points si la fonction automatique n'y arrive pas (si le critère de corrélation n'est pas atteint). Cette fonctionnalité,

offerte par le logiciel CMV [Bretheau 2003] impacte fortement les incertitudes de mesure, puisque la précision du recalage des points a été estimée au pixel près ce qui équivaut à une incertitude de mesure de l'ordre de 2,7% : pour calculer cette erreur, un post-traitement permettant de visualiser le champ de déformations expérimental sur Zébulon a été développé. Par la suite grâce aux fonctions incluses dans le code on peut calculer l'écart moyen entre la configuration de référence et une où la position des points déformés a été déplacé à l'aide d'un bruit gaussien d'amplitude 2 pixels. La Figure 6-35 présente le champ de déformation équivalente de Von Mises, la zone d'étude fait 230 $\mu$ m de large sur 170 $\mu$ m de haut. La déformation moyenne dans la direction de sollicitation (l'axe horizontal de la Figure 6-35) sur la zone d'étude est de 9,4% alors que la déformation macroscopique enregistrée par la nappe laser n'est que de 1,3%, confirmant ainsi l'aspect fortement hétérogène de la répartition de la déformation au sein du cordon de soudure. Nous constatons une distribution hétérogène de la déformation équivalente de Von Mises, avec des zones faiblement déformées (en bleu sur la carte des déformations) et des zones en jaune/orange représentant une valeur de l'ordre de 20%. La cartographie EBSD (Figure 6-34) faite au préalable sur cette même zone permet de superposer les joints de grains à la carte de déformation (la méthode superposition est détaillée en Annexe D paragraphe 1). Il semblerait que les zones fortement déformées soient essentiellement localisées (la déformation équivalente de Von Mises vaut environ 25% dans ces zones) autour des grains de faibles désorientations (entre 5° et 14°) (Figure 6-35a et 6-35c) ce qui correspond aux séparations de domaines entre les cellules martensitiques dans l'ICHAZ [Vivier 2009]. Les joints de grains présentant une désorientation comprise entre 15° et 40°, représentant les anciens domaines austénitiques se déforment, quant à eux, beaucoup moins avec une valeur de l'ordre de 5% (Figure 6-35b et 6-35c).



**Figure 6-34 : Cartographie EBSD représentant les désorientations des différents joints de grains présents dans la zone étudiée dans le cas d'un essai de fluage de 100MPa permettant la superposition de la microstructure et des champs de déformations**

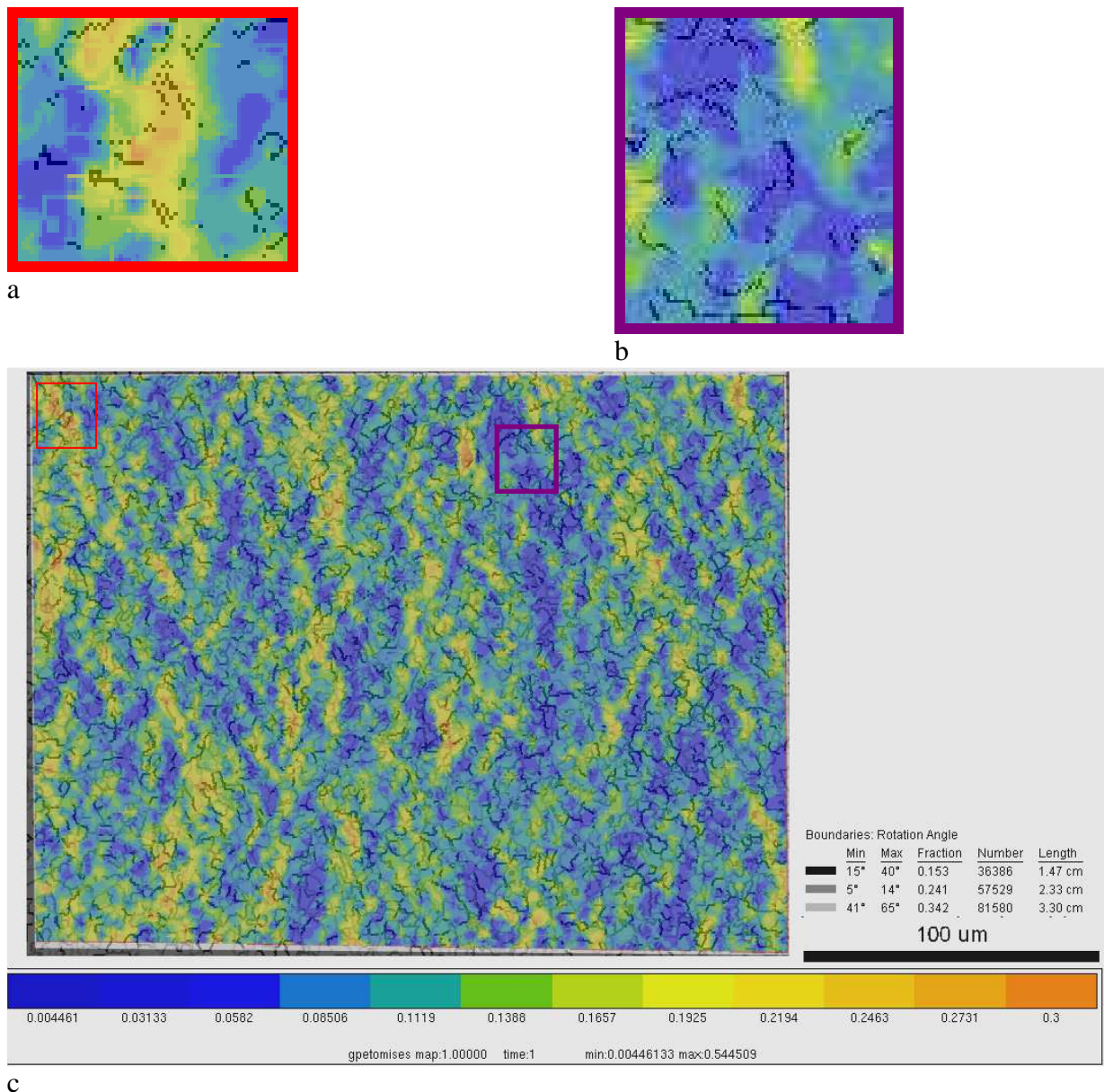


Figure 6-35 : a. zoom sur la zone encadré en rouge sur la Figure 3-35c superposée aux joints de grains désorientés de 5° à 14°, b. zoom sur la zone encadrée en violet sur la Figure 3-35c superposée aux joints de grains désorientés de 15° à 40°, c. Superposition de la microstructure et de la déformation de Von Mises après un essai de fluage à 100MPa à 625°C (9,4% de déformation moyenne). L'axe de sollicitation est horizontal

### 5.2.3. Essai de fluage à faible niveau de contrainte (60MPa)

Le niveau de contrainte étudié doit en principe permettre d'observer du glissement aux joints de grains. L'objectif est de réaliser les mêmes observations qu'A. Soula [Soula 2008] (Figure 6-2).

Les essais n'ont pas été arrêtés après 1,5% de déformation macroscopique comme initialement prévu mais juste avant la striction soit à 0,4% de déformation macroscopique. En effet, après striction, la couche d'oxyde qui se forme (malgré le dépôt de chrome) se fissure rendant une nouvelle fois difficile la corrélation d'images comme on peut le constater sur la Figure 6-36.

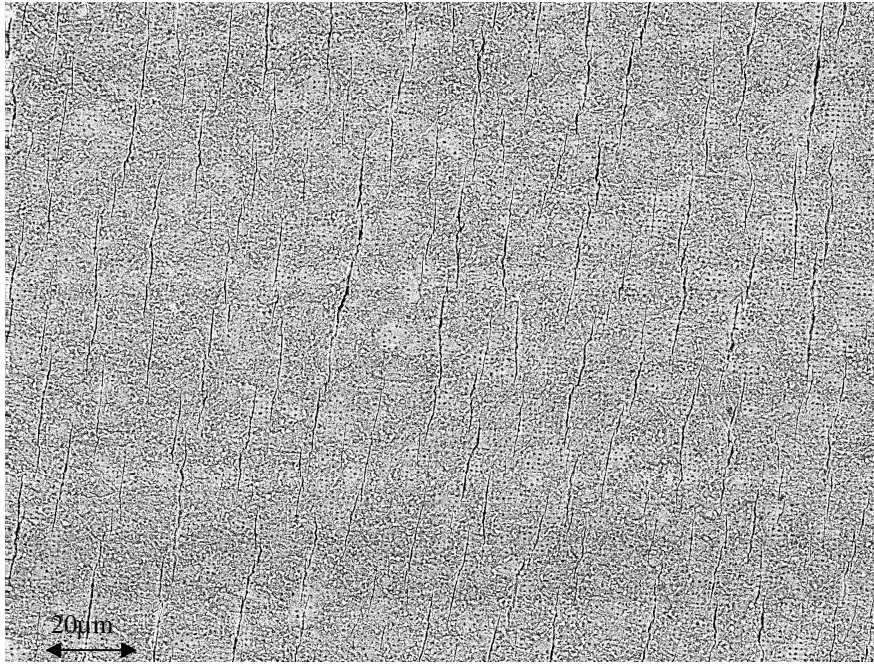


Figure 6-36 : Microgrille fissurée après un essai de fluage à 60MPa et 625°C

Le fait d'avoir interrompu l'essai plus tôt permet d'améliorer la qualité de la grille (essai moins long, donc surface moins oxydée, déformation plus faible donc au final surface moins fissurée), comme l'atteste la Figure 6-38. En outre le faible taux de fissures et leur petite taille permet d'être confiant sur l'évaluation de la déformation. En effet, la Figure 6-38c, présentant un zoom du champ de déformation dans une zone fissurée, n'indique pas d'hétérogénéité de déformation qui pourrait être due à la présence d'une fissure et non à la déformation du matériau. Toutefois, les champs de déformations ne correspondant pas au même niveau de déformation moyenne, ils ne sont donc pas quantitativement comparables, seule la distribution des hétérogénéités (Figure 6-39) pourra nous renseigner sur le changement éventuel de mécanisme entre les deux domaines de fluage.

La Figure 6-38 présente le champ de déformation équivalente de Von Mises dans le cadre d'un essai de fluage à 60MPa. La zone d'étude fait 208µm de large sur 84µm de haut. La déformation moyenne dans la direction de sollicitation (axe horizontal) sur la zone d'étude est de 4% tandis que la déformation macroscopique est 10 fois plus faible.

L'analyse du champ de déformation superposée à la microstructure (Figure 6-38) tend à montrer que la déformation se localise plutôt dans les grains dont les joints ont une désorientation comprise entre 15° et 41° (la désorientation entre grain est définie comme étant l'angle entre les plans des atomes de deux grains voisins) (Figure 6-38b et 6-38d), soit les anciens joints de grains de type austénitique. Ces zones se déforment d'environ 13% alors que les zones présentant des joints de grains de faible désorientation (entre 5° et 14°) correspondant aux joints de type martensitique semblent être moins déformées, de l'ordre de 8% (Figures 6-38a et 6-38d).

On peut ainsi supposer qu'en déformant plus la zone d'étude, du glissement intergranulaire aurait pu être observé ce qui conforterait les résultats de Gaffard [Gaffard 2005] ou ceux de Kloc [Kloc 2003], qui concluent qu'il y a un changement de mécanismes autour de 70 MPa. La Figure 6-38 confirme cette supposition car on peut constater que la distribution de la déformation équivalente du champ de déformation à 100 MPa (Figure 6-35c) est différente de celle à 60MPa (Figure 6-38d). En effet, la déformation est répartie de façon plus uniforme



dans le cas à basse contrainte comme le montre la distribution de la déformation équivalente de Von Mises présentée en Figure 6-39.

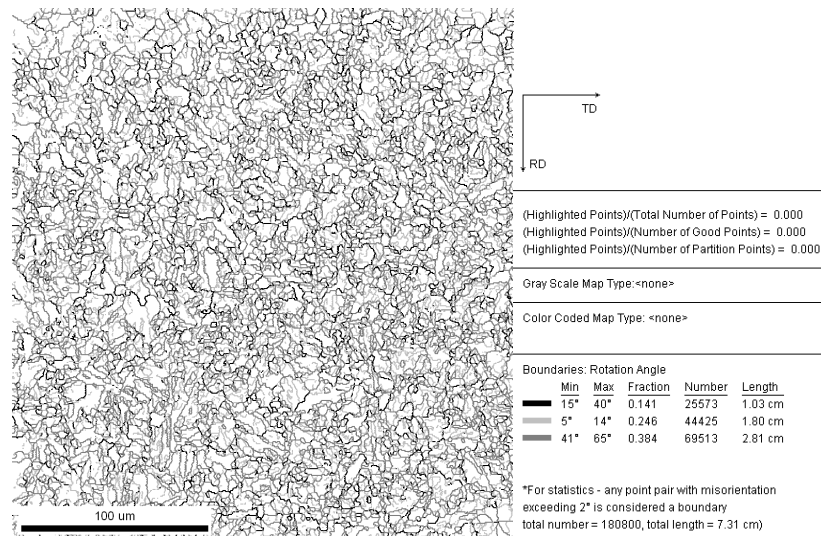


Figure 6-37 : Cartographie EBSD représentant les désorientations des différents joints de grains présents dans la zone étudiée dans le cas d'un essai de fluage de 60MPa permettant la superposition de la microstructure et des champs de déformations

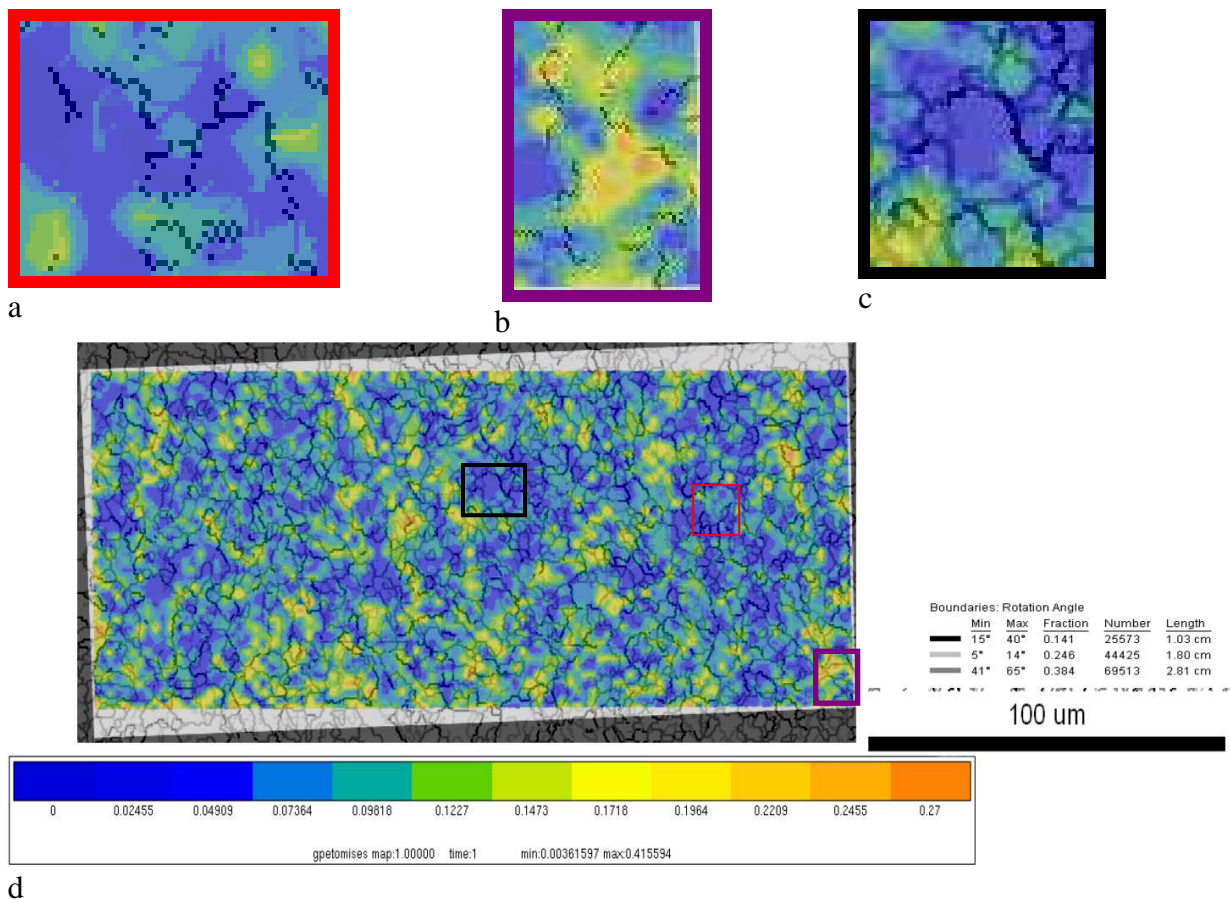


Figure 6-38 : a. zoom sur la zone encadré en rouge sur la Figure 3-38d superposée aux joints de grains désorientés de 5° à 14°, b. zoom sur la zone encadrée en violet sur la Figure 3-38d superposée aux joints de grains désorientés de 15° à 40°, c. zoom sur une zone présentant une fissure sur la microgrille, d. Superposition de la microstructure et du champ de déformation observé après un essai de fluage à 60MPa à 625°C (4% de déformation moyenne)

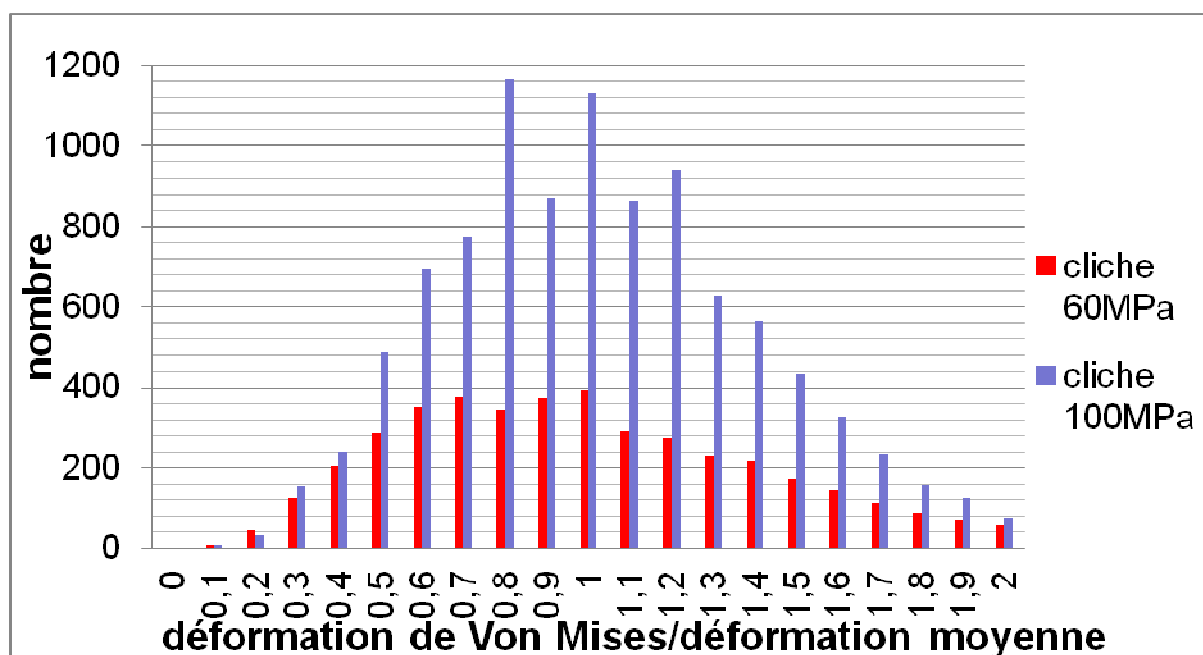


Figure 6-39 : distribution de la déformation équivalente de Von Mises normalisé par la déformation moyenne dans le cas d'un essai de fluage à 625°C à 60MPa (rouge) et à 100MPa (bleu)

## 6. Etude par simulation numérique du glissement aux joints de grains

### 6.1. Présentation générale des éléments cohésifs

Notre choix s'est porté sur l'utilisation d'éléments cohésifs pour représenter le comportement des joints de grains, car ces éléments servent à représenter, en 2D ou 3D, l'évolution de surfaces endommagées et/ou rompues d'un solide, initialement sain ou déjà partiellement fissuré, soumis à une gamme de sollicitations très large (uniaxial, mode mixte, chargements cycliques, thermiques...) en régime quasi-statique ou dynamique pour un matériau présentant ou non des non linéarités dans son comportement (élasticité, plasticité, viscosité) [Laverne 2011]. Ce type d'éléments est basé sur l'énergie de séparation lors de l'ouverture d'une fissure qui correspond à l'aire sous la courbe force-déplacement ou à sa ténacité.

Le concept d'éléments cohésifs a été introduit par Barenblatt en 1962 dans le cadre de la rupture fragile en introduisant une force moléculaire de cohésion [Chandra 2002, Cornec 2003]. Dans le code de calcul éléments finis Z-set [Z-set manual 2007] plusieurs modèles d'éléments cohésifs sont implémentés comme celui de Crisfield [Alfano 2001], celui de Needleman [Needleman 1987], celui de Chaboche [Caliez 2003] ou celui de Lorentz [Lorentz 2008].

• **Modèle de Criesfield [Alfano 2001]**

Ce modèle a été élaboré tout d'abord pour simuler le délaminage de composites accompagné d'endommagement pour un mode mixte d'ouverture de fissure (mode 1 pour l'ouverture et mode 2 pour le glissement). On introduit la variable  $\eta$  :

$$\eta = 1 - \frac{u_{0n}}{\delta_n} = 1 - \frac{u_{0t}}{\delta_t}$$

$u_{0n}$  et  $u_{0t}$  sont les déplacements correspondant à la force maximale d'ouverture et de cisaillement respectivement,  $\delta_n$  et  $\delta_t$  sont les déplacements maximums en traction et en glissement respectivement.

Une remarque importante est que les rapports  $\frac{u_{0n}}{\delta_n}$  et  $\frac{u_{0t}}{\delta_t}$  doivent être égaux. Les relations constitutives du modèle dans le cadre d'une analyse en mode mixte sont alors :

$$F = \begin{cases} K\delta & \text{si } \bar{\gamma} \leq 0 \\ (I - dC)K\delta & \text{si } \bar{\gamma} > 0 \end{cases}$$

où  $K$  est la matrice de rigidité telle que  $K = \text{diag}(K_i)$ ,  $I$  la matrice identité,

avec  $d = \max\left\{1, \frac{1}{\eta} \left( \frac{\bar{\gamma}}{1 + \bar{\gamma}} \right)\right\}$  et  $\bar{\gamma}$  donné par la relation  $\bar{\gamma} = \sqrt{\left(\frac{\langle u_n \rangle}{u_{0n}}\right)^2 + \left(\frac{|u_t|}{u_{0t}}\right)^2} - 1$ , avec

$\langle u_n \rangle = u_n$  si  $u_n > 0$  et  $\langle u_n \rangle = 0$  si  $u_n \leq 0$  et  $C = \begin{bmatrix} h(u_n) & 0 \\ 0 & 1 \end{bmatrix}$  avec  $h(x) = 1$  si  $x \geq 0$  et  $0$  si  $x < 0$ .

Les composantes de la force de cohésion sont alors :

$$T_n = \frac{u_n}{u_{0n}} F(\eta, \bar{\gamma})$$

$$T_t = \alpha \frac{u_t}{u_{0t}} F(\eta, \bar{\gamma})$$

avec  $\alpha$  le rapport entre la composante tangentielle et normale de l'effort et

$$F(\eta, \bar{\gamma}) = \sigma_{MAX} \left( 1 - \left( \frac{1}{\eta} \left( \frac{\bar{\gamma}}{1 + \bar{\gamma}} \right) \right) \right)$$

$\sigma_{MAX}$  est la contrainte maximale admissible avant que la fissure ne s'ouvre. Avec ces équations la courbe force = ft(ouverture de fissure) à l'allure indiquée sur la Figure 6-40.

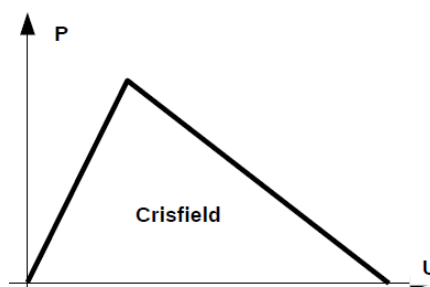


Figure 6-40 : allure de la courbe force ouverture de fissure avec un modèle de type Criesfield [Geoffroy 2011]

- **Modèle de Needleman [Needleman 1987]**

Ce modèle est basé sur une relation entre les trois composantes de la force  $T_n$ ,  $T_t$ ,  $T_b$  et leur déplacement associé  $u_n$ ,  $u_t$ ,  $u_b$  grâce au potentiel  $\Phi$  suivant :

$$\phi(u_n, u_t, u_b) = -\int_0^u (T_n du_n + T_t du_t + T_b du_b) \quad (6-1)$$

Cette fonction potentielle a pour expression dans le cas où  $u_n \leq \delta$  ( $\delta$  est une longueur caractéristique qui n'a pas obligatoirement un sens physique) :

$$\phi(u_n, u_t, u_b) = \frac{27}{4} \sigma_{MAX} \delta \left\{ \frac{1}{2} \left( \frac{u_n}{\delta} \right)^2 + \left[ 1 - \frac{4}{3} \left( \frac{u_n}{\delta} \right) + \frac{1}{2} \left( \frac{u_n}{\delta} \right)^2 \right] + \frac{1}{2} \alpha \left( \frac{u_t}{\delta} \right)^2 \left[ 1 - 2 \left( \frac{u_n}{\delta} \right) + \left( \frac{u_n}{\delta} \right)^2 \right] + \frac{1}{2} \alpha \left( \frac{u_b}{\delta} \right)^2 \left[ 1 - 2 \left( \frac{u_n}{\delta} \right) + \left( \frac{u_n}{\delta} \right)^2 \right] \right\} \quad (6-2)$$

avec  $\alpha$  le rapport entre la rigidité dans la direction transverse de l'interface par rapport à celle dans la direction normale, ce paramètre n'influence pas énormément les résultats numériques. Plus  $\alpha$  est grand, plus l'ouverture se fera facilement au détriment du cisaillement. Lorsque  $u_n > \delta$ ,  $\Phi$  vaut  $\Phi_{sep}$  qui est l'énergie de séparation.

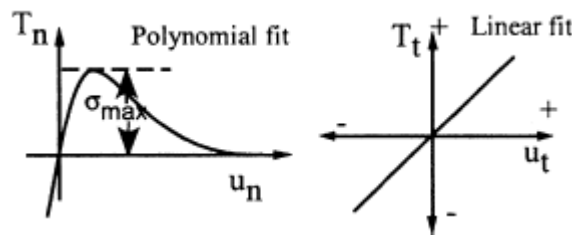
En dérivant l'équation (6-2), on obtient alors l'expression des trois composantes de la force valable lorsque  $u_n \leq \delta$  sinon  $T_n = T_t = T_b = 0$  :

$$T_n = \frac{27}{4} \sigma_{MAX} \left\{ \left( \frac{u_n}{\delta} \right) \left[ 1 - 2 \left( \frac{u_n}{\delta} \right) + \left( \frac{u_n}{\delta} \right)^2 \right] + \alpha \left( \frac{u_t}{\delta} \right)^2 \left[ \left( \frac{u_n}{\delta} \right) - 1 \right] + \alpha \left( \frac{u_b}{\delta} \right)^2 \left[ \left( \frac{u_n}{\delta} \right) - 1 \right] \right\}$$

$$T_t = \frac{27}{4} \sigma_{MAX} \left\{ \alpha \left( \frac{u_t}{\delta} \right) \left[ 1 - 2 \left( \frac{u_n}{\delta} \right) + \left( \frac{u_n}{\delta} \right)^2 \right] \right\}$$

$$T_b = \frac{27}{4} \sigma_{MAX} \left\{ \alpha \left( \frac{u_b}{\delta} \right) \left[ 1 - 2 \left( \frac{u_n}{\delta} \right) + \left( \frac{u_n}{\delta} \right)^2 \right] \right\}$$

Avec  $\sigma_{MAX}$  qui correspond à la contrainte maximale admissible avant que la fissure ne s'ouvre. Ce modèle est un des premiers à faire apparaître une relation force = ft(ouverture de fissure) [Chandra 2002] et a pour forme celle indiquée en Figure 6-41



**Figure 6-41 : Allure de la courbe force ouverture de fissure avec un modèle de type Needleman [Chandra 2002]**

Si l'on crée une variable adimensionnée adimensionnelle  $\lambda$  :

$$\lambda = \sqrt{\left( \frac{\langle u_n \rangle}{\delta_n} \right)^2 + \left( \frac{u_t}{\delta_t} \right)^2}$$

avec  $\langle u_n \rangle = u_n$  si  $u_n > 0$  et  $\langle u_n \rangle = 0$  si  $u_n \leq 0$

on obtient alors l'Equation (6-3) :

$$T_n = \frac{u_n}{\delta_n} F(\lambda) \text{ et } T_t = \alpha \frac{u_t}{\delta_t} F(\lambda) \quad (6-3)$$

$$\text{avec } F(\lambda) = \frac{27}{4} \sigma_{MAX} (1 - \lambda)^2$$

• **Modèle de Chaboche [Caliez 2003]**

Ce modèle est basé sur les travaux de Tvergaard [Tvergaard 1994] qui est lui même une extension du modèle de Needleman. Dans cette loi de comportement d'interface, les composantes normales et tangentielles de la force sont obtenues à l'aide de l'Equation (6-4) :

$$T_n = \frac{u_n}{\delta_n} F(\lambda) \text{ et } T_t = \alpha \frac{u_t}{\delta_t} F(\lambda) \quad (6-4)$$

où  $\alpha$  est un paramètre qui permet de distinguer les comportements suivant la direction normale et tangentielle

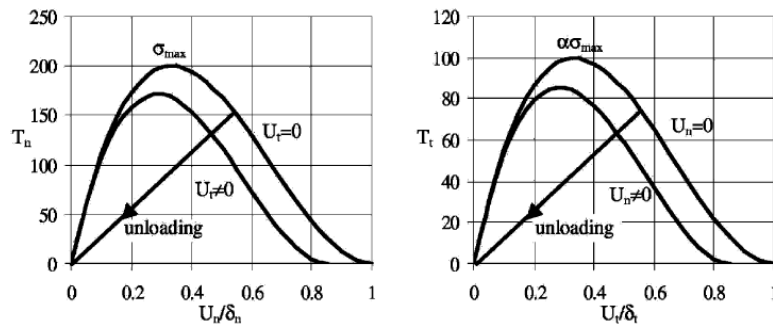
$$\text{avec } F(\lambda) = \frac{27}{4} * K * \sigma_{MAX} * \lambda^{\frac{1-n}{n}} (1 - \lambda)$$

où  $\sigma_{MAX}$  est la contrainte maximale admissible avant que la fissure ne s'ouvre. La variable  $\lambda$

caractérise l'ouverture de la fissure est vaut  $\lambda = \sqrt{\left(\frac{\langle u_n \rangle}{\delta_n}\right)^2 + \left(\frac{u_t}{\delta_t}\right)^2}$ ,

avec  $\langle u_n \rangle = u_n$  si  $u_n > 0$  et  $\langle u_n \rangle = 0$  si  $u_n \leq 0$ ,  $u_n$  et  $u_t$  correspondent aux sauts de déplacement dans la direction normale et tangentielle respectivement,  $\delta_n$  et  $\delta_t$  sont les maxima des ouvertures normale et tangentielle de la fissure.

Avec ces équations la courbe force= ft(ouverture de fissure) a la forme indiquée en Figure 6-42.



Cohesive zone model behavior under normal and tangential loads ( $\sigma_{max} = 200$  MPa,  $\alpha = 0.5$ ).

**Figure 6-42 : Allure de la courbe force ouverture de fissure avec un modèle de type Chaboche (à gauche : composante normale, à droite composante tangentielle) [Caliez 2003]**

• **Modèle de Lorentz [Lorentz 2008]**

Dans ce modèle [Lorentz 2008], on utilise la loi cohésive proposé par Talon et Curnier [Talon 2003]. La discontinuité de déplacement, que cela soit en cisaillement ou en traction, est regroupée en un seul scalaire

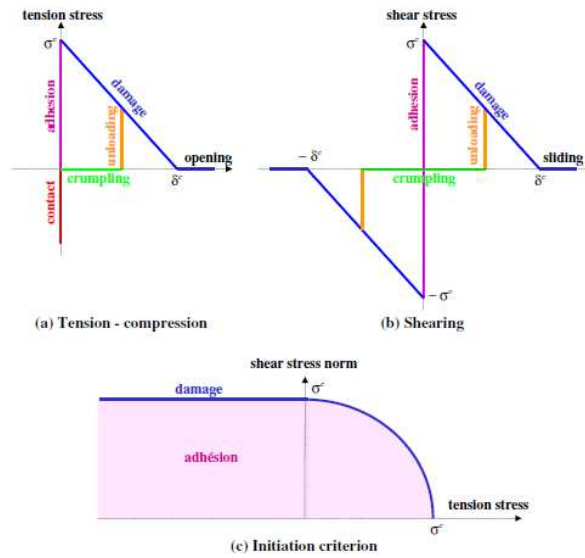
$$\delta_{\text{éq}} = \sqrt{\delta \cdot \delta}$$

L'irréversibilité de la fissure est assurée par une autre variable interne  $\kappa$  qui mesure le niveau de chargement maximal ( $\kappa(t) = \sup_{t' < t} \delta_{\text{éq}}(t')$ ). L'énergie cohésive est alors définie par :

$$\Pi(\delta, \kappa) = I_{\mathbb{R}^+}(\delta_n) + \psi(\max(\delta_{\text{éq}}, \kappa))$$

$$\text{Avec } I_{\mathbb{R}^+} = \begin{cases} 0 & \text{si } \delta_n \geq 0 \\ +\infty & \text{si } \delta_n < 0 \end{cases} \text{ et } \psi(\delta_{\text{éq}}) = \begin{cases} G^C \frac{\delta_{\text{éq}}}{\delta_c} \left( 2 - \frac{\delta_{\text{éq}}}{\delta_c} \right) & \text{si } \delta_{\text{éq}} \leq \delta_c \\ G^C & \text{si } \delta_{\text{éq}} \geq \delta_c \end{cases}$$

Où  $G^C = \frac{1}{2} \sigma^c \delta_c$  avec  $\sigma^c = \psi'(0)$  la contrainte critique avant endommagement. Les courbes reliant l'effort de traction ou de cisaillement (effort dans l'autre direction du plan) à l'ouverture de la fissure ont alors l'allure indiquée en Figure 6-43.



Talon-Curnier cohesive law.

Figure 6-43 : Allure de la loi cohésive utilisée dans le modèle de Lorentz [Lorentz 2008]

## 6.2. Loi cohésive utilisée

Pour la suite de l'étude, la loi cohésive utilisée se basera sur celle de Lorentz [Lorentz 2008]. En effet, cette loi présente l'intérêt contrairement à toutes les autres d'avoir une pente infinie à l'origine. Ceci évite les déplacements qui n'ont aucune signification physique au niveau de l'interface pour les petits efforts notamment au moment de la montée en charge lorsque l'on veut simuler un essai de fluage.

Quelques modifications ont été apportées à cette loi car à l'origine elle ne dissocie pas les deux composantes de l'interface. Ainsi avec l'aide de Noémie Rakotomalala et de Dominique Geoffroy (doctorants au CdM et à l'ONERA), une loi cohésive a été implémentée, permettant de bloquer la composante normale des déplacements de l'interface à l'aide d'un seuil de déplacement infiniment bas. Pour l'autre composante, la forme originelle de la loi de Lorentz a été conservée. On peut ainsi distinguer les deux directions de rupture en laissant libre le glissement en mode II et en bloquant l'ouverture en mode I. Par la suite, un paramètre de viscosité sur les termes de contraintes et de déplacement a été ajouté sous la forme d'une loi de Norton comme indiqué sur les Equations (6-5) et (6-6).

$$\sigma_{MAXnouv} = \sigma_{MAX} + S * \dot{u}_t^{\frac{1}{s}} \quad (6-5)$$

$$\delta_{c\,nouv} = \delta_c + D * \dot{u}_t^{\frac{1}{d}} \quad (6-6)$$

Cette loi devrait donc permettre de modéliser l'activation du glissement intergranulaire à partir d'une certaine vitesse de déplacement de l'interface grâce à son aspect visqueux et pour une valeur de défaut critique différente selon la vitesse de sollicitation choisie. L'influence des paramètres S, s, D et d dans la réponse de l'interface est présentée en Annexe C.

Pour illustrer l'influence de la vitesse de sollicitation sur le comportement de l'interface. Une structure simplifiée en 2D composée de deux grains a été utilisée (Figure 6-44). Les deux grains ont un comportement élastique ( $E=145\,000$  MPa et  $\nu=0,3$ ) et les paramètres de la loi d'interface sont ceux utilisés pour les simulations numériques qui vont suivre et qui sont indiquées en Tableau 6-3, Cette structure est soumise à un chargement en cisaillement (flèche orange) et un chargement en traction-compression (flèche verte) qui sont en phase.

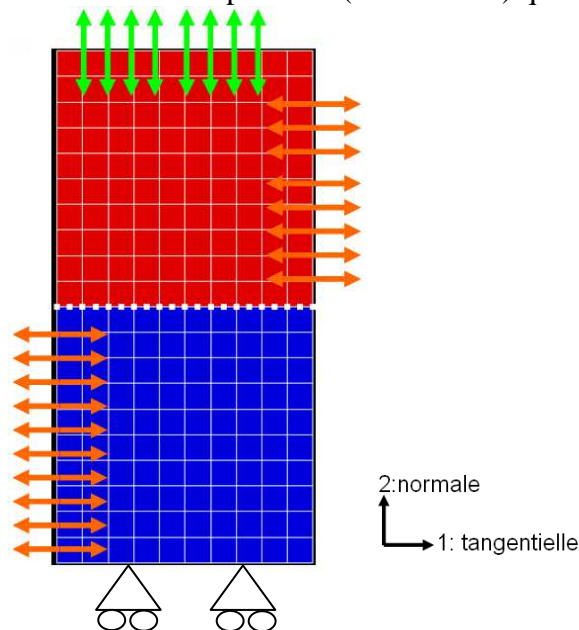


Figure 6-44 : Configuration de validation des paramètres de loi cohésive

L'objectif étant de n'observer aucun déplacement tangentiel pour des vitesses de sollicitation supérieures à  $2 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$  ce qui correspond à la vitesse de fluage secondaire observée pour un essai de fluage à 100MPa (Figure 6-45). Ce chargement, d'après Gaffard [Gaffard 2005] ne permettant pas l'activation du glissement aux joints de grains.

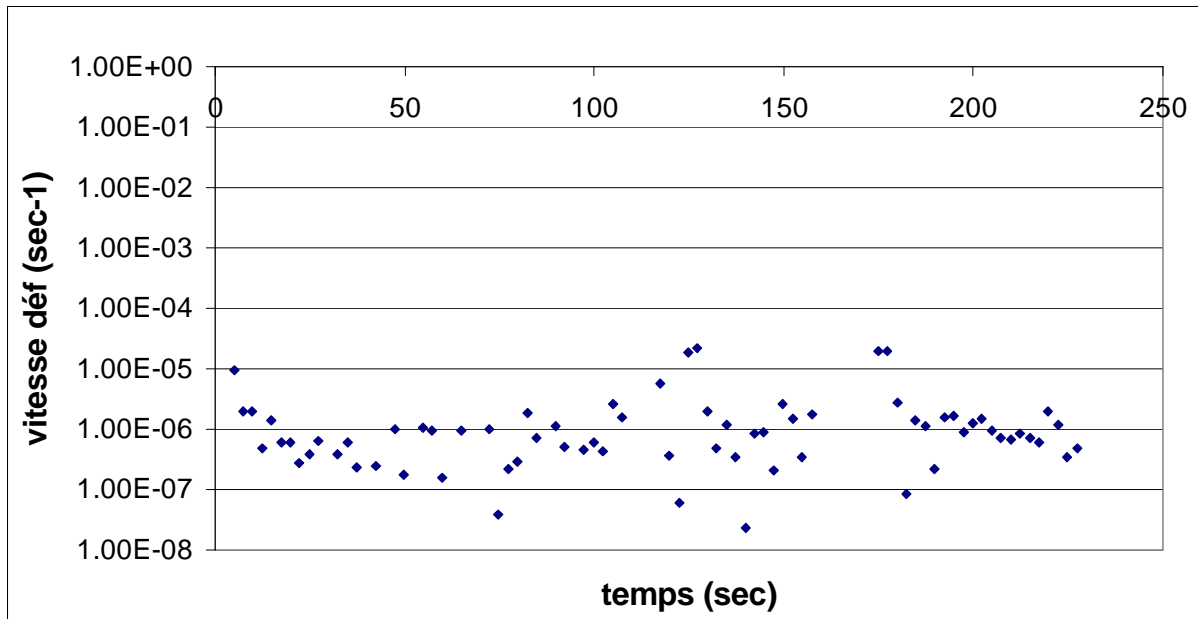


Figure 6-45 : Evolution de la vitesse de fluage au cours du temps pour un essai de fluage à 100MPa

Les résultats des simulations indiquent que si l'on choisit les paramètres indiqués dans le Tableau 6-3, alors aucun déplacement de l'interface dans la direction normale n'est observé (Figure 6-46). La Figure 6-47 présente la réponse de l'interface pour différentes vitesses de sollicitations. On remarque que plus la vitesse de sollicitation est faible, et plus la résistance maximale de l'interface est faible et d'autre part plus la taille du défaut critique sera faible. En d'autres termes plus la vitesse de déformation est petite, et plus l'énergie nécessaire pour casser l'interface est faible.

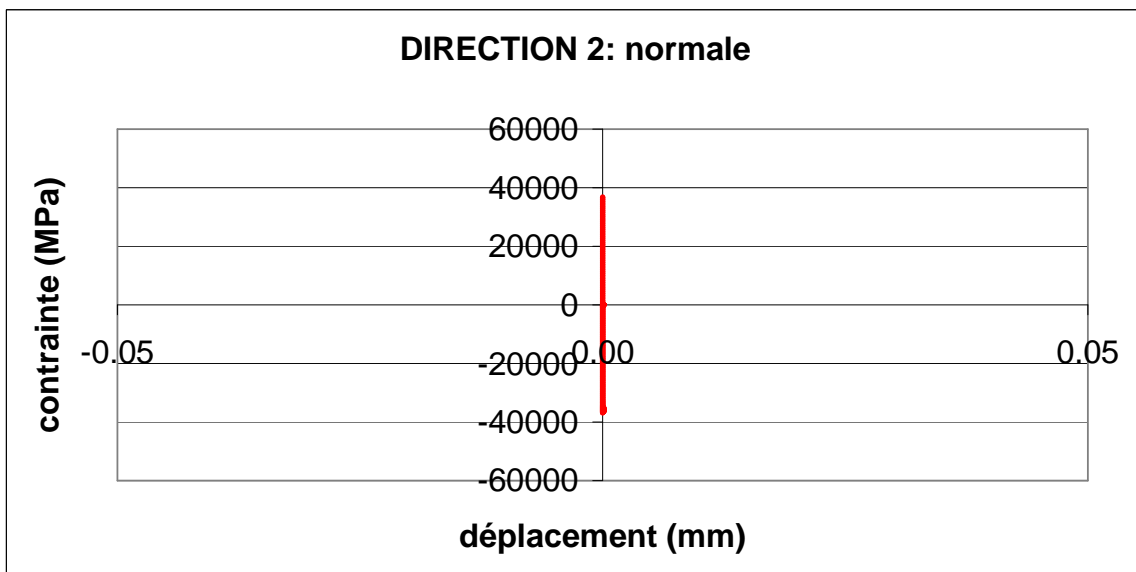


Figure 6-46 : Evolution du déplacement dans la direction normale à l'interface



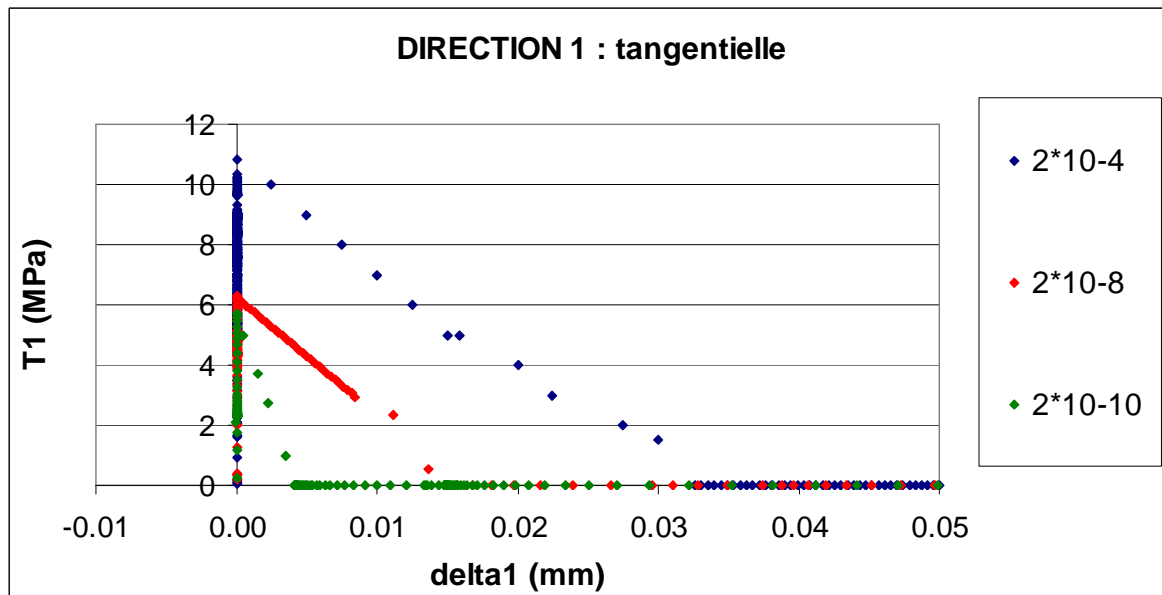


Figure 6-47 : Evolution du déplacement dans la direction tangentielle à l'interface

### 6.3. Choix du modèle cristallin

Il ne suffit pas d'être capable de reproduire le comportement des interfaces, il nous faut aussi décrire correctement le comportement intracristallin. La loi de comportement cristalline choisie est de type Cailletaud-Méric [Méric 1991, Méric 1994, Cailletaud 2003]. Dans notre cas, au vu de la structure cristallographique du matériau (voir chapitre 3), on prendra compte les plans de glissement d'un cristal cubique centré. La contrainte de cisaillement sur chaque plan de glissement est calculée selon l'Equation (6-7).

$$\tau_i = \left( \frac{1}{2} [n_i \otimes l_i] \right) : \underline{\underline{\sigma}} \quad (6-7)$$

avec  $\tau_i$  la contrainte de cisaillement sur le système de glissement  $i$ ,  $n_i$  la normale au plan de glissement,  $l_i$  la direction de glissement et  $\sigma$  la contrainte macroscopique. Par manque de données (pas d'essais cycliques ou avec changement de trajet de chargement à notre disposition) pour recourir à l'identification du comportement, le modèle choisi ne présente pas de composante cinématique de l'érouissage. Seul un érouissage isotrope est introduit (Equation (6-8))

$$f(\sigma) = |\tau_i| - r_i \quad \text{avec} \quad r_i = Q_1(1 - e^{-\gamma^* b_1}) + Q_2(1 - e^{-\gamma^* b_2}) + Q_3(1 - e^{-\gamma^* b_3}) + K \dot{\gamma}^{1/n} + K_2 \dot{\gamma}^{1/n_2} \quad (6-8)$$

Cet érouissage isotrope a la même forme que celui identifié au chapitre 5 lors d'essais de traction et traction-relaxation. Les coefficients de la matrice d'interaction sont pris tous égaux à 1, ce qui implique qu'aucun système de glissement n'est privilégié et que l'autoérouissage et l'érouissage latent sont identiques.

Les paramètres de la loi cristalline ont été identifiés à l'aide d'un agrégat 3D composé de 50 grains d'orientations aléatoires, avec des conditions aux limites périodiques (Figure 6-48).

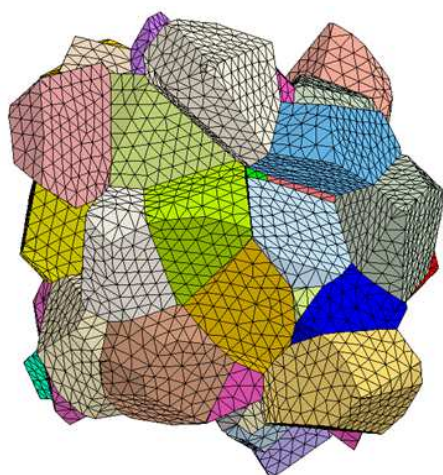


Figure 6-48 : Schéma de l'agrégat 3D utilisé pour valider les paramètres de la loi cristalline

L'objectif était de reproduire le plus fidèlement possible le comportement observé expérimentalement à 625°C en traction (correspondant aux vitesses de sollicitation élevées) et en fluage (pour les vitesses les plus faibles) de l'ICHAZ. En choisissant le jeu de paramètres synthétisé dans le Tableau 6-3, on approche assez bien le comportement de l'ICHAZ en traction (Figure 6-49) alors que celui en fluage est moins bon. En particulier, nous sous-estimons la vitesse de fluage secondaire d'autant plus que la réponse expérimentale tracée correspond à la réponse macroscopique du joint soudé, qui minimise l'hétérogénéité de distribution des déformations (Figure 6-50). Néanmoins l'ordre de grandeur est bon, ce qui est suffisant pour l'objectif que nous nous sommes fixé.

R0 (MPa)	Q1 (MPa)	b1	Q2 (MPa)	b2	Q3 (MPa)	b3	K (MPa.sec <sup>1/n</sup> )	n	K2 (MPa.sec <sup>1/n</sup> )	n2
10	72,8	165,5	-36,2	84,1	-20	2,2	500	5,7	100	11,4

Tableau 6-3 : Paramètres de la loi cristalline

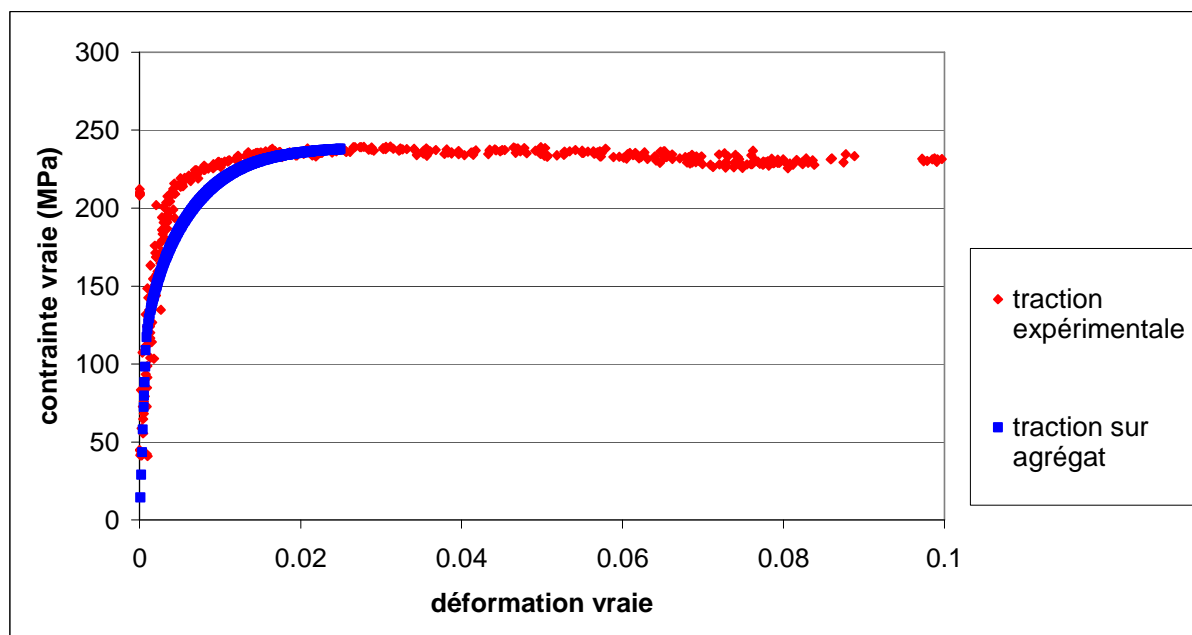


Figure 6-49 : Comparaison entre le comportement expérimental et celui obtenu après simulation sur agrégat polycristallin pour un essai de traction pour une vitesse de sollicitation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  à 625°C

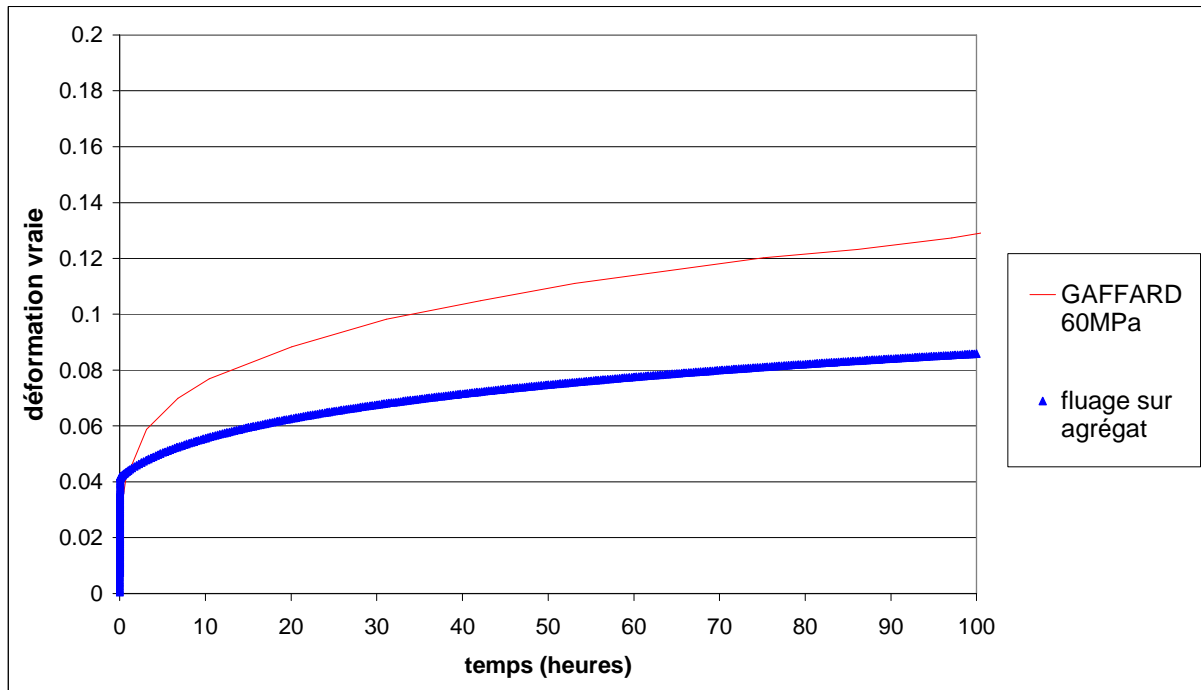


Figure 6-50 : Comparaison entre le comportement expérimental sur éprouvette avec joint soudé et celui obtenu après simulation sur agrégat polycristallin pour un essai de fluage à 60MPa à 625°C

## 7. Validation sur une structure test des lois de comportement choisies

Nous avons validé sur un cas simple à 2 grains, le type de la loi cohésive que nous utiliserons. L'étape suivante consiste à la tester sur une microstructure certes moins simpliste mais encore toutefois éloignée des microstructures réelles. Cette dernière se présente sous la forme de 4 grains de forme simplifiée et d'orientations cristallines différentes (Figure 6-51).

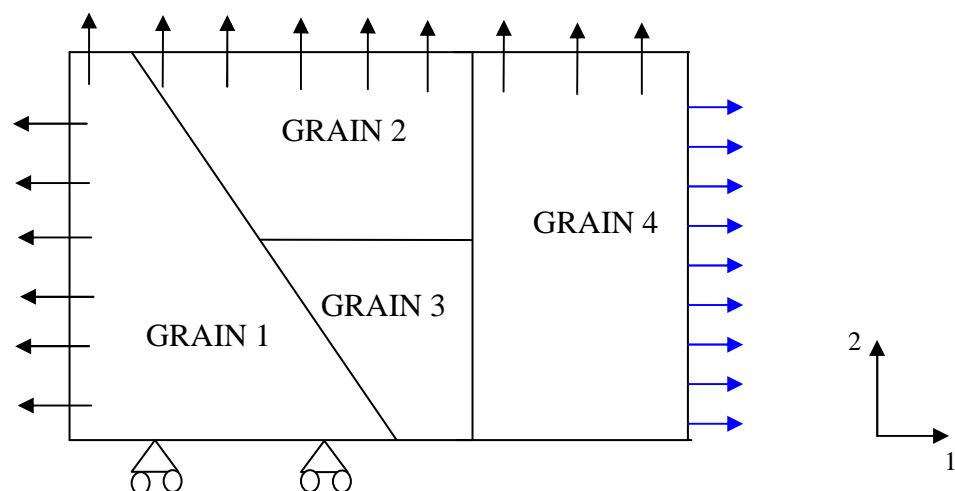


Figure 6-51 : Schéma de la microstructure simplifiée utilisée et des conditions aux limites imposées

### 7.1. Description du maillage

Les lois de comportement cristallines utilisées nécessitent l'utilisation d'un calcul tridimensionnel afin de rendre compte de l'activation potentielle des systèmes de glissement dans le volume. Afin de limiter les temps de calcul, une possibilité est de réaliser le calcul en 2,5D, c'est-à-dire un calcul 2D (plan XY) associé à un formalisme de type déformations planes généralisées avec extrapolation à partir des champs de surface des composantes dans la direction Z. Les calculs seront effectués sur deux configurations différentes : avec et sans éléments cohésifs. Le maillage est régulier, la structure est composée de 800 éléments de type c2d8 associés à 5066 degrés de liberté dans le cas sans éléments cohésifs et de 860 éléments de type c2d8 associés à 5552 degrés de liberté dans la configuration avec éléments cohésifs de type i2d6.

### 7.2. Description des conditions aux limites

Les orientations cristallines de chacun des grains sont choisies de façon aléatoire. On évitera simplement que deux grains voisins aient des orientations présentant certaines incompatibilités ce qui est un cas particulier pouvant influencer la réponse de la microstructure. Pour tester la validité de la loi de comportement, c'est-à-dire le glissement ou non des interfaces, deux vitesses de déplacement vont être testées :  $3 \cdot 10^{-8} \text{s}^{-1}$  (pour la suite cette configuration sera appelée « configuration lente ») et  $3 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$  (appelée « configuration rapide »). Les conditions aux limites sont également indiquées sur la Figure 6-51. Le chargement est contrôlé en déplacement sur les parties gauche, droite et haute de l'agrégat. En revanche la partie basse est bloquée en déplacement dans la direction 2. La structure testée est soumise à deux types de rampe de déplacement simultanément ainsi le chargement est multiaxial; la première indiquée en noire sur la Figure 6-51 va de 0 à 1mm pendant  $10^5$  ou  $10^9$  secondes selon la vitesse de déplacement choisie. La seconde représentée en bleu sur la Figure 6-51 va de 0 à 0,5mm pendant  $10^5$  ou  $10^9$  secondes selon le cas étudié. Ce chargement biaxial permet de favoriser le glissement au niveau des interfaces entre grains en obtenant des valeurs de cissions critiques résolues assez faibles (par exemple la cission critique résolue la plus faible se trouve entre les grains 3 et 4 et vaut 30% de contrainte macroscopique). Il permet également de se rapprocher progressivement de conditions expérimentales réelles nécessaires si l'on veut des champs de déformations comparables à ceux obtenus expérimentalement [Hériprié 2006].

### 7.3. Simulations sans éléments cohésifs

Dans un premier temps, deux calculs de référence ont été réalisés sans élément cohésif. Les Figures 6-52 et 6-53 présentent les courbes de comportement (contrainte de Von Mises en fonction de la déformation totale de Von Mises) moyennées sur chaque grain ainsi que celle moyennée sur toute la structure pour la configuration rapide (Figure 6-52) et pour la configuration lente (Figure 6-53).

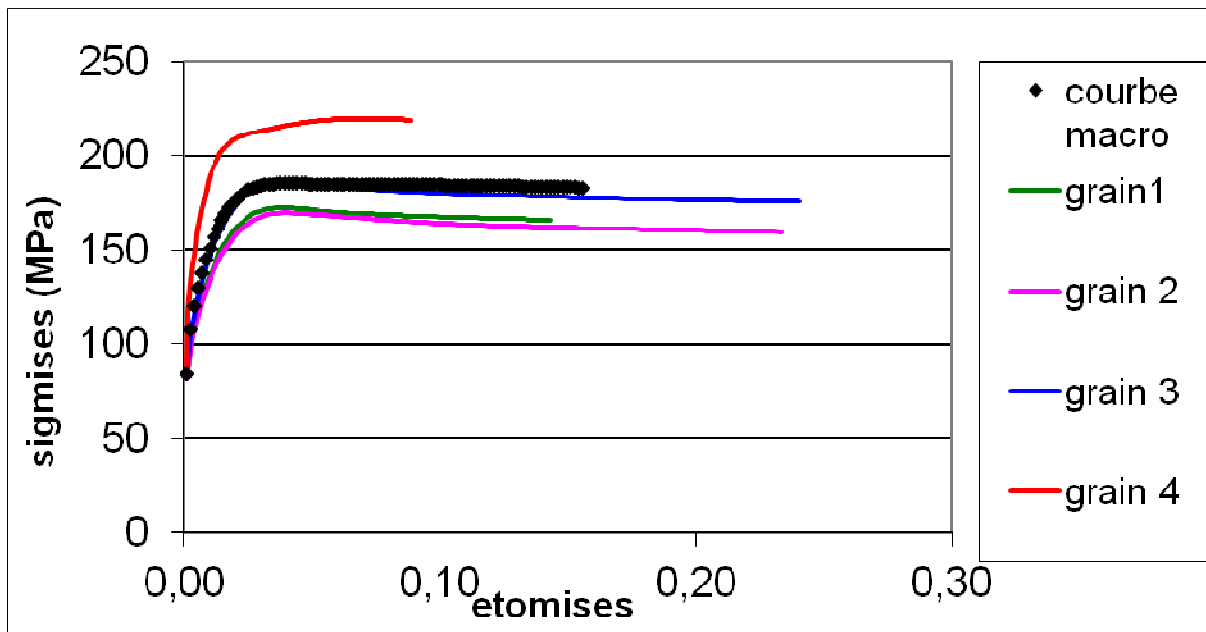


Figure 6-52 : courbes de comportement (contrainte et déformation totale équivalente) de l'agrégat test pour la configuration rapide

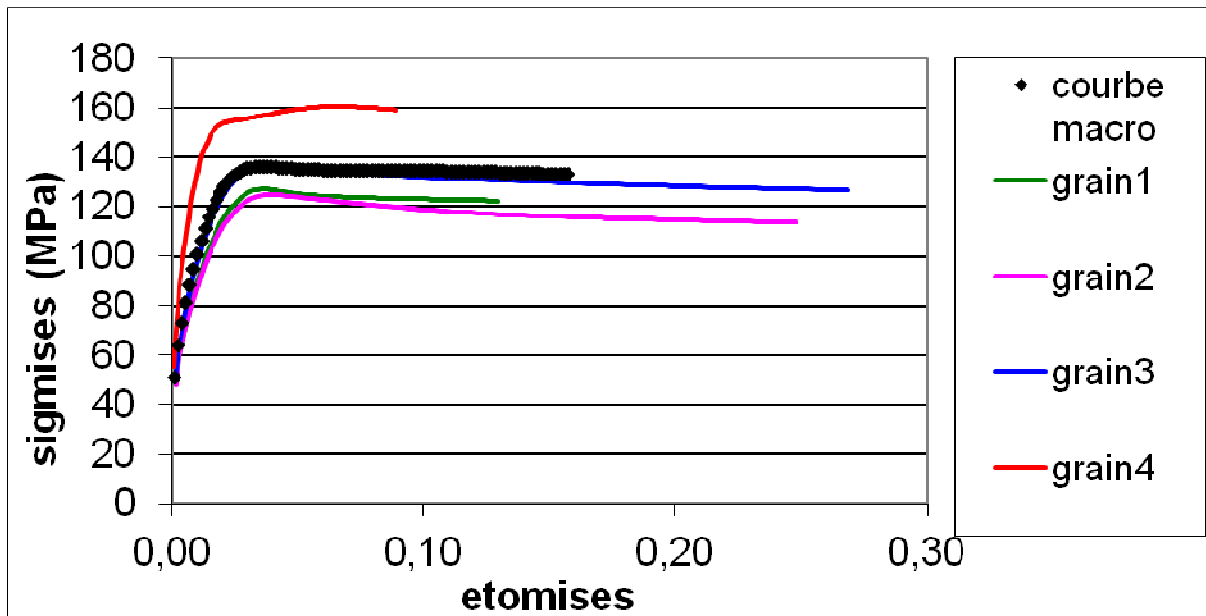


Figure 6-53 : courbes de comportement (contrainte et déformation totale équivalente) de l'agrégat test pour la configuration lente

On peut constater que les moyennes de la contrainte et de la déformation sont bien égales à la courbe macroscopique. Pour la suite de l'étude et pour permettre la comparaison en termes de champs de déformations et de contraintes mais aussi en termes de distributions et répartitions de la contrainte et de la déformation sur chaque grain, deux instants de référence ont été choisis le premier concerne la limite d'élasticité macroscopique et l'autre correspond à un choix arbitraire fixé à 3,3% de déformation macroscopique dans la direction 1. Les différents champs des composantes 11 et 22 des tenseurs de déformations et ceux de la contrainte équivalente de Von Mises pour les deux configurations de tests sont présentés en Figures 6-54 à 6-69.

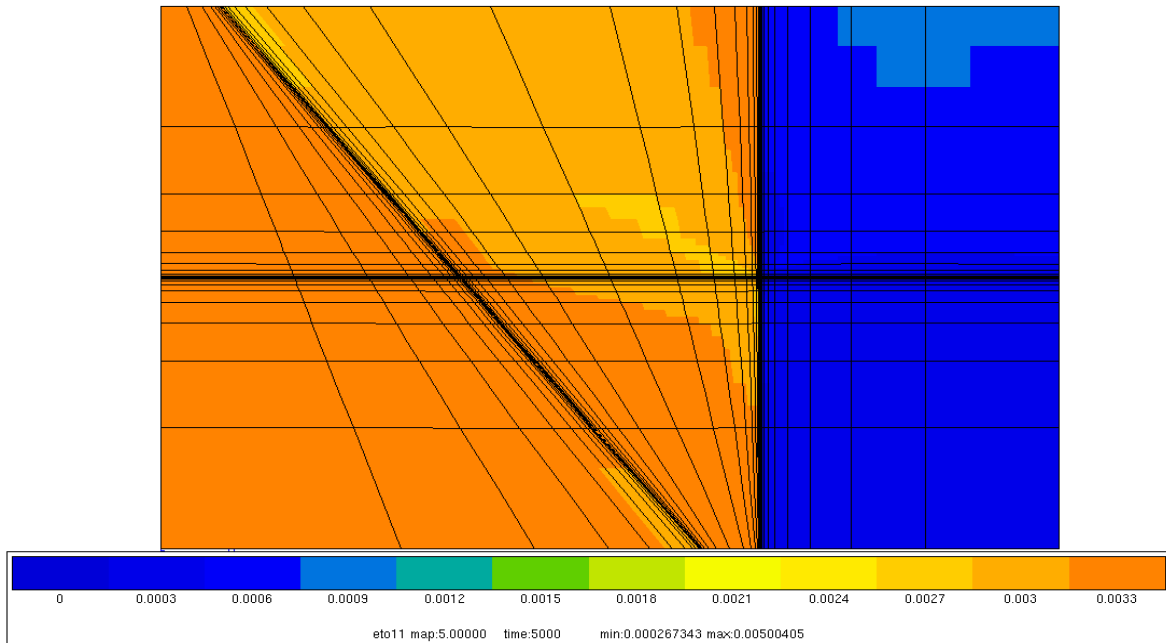


Figure 6-54 : champs de la composante  $\varepsilon_{11}$  du tenseur des déformations pour la configuration rapide en début de la plasticité

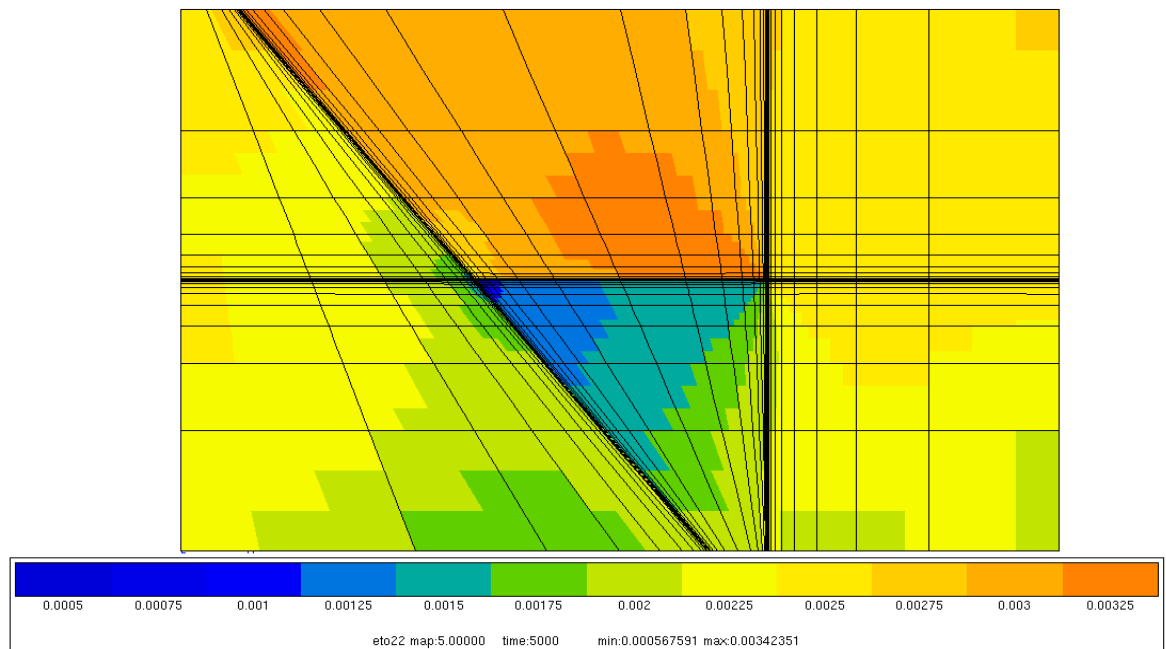


Figure 6-55 : champs de la composante  $\varepsilon_{22}$  du tenseur des déformations pour la configuration rapide en début de la plasticité

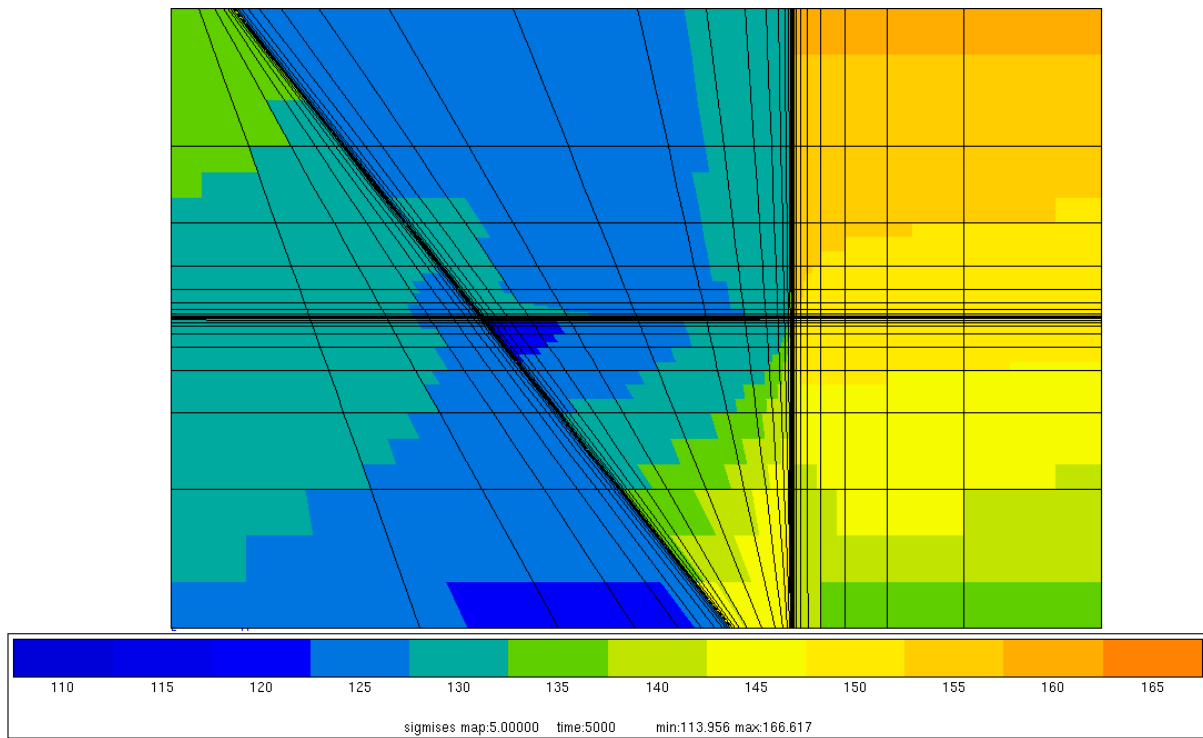


Figure 6-56 : champs de la contrainte équivalente de Von Mises pour la configuration rapide en début de la plasticité

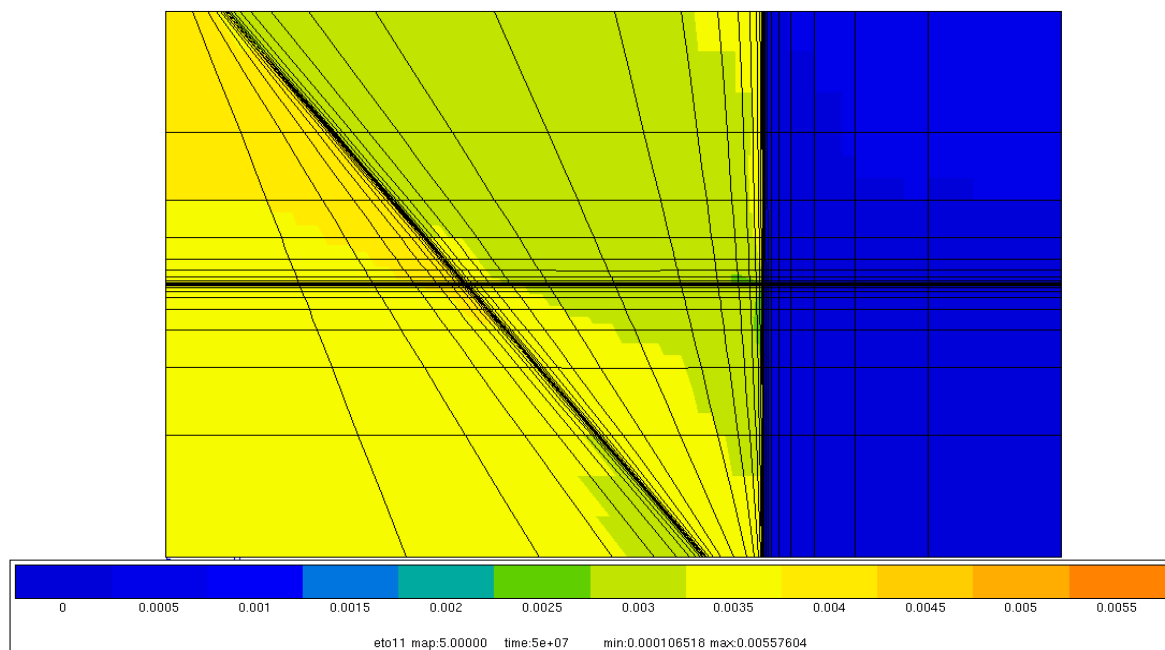


Figure 6-57 : champs de la composante  $\epsilon_{11}$  du tenseur des déformations pour la configuration lente en début de la plasticité

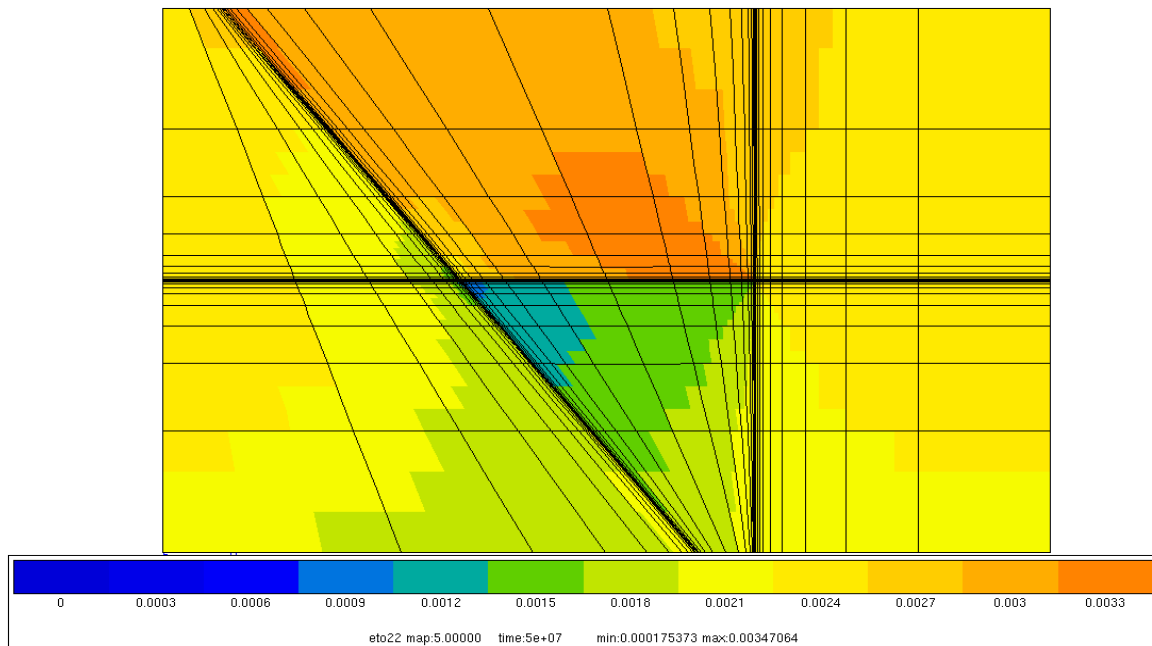


Figure 6-58 : champs de la composante  $\epsilon_{22}$  du tenseur des déformations pour la configuration lente en début de la plasticité

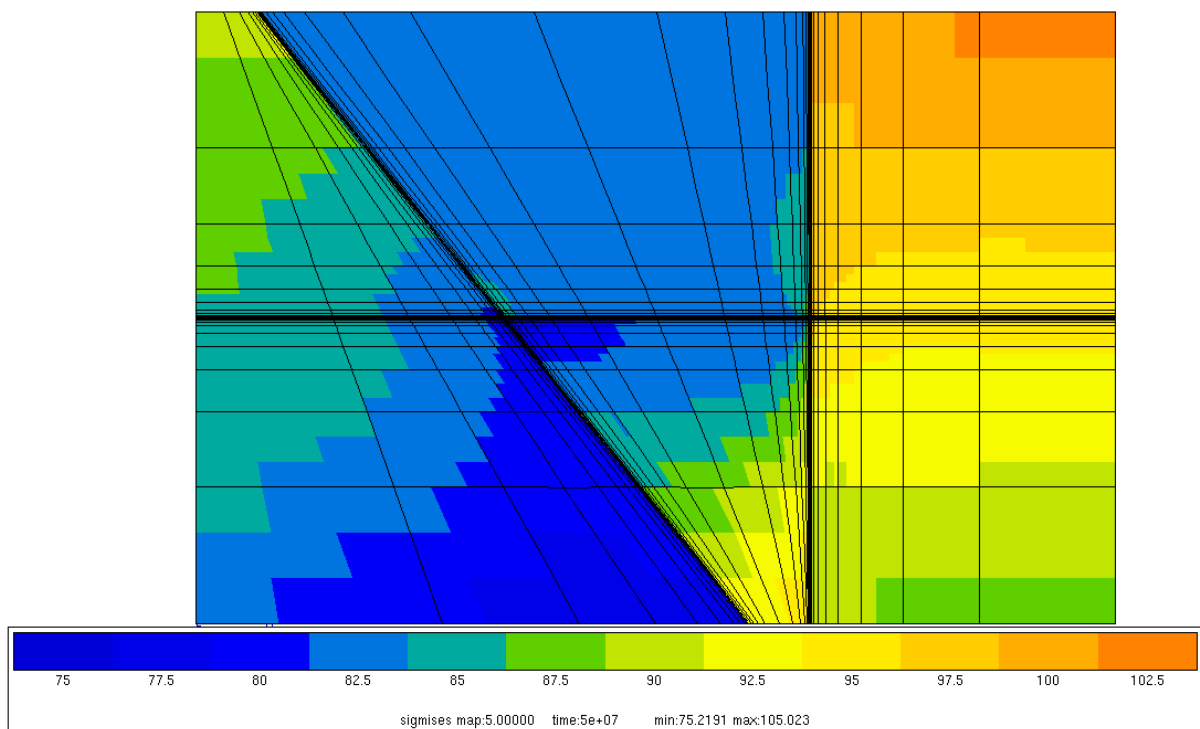


Figure 6-59 : champs de la contrainte équivalente de Von Mises pour la configuration lente en début de la plasticité

Les seules différences notables entre les différents champs présentés sur les Figure 6-54 à 6-59 se situent au niveau des champs de contraintes (Figures 6-56, 6-59). En effet, le maximum des contraintes atteint sur la structure est plus élevé pour les conditions aux limites les plus rapides. Ceci traduit l'effet de la composante visqueuse associée aux lois de comportement cristallines utilisées.



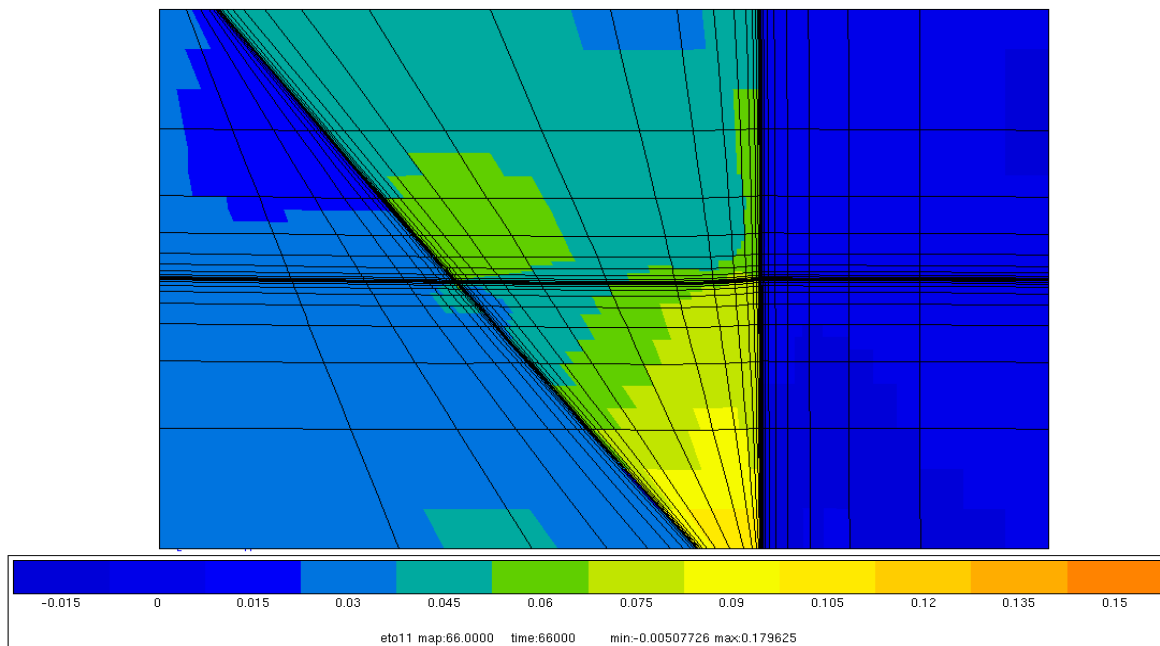


Figure 6-60 : champs de la composante  $\epsilon_{11}$  du tenseur des déformations pour la configuration rapide à 3,3% de déformation macroscopique

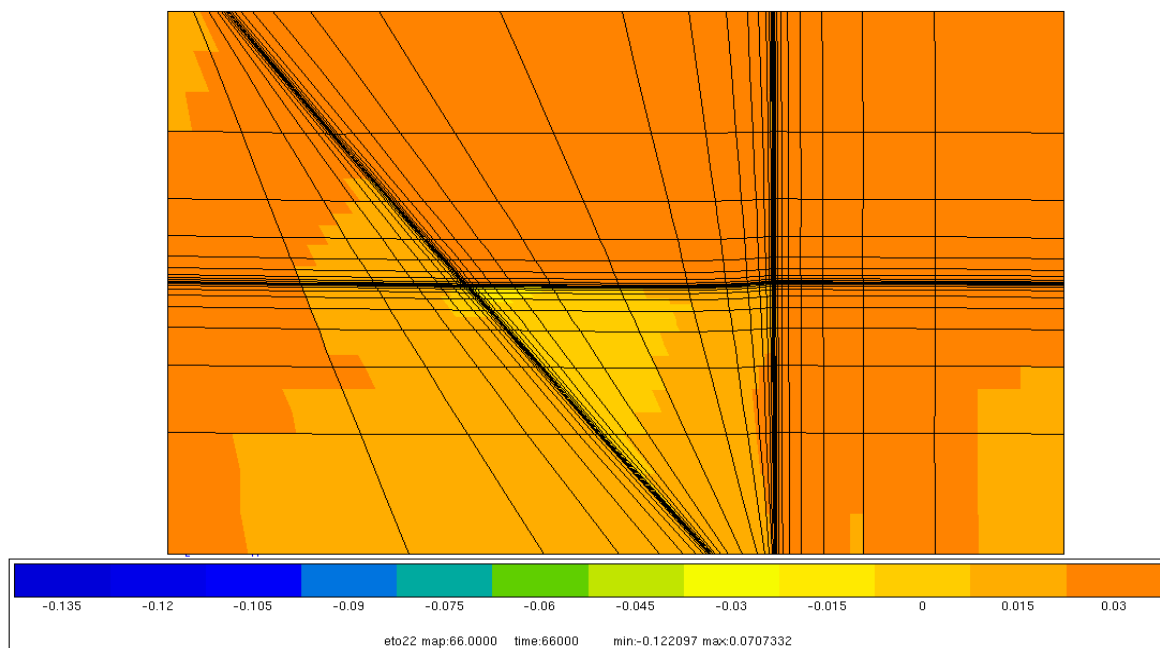
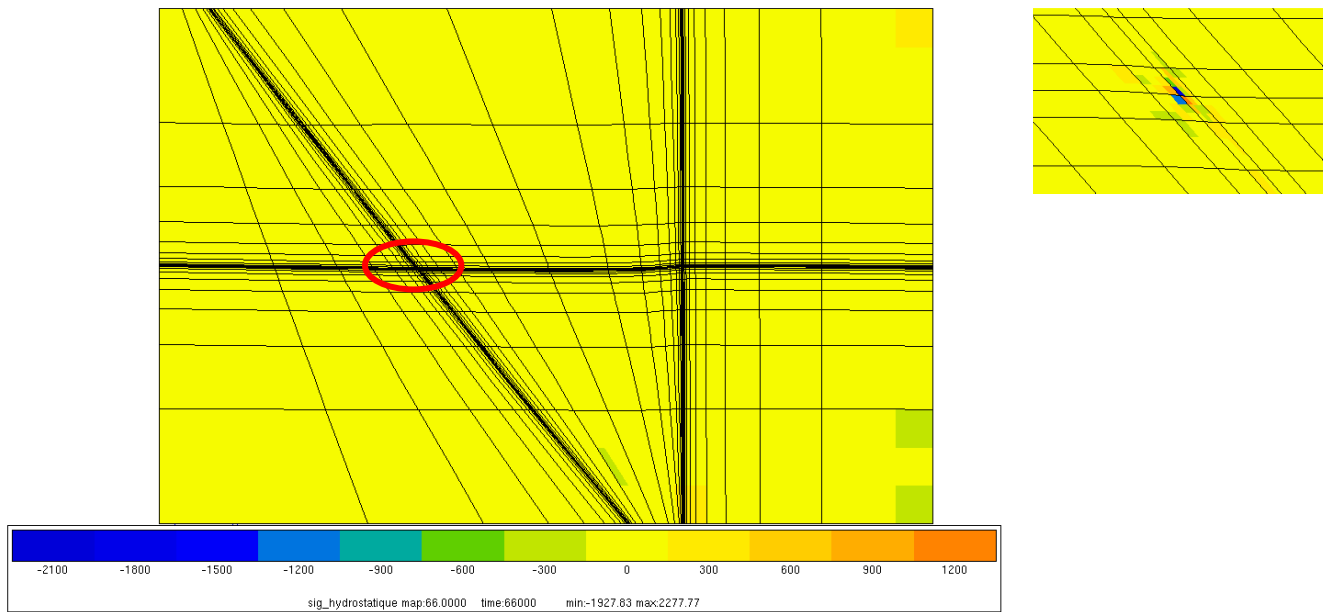
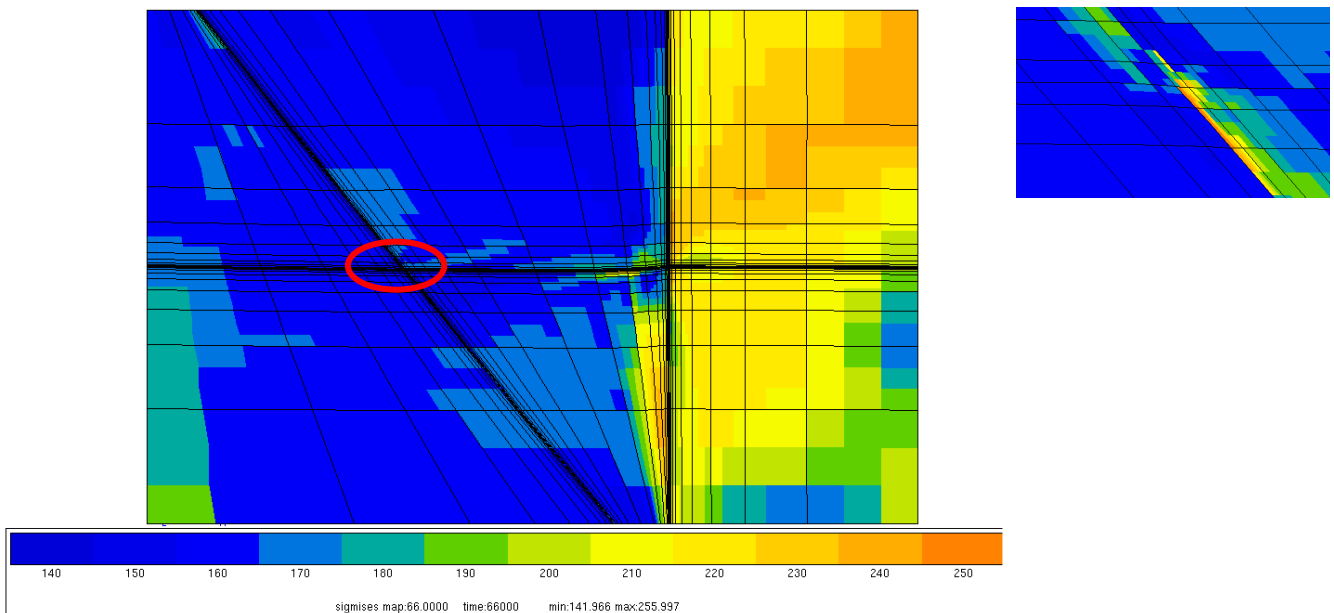


Figure 6-61 : champs de la composante  $\epsilon_{22}$  du tenseur des déformations pour la configuration rapide à 3,3% de déformation macroscopique



**Figure 6-62 : champs de la contrainte hydrostatique pour la configuration rapide à 3,3% de déformation macroscopique (en droite zoom sur le joint triple entouré en rouge)**



**Figure 6-63 : champs de la contrainte équivalente de Von Mises pour la configuration rapide à 3,3% de déformation macroscopique (à droite zoom sur le joint triple entouré en rouge)**

Les Figures 6-62, 6-63 et 6-66, 6-67 montrent que, quelle que soit la vitesse de sollicitation utilisée, les joints triples sont le siège d'une forte concentration de contraintes. Le niveau atteint dans les éléments de cette zone est en effet 4 fois supérieur à celui obtenu dans les grains. Il existe également une discontinuité des contraintes au niveau du point triple avec un passage de -2700MPa à -2200MPa juste en changeant d'élément (Figure 6-62).

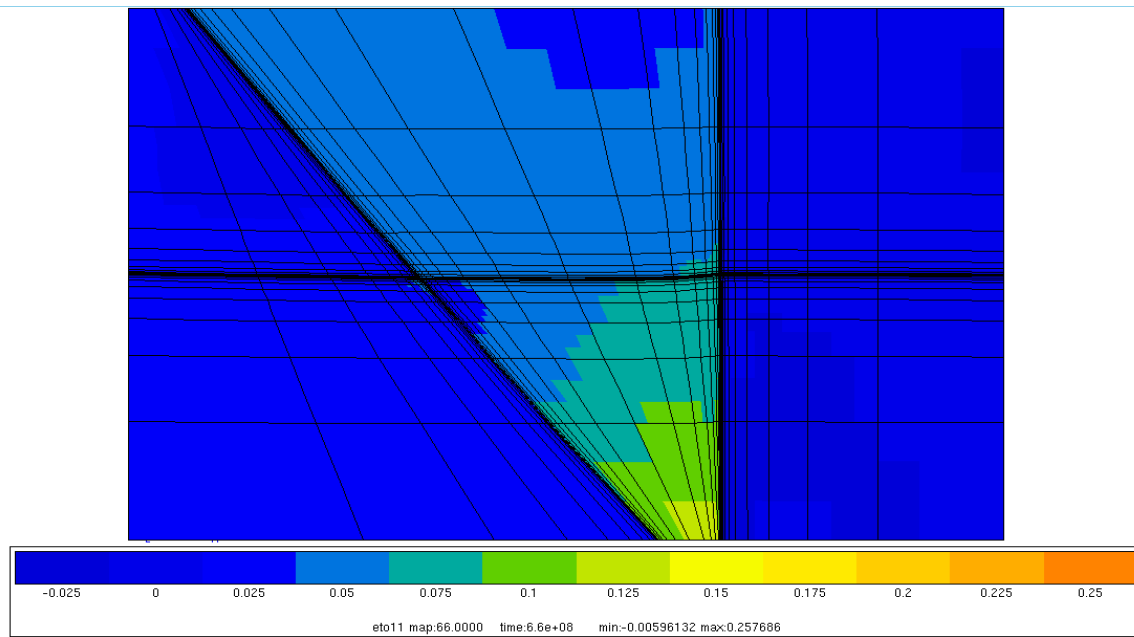


Figure 6-64 : champs de la composante  $\epsilon_{11}$  du tenseur des déformations pour la configuration lente à 3,3% de déformation macroscopique

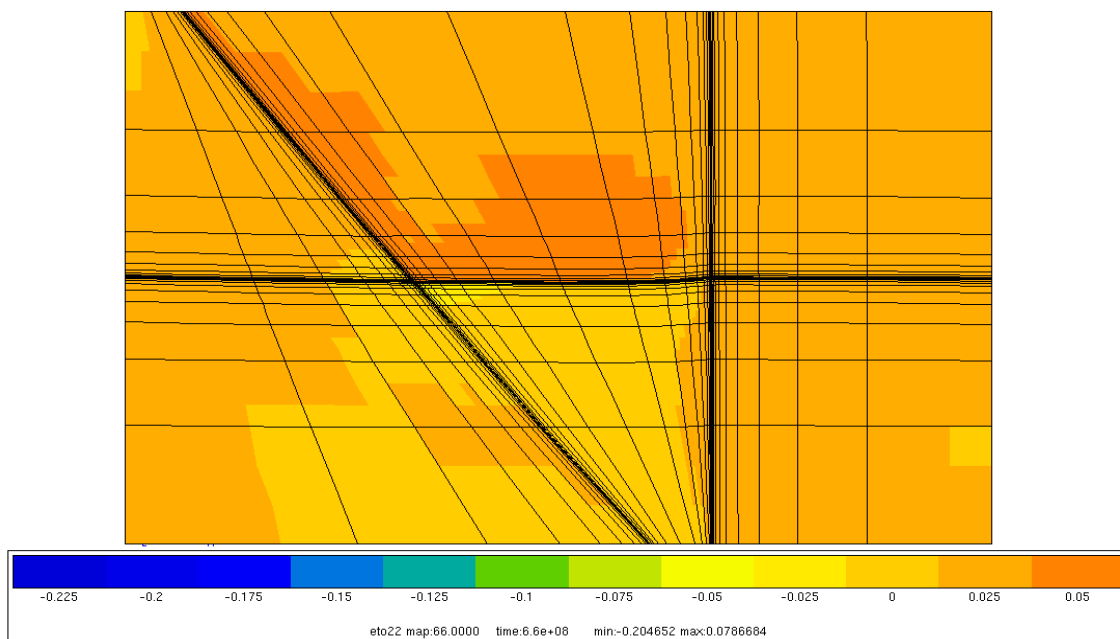


Figure 6-65 : champs de la composante  $\epsilon_{22}$  du tenseur des déformations pour la configuration lente à 3,3% de déformation macroscopique

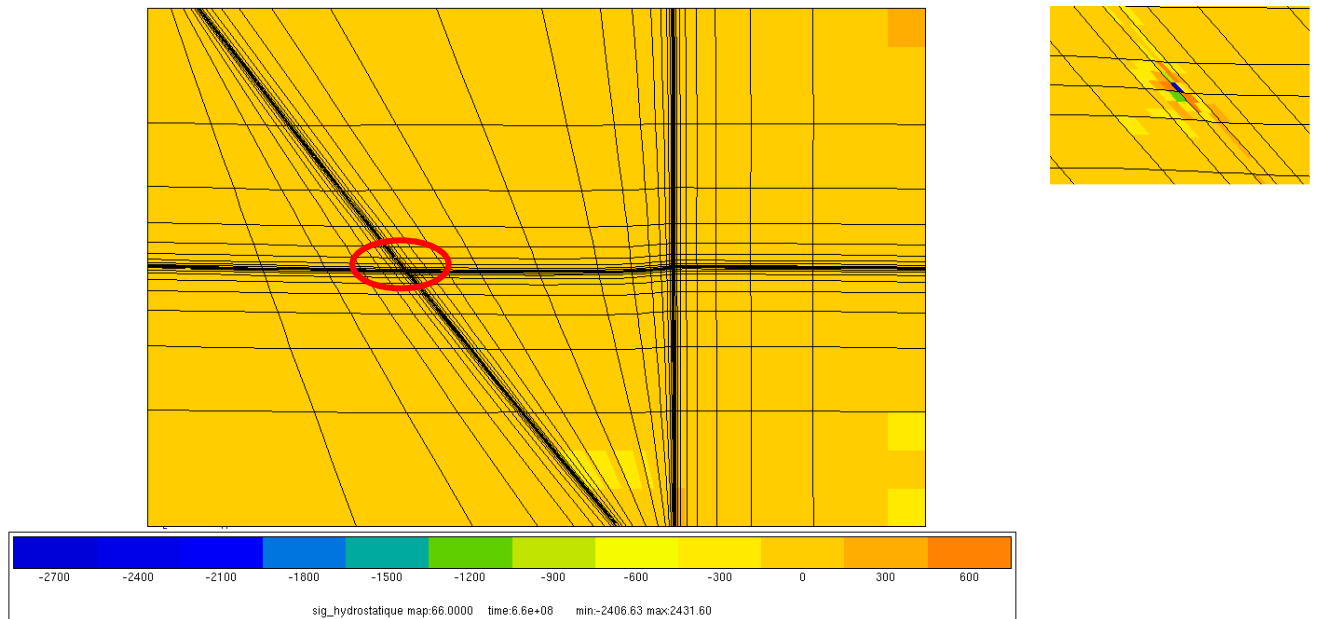


Figure 6-66 : champs de la contrainte hydrostatique pour la configuration lente à 3,3% de déformation macroscopique (à droite zoom sur le joint triple entouré en rouge)

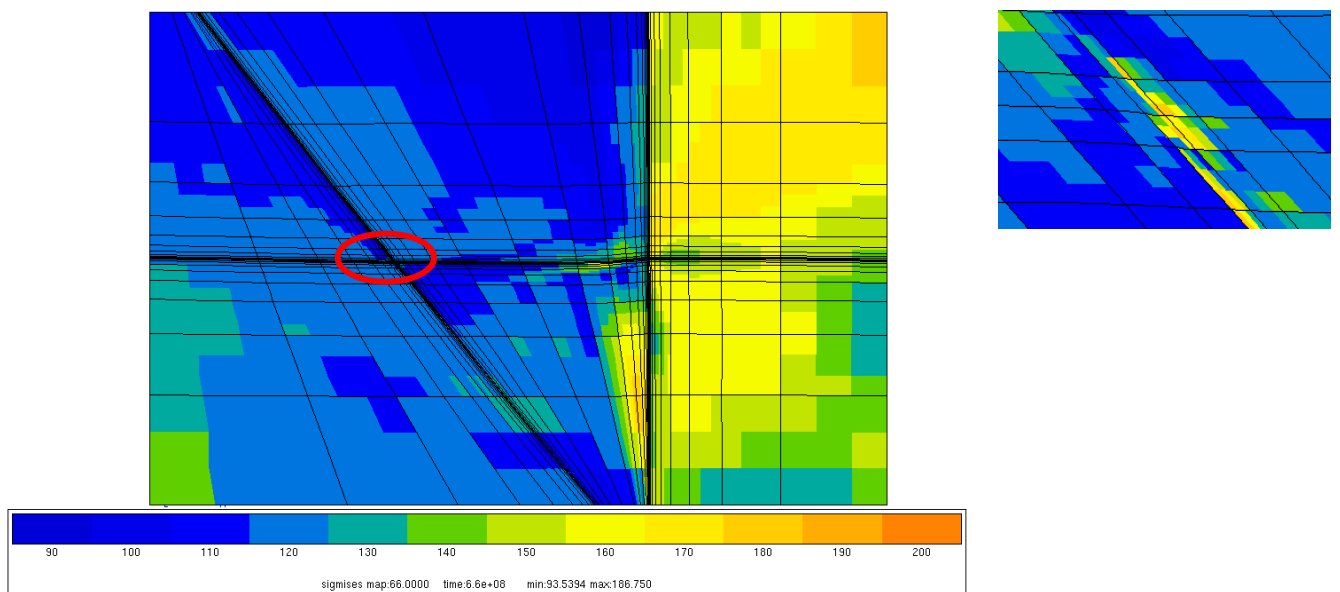


Figure 6-67 : champs de la contrainte de Von Mises pour la configuration lente à 3,3% de déformation macroscopique (à droite zoom sur le joint triple entouré en rouge)

#### 7.4. Simulation avec utilisation d'éléments cohésifs

Les deux configurations précédemment étudiées sont reprises en y ajoutant des éléments cohésifs au niveau des interfaces. On pourra ainsi évaluer l'influence de l'ajout de ce type d'éléments sur l'amplitude des champs de contraintes et de déformations mais également sur leur distribution. La loi cohésive utilisée dans ces simulations est celle présentée dans le paragraphe 6.2 avec les paramètres indiqués dans le Tableau 6-4.

$\sigma_{\max}$ (MPa)	S (MPa.sec <sup>1/5</sup> )	s	$\delta_c$ (mm)	D (mm.sec <sup>1/d</sup> )	d
30	1000	11	0,001	0,01	20

Tableau 6-4 : Paramètres de la loi cohésive utilisée lors des simulations numériques

Tout d'abord la Figure 6-68 permet de mettre en évidence, pour les conditions de chargement choisies, l'apparition de glissement au joint. Ce champ de déplacement est comparable à ceux observés expérimentalement (cf. Figure 6-2).

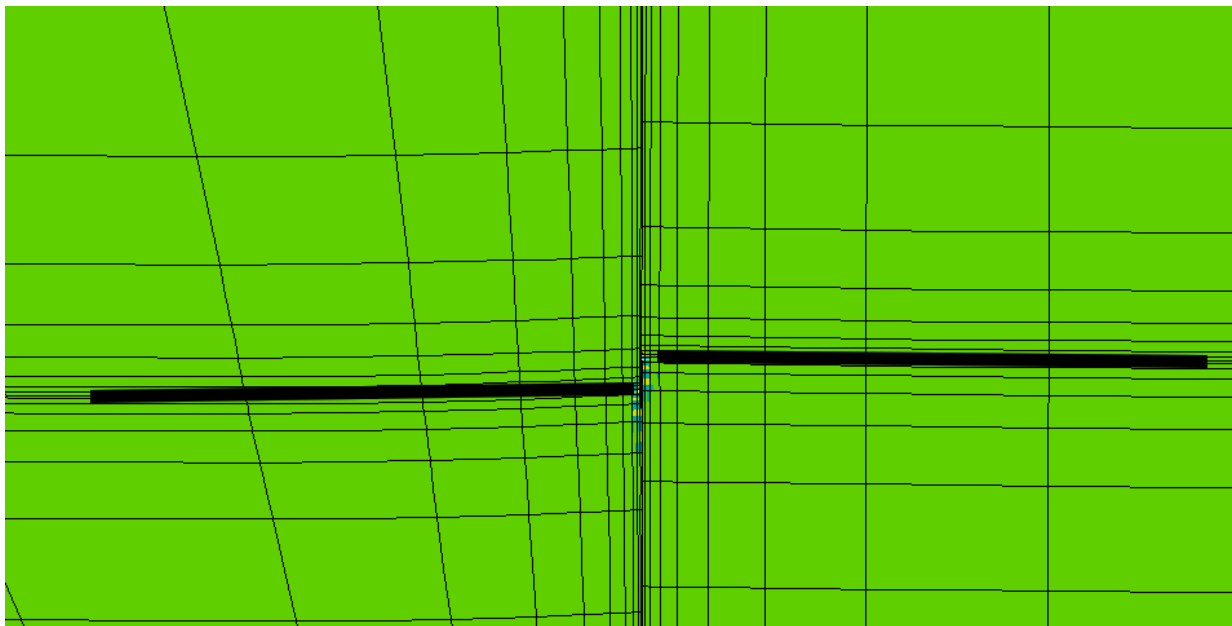


Figure 6-68 : Déformée du maillage éléments finis mettant en évidence du glissement aux joints de grains, pour une sollicitation macroscopique de 4% pour une vitesse de sollicitation de  $3 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$

Ce jeu de paramètres permet de rendre compte d'un effet visqueux sur l'activation ou non de l'endommagement. En effet, plus la vitesse de sollicitation est élevée plus les interfaces sont difficiles à endommager comme l'attestent les Figures 6-72a et b pour lesquelles le glissement intergranulaire est activé à 1,6% pour la configuration rapide et 1,5% pour la configuration lente. Cet effet est opposé à celui que l'on aurait sans effet de viscosité comme cela est présenté sur les Figures 6-69 et 6-70 où plus on tire vite et plus l'interface glisse tôt (0,7% pour la configuration rapide (Figure 6-70a) et 1,1% pour la configuration lente (Figure 6-70b)). Nous rappelons que l'objectif initial était de réaliser un modèle permettant de simuler la transition entre la déformation intra/intergranulaire en bloquant notamment l'activation du glissement aux joints de grains pour les vitesses de déformations élevées. Par conséquent l'écart constaté entre les deux configurations reste encore faible mais l'inversion de la

tendance entre les effets de vitesse montre le potentiel de cette loi cohésive. En choisissant un autre jeu de paramètres notamment des valeurs plus importantes de  $S$  et  $s$  on pourrait obtenir des différences encore plus marquées entre les deux vitesses de sollicitation choisies.

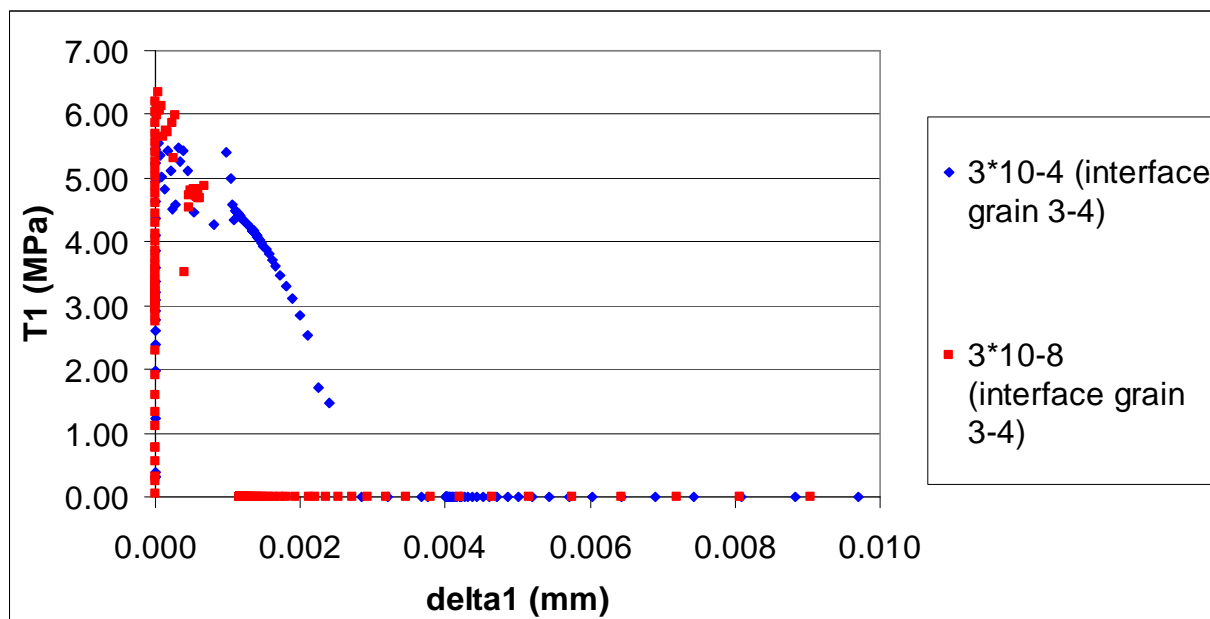
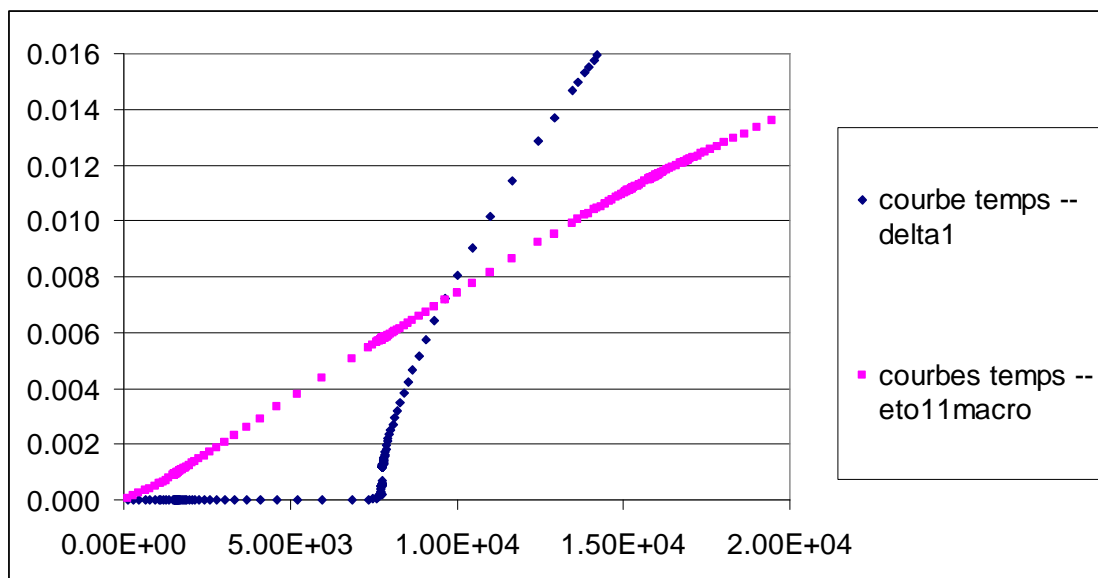
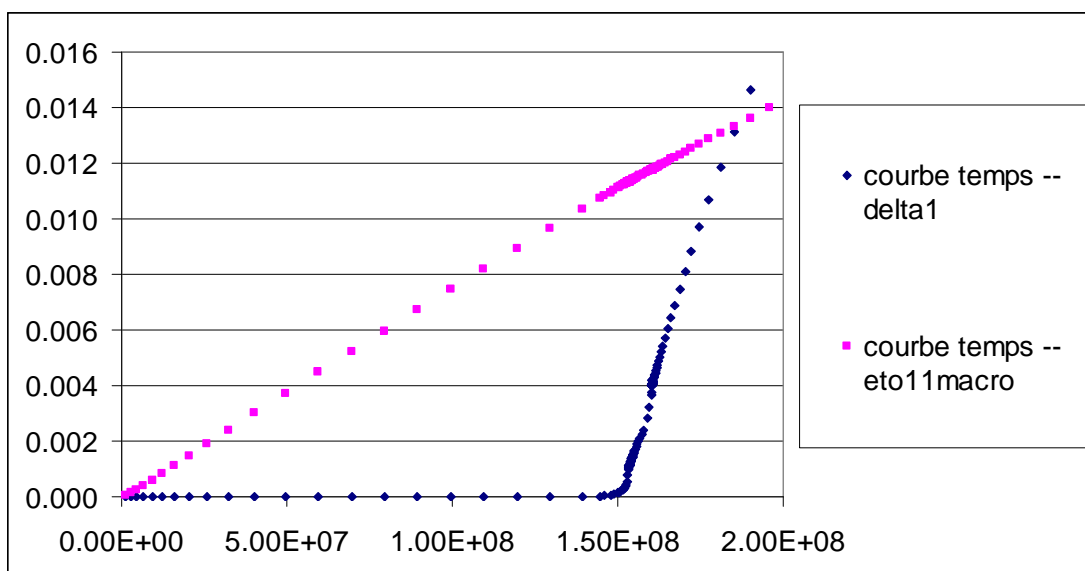


Figure 6-69 : réponse de l'interface entre les grains 3 et 4 sans viscosité



a



b

Figure 6-70 : Evolution de la composante tangentielle du déplacement de l'interface en fonction du temps. Seuil de déformation macroscopique au moment où s'enclenche le glissement au joint de grain [a. configuration rapide ; b. configuration lente] sans viscosité

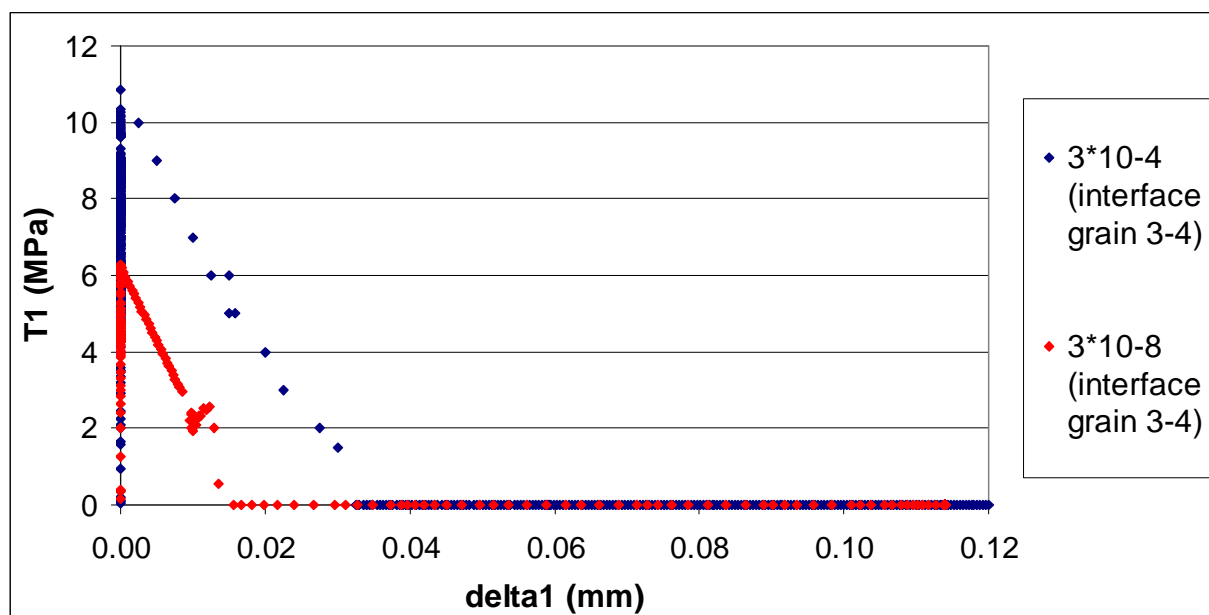
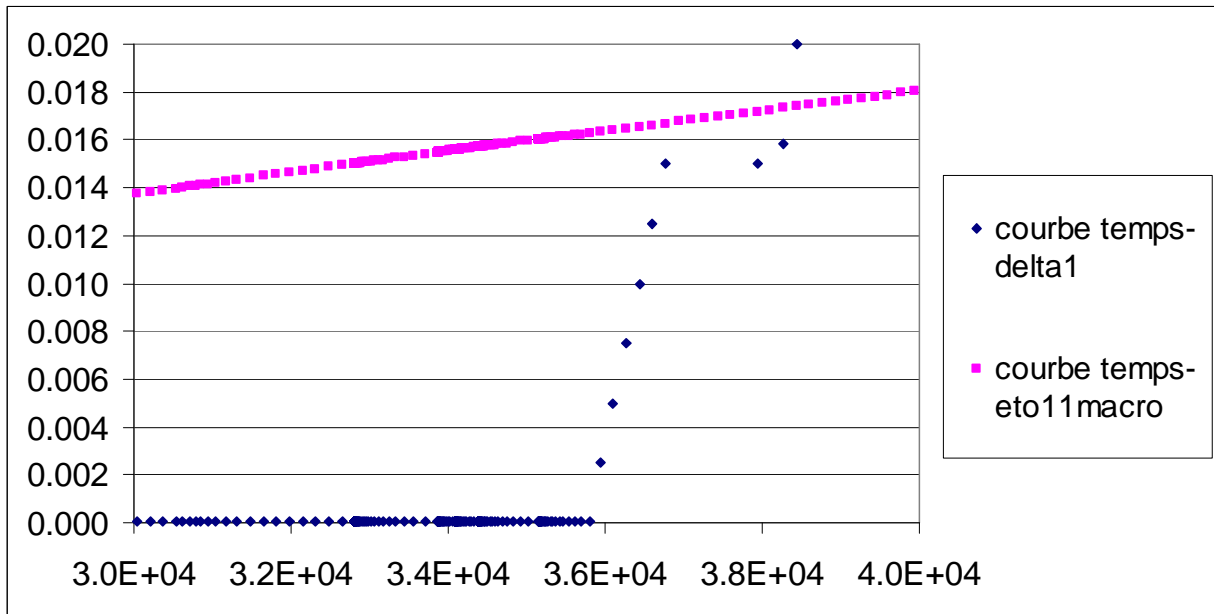
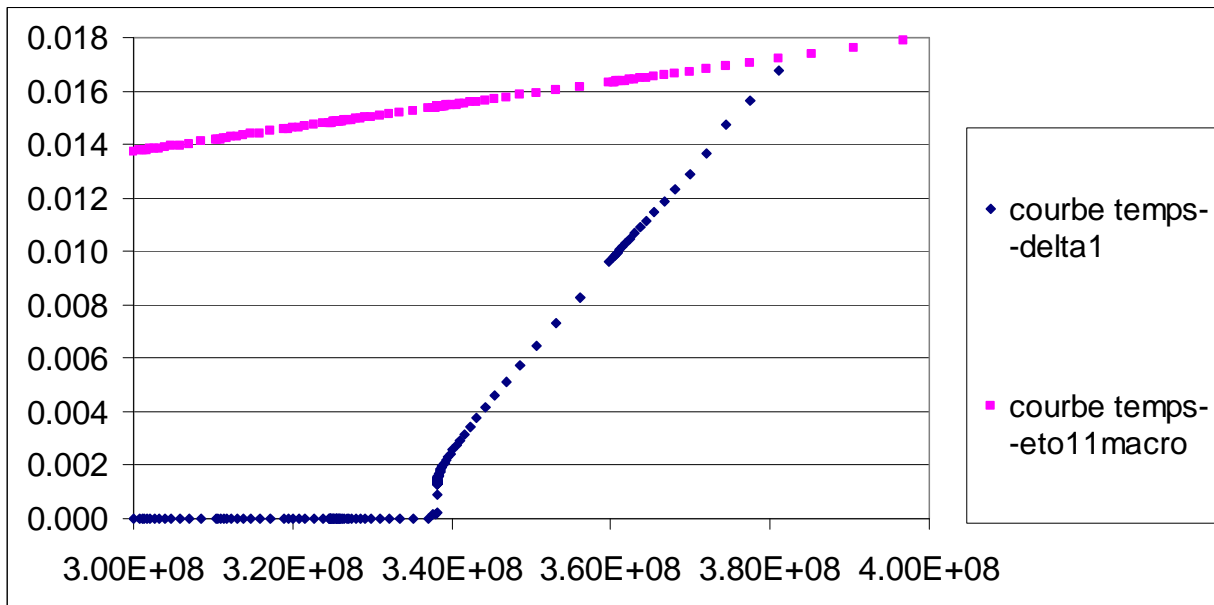


Figure 6-71 : Réponse de l'interface entre les grains 3 et 4 avec prise en compte d'un effet visqueux



a



b

**Figure 6-72 : Evolution de la composante tangentielle du déplacement de l'interface en fonction du temps. Seuil de déformation macroscopique au moment où s'enclenche le glissement au joint de grains Mise en évidence de l'effet de viscosité [a. configuration rapide ; b. configuration lente]**

D'un point de vue macroscopique, les réponses mécaniques entre les configurations avec et sans éléments cohésifs (Figure 6-73) sont semblables jusqu'à la phase d'adoucissement, conséquence de l'apparition de l'endommagement au sein de ces derniers. Les Figures 6-74 et 6-75 permettent de comparer les effets de viscosité des éléments cohésifs sur la réponse macroscopique et les réponses moyennes de chaque grain. Cet effet ne semble pas extrêmement marqué, par compte l'effet de viscosité se manifeste vis-à-vis des réponses mécaniques macroscopiques puisque les niveaux de la contrainte d'écoulement sont assez différents.



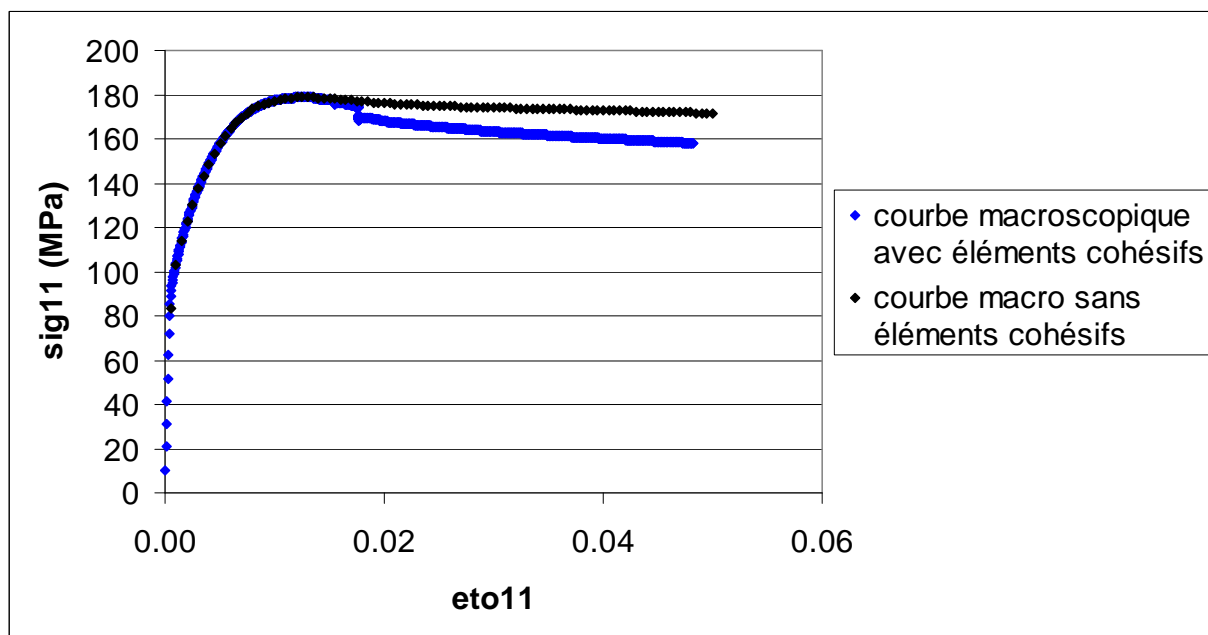


Figure 6-73 : comparaison des courbes macroscopiques dans le cas de la configuration rapide dans la direction 1 avec et sans éléments cohésifs

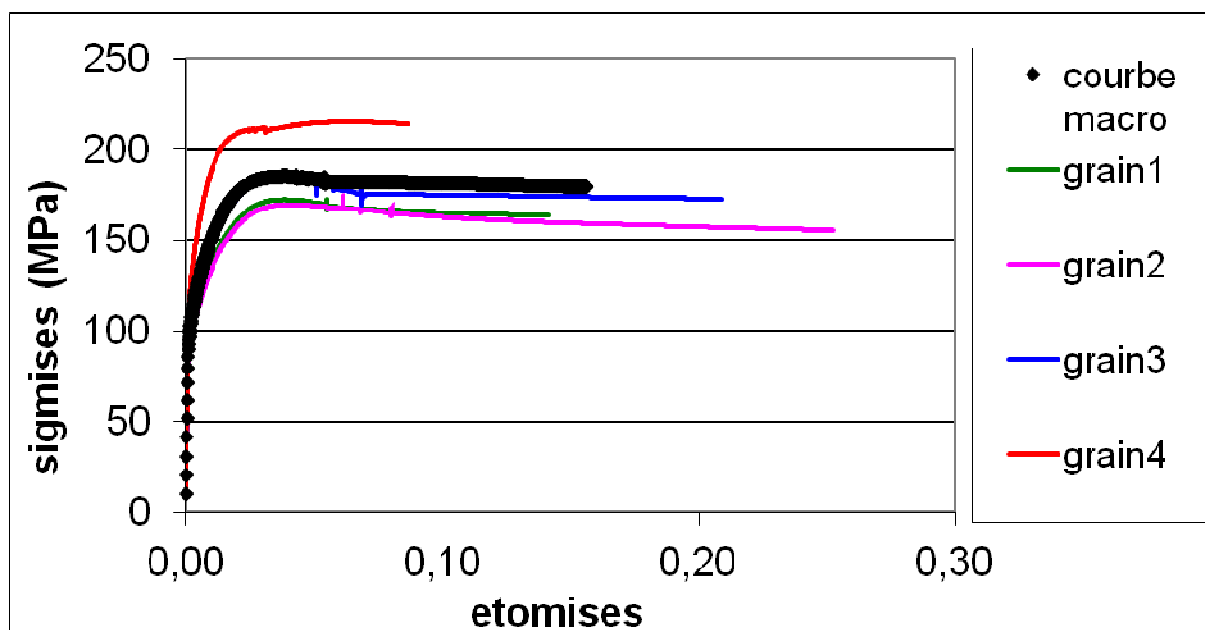


Figure 6-74 : courbes de comportement (contrainte et déformation équivalente) de l'agrégat test pour la configuration rapide avec éléments cohésifs

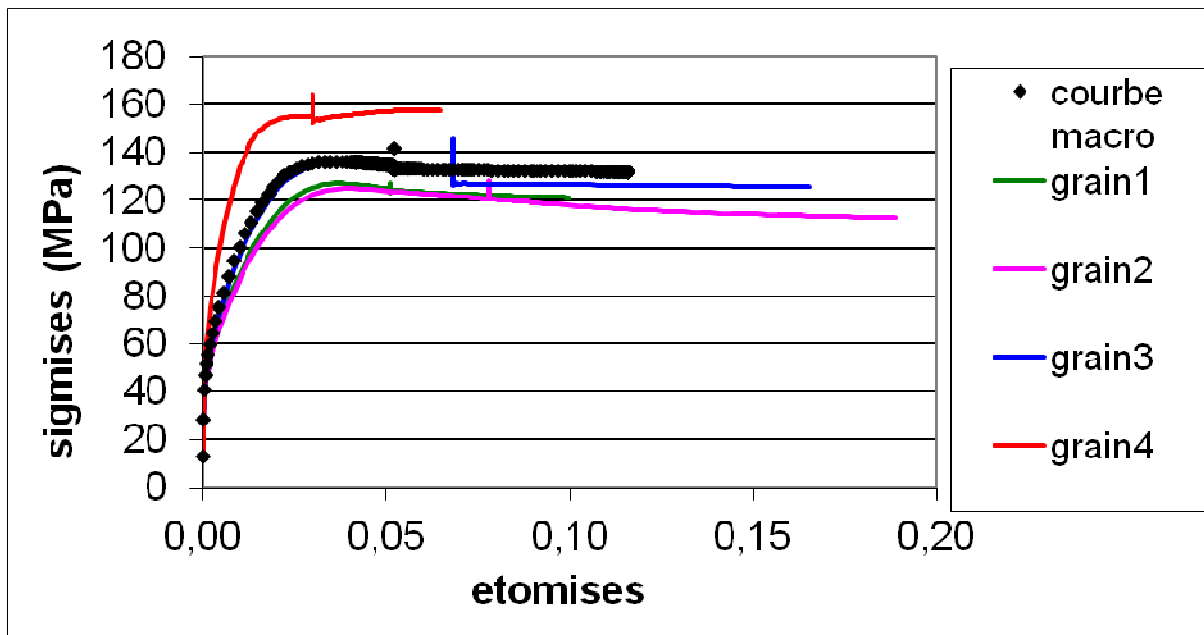


Figure 6-75 : courbes de comportement (contrainte et déformation équivalente) de l'agrégat test pour la configuration lente avec éléments cohésifs

Les Figures 6-76 à 6-88, 6-91 et 6-92 présentent les composantes 11 et 22 pour les champs de déformation et ceux de la contrainte équivalente de Von Mises pour deux instants particuliers : au seuil de plasticité macroscopique et pour  $E_{11} = 3,3\%$  de déformation macroscopique.

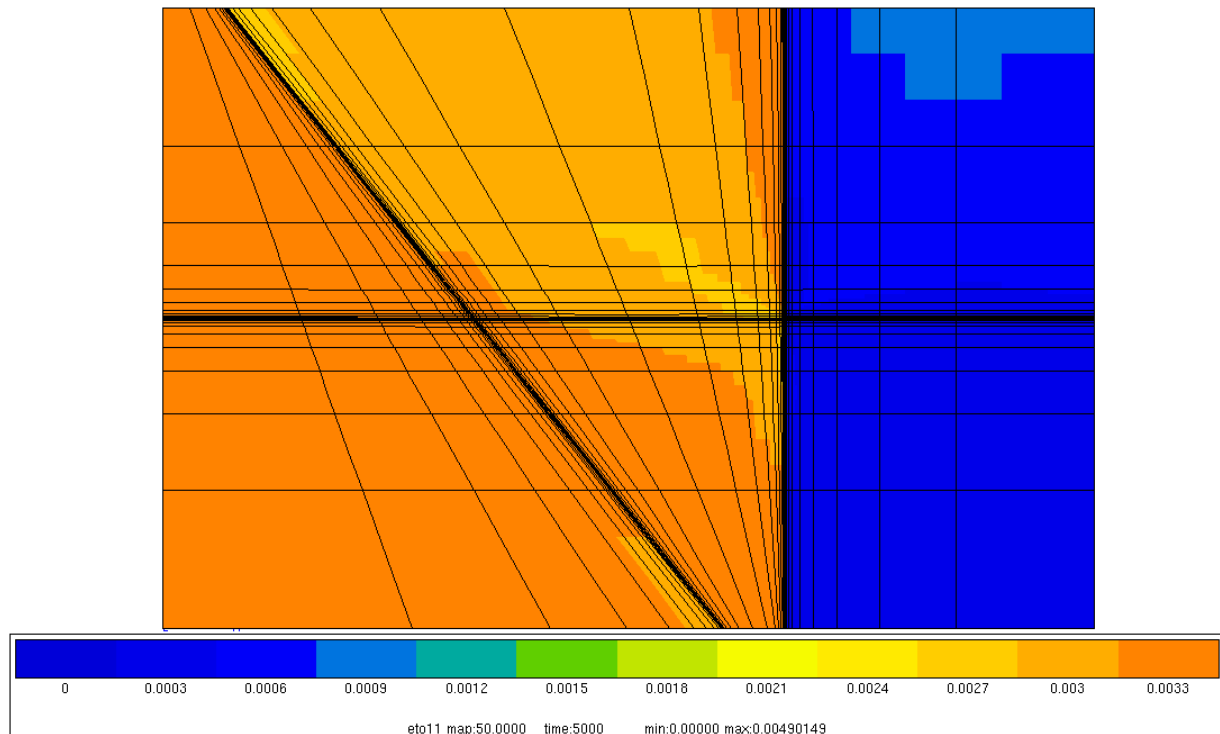
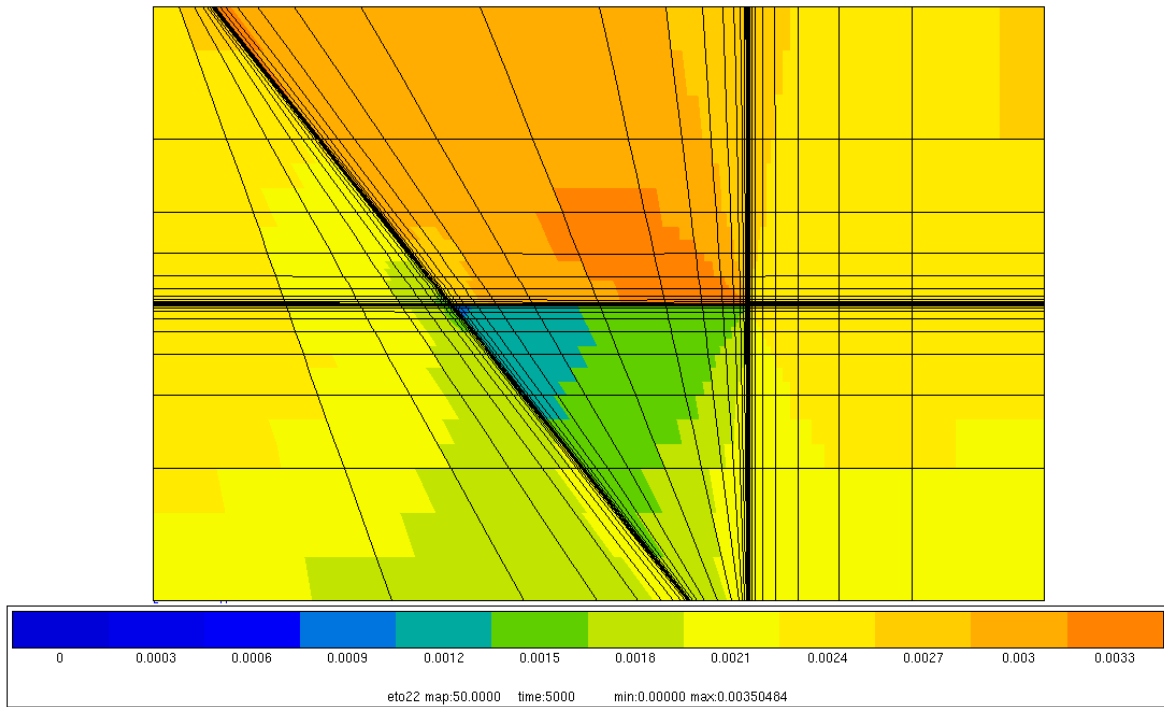
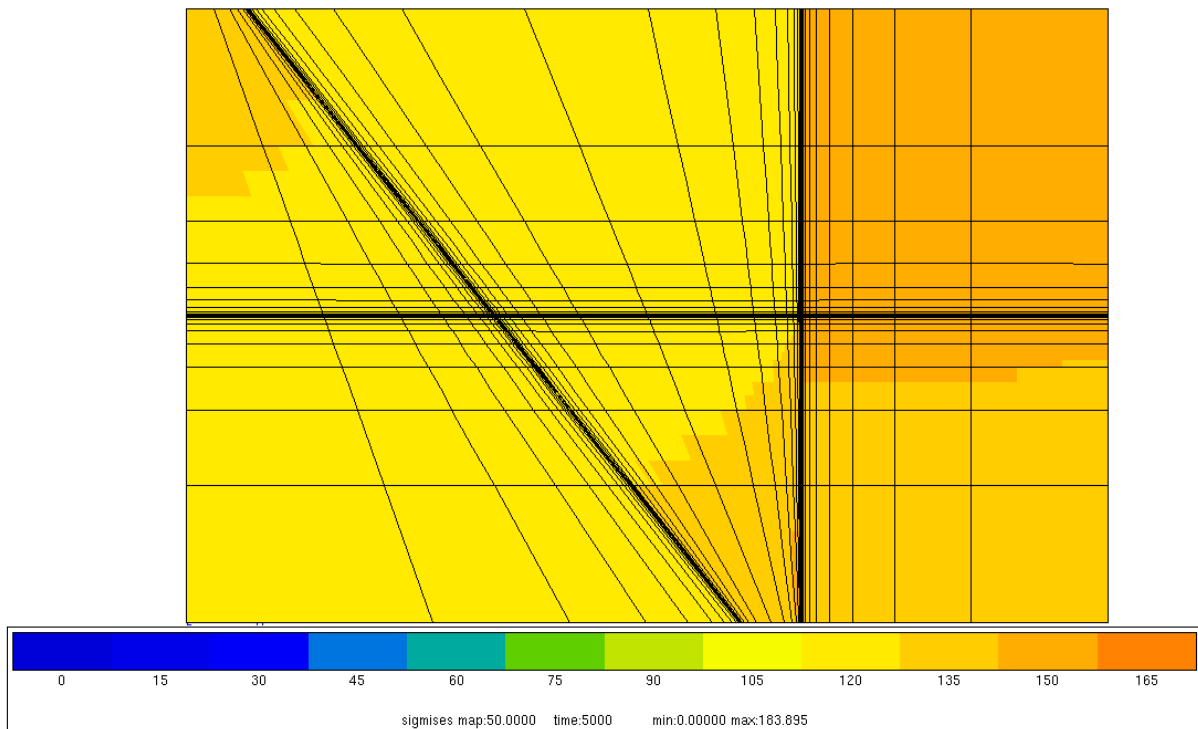


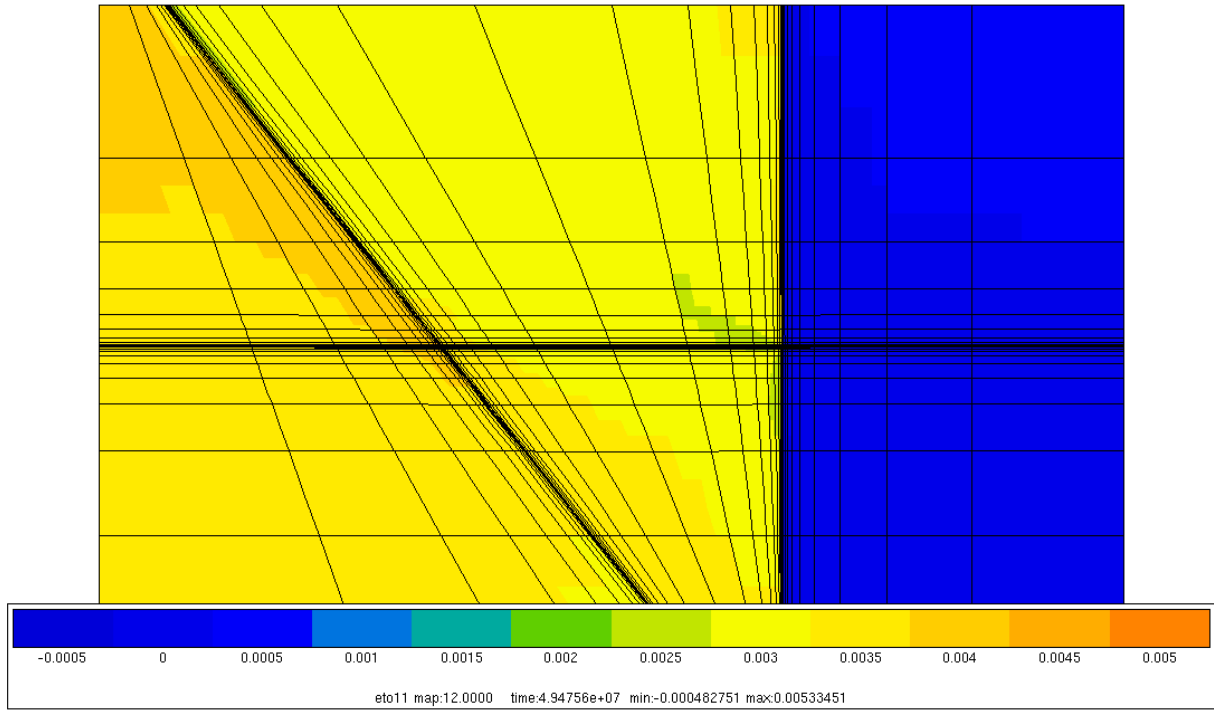
Figure 6-76 : Composante  $\epsilon_{11}$  du champ de déformation au seuil de plasticité macroscopique pour la configuration rapide (avec éléments cohésifs)



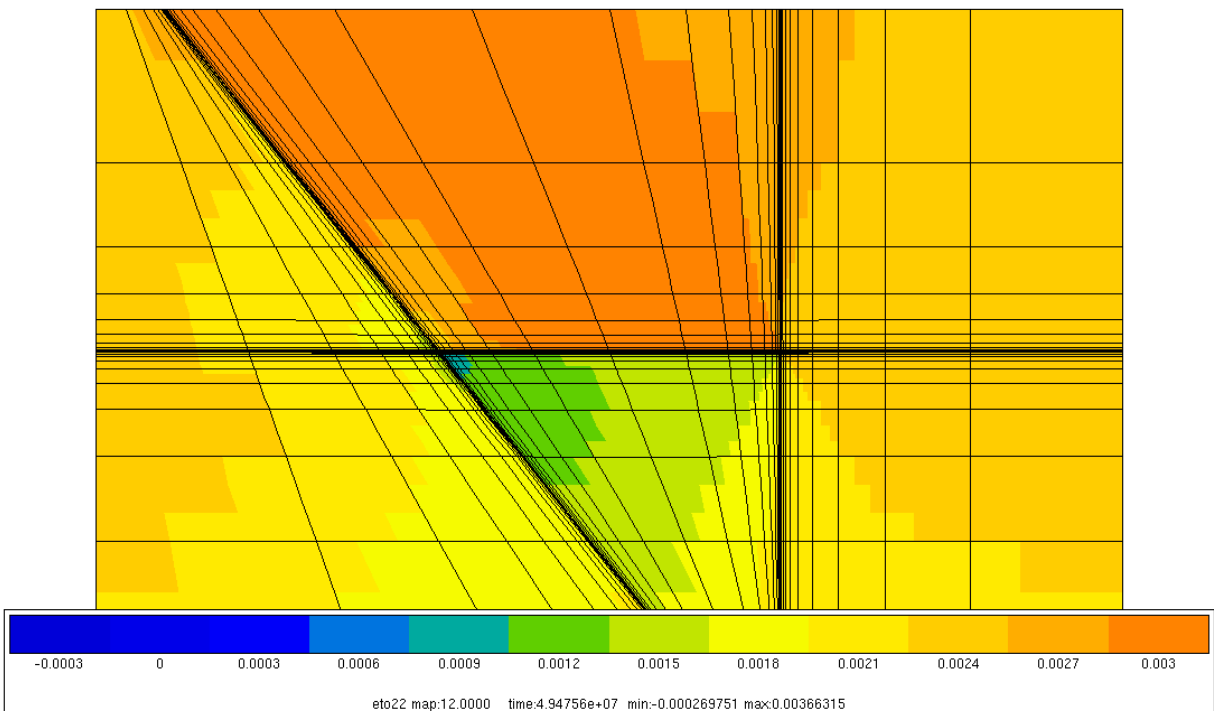
**Figure 6-77 : Composante  $\epsilon_{22}$  du champ de déformation au seuil de plasticité macroscopique pour la configuration rapide (avec éléments cohésifs)**



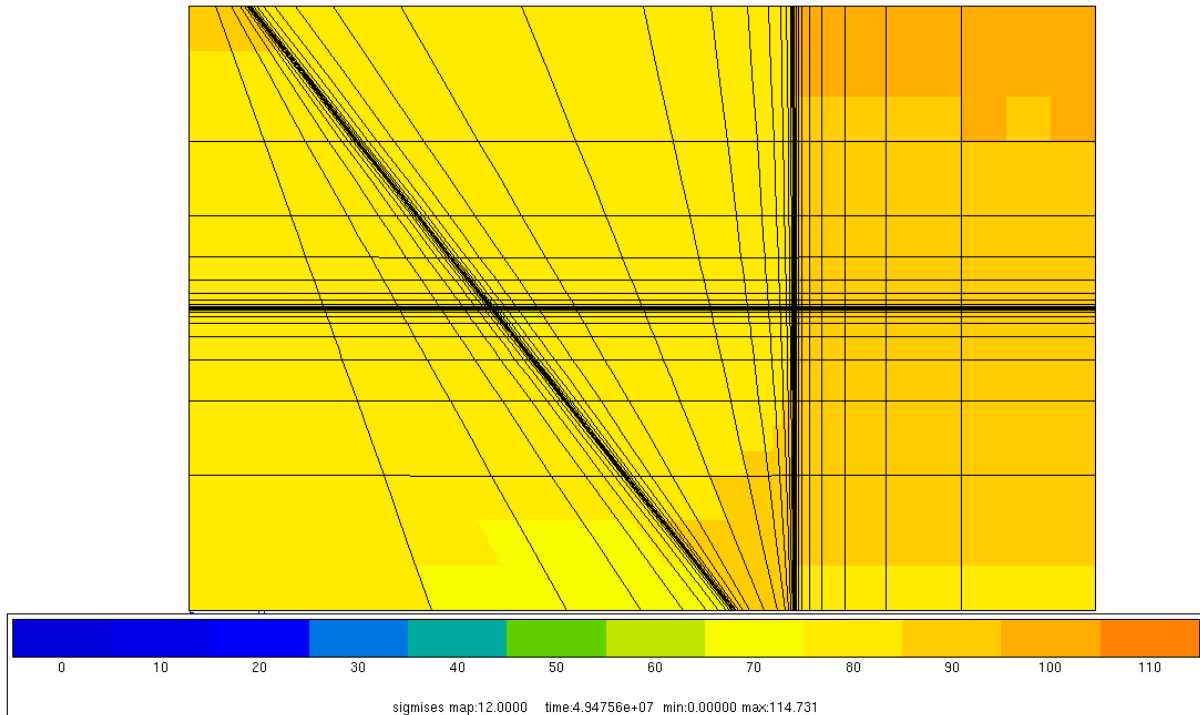
**Figure 6-78 : Contrainte équivalente de Von Mises au seuil de plasticité macroscopique pour la configuration rapide (avec éléments cohésifs)**



**Figure 6-79 : Composante  $\epsilon_{11}$  du champ de déformation au seuil de plasticité macroscopique pour la configuration lente (avec éléments cohésifs)**



**Figure 6-80 : Composante  $\epsilon_{22}$  du champ de déformation au seuil de plasticité macroscopique pour la configuration lente (avec éléments cohésifs)**



**Figure 6-81 : Contrainte équivalente de Von Mises au seuil de plasticité macroscopique pour la configuration lente (avec éléments cohésifs)**

On constate qu'au seuil de plasticité macroscopique, la distribution des champs de déformation en début de plasticité (Figures 6-52 à 6-59 et 6-76 à 6-81) est identique. Ceci est attendu puisque les comparaisons sont effectuées au même taux de déformation macroscopique et le glissement intergranulaire n'est pas encore activé. Seule l'amplitude du champ de contrainte est différente, puisque la valeur de la limite d'élasticité dépend de l'effet visqueux associé au comportement intragranulaire

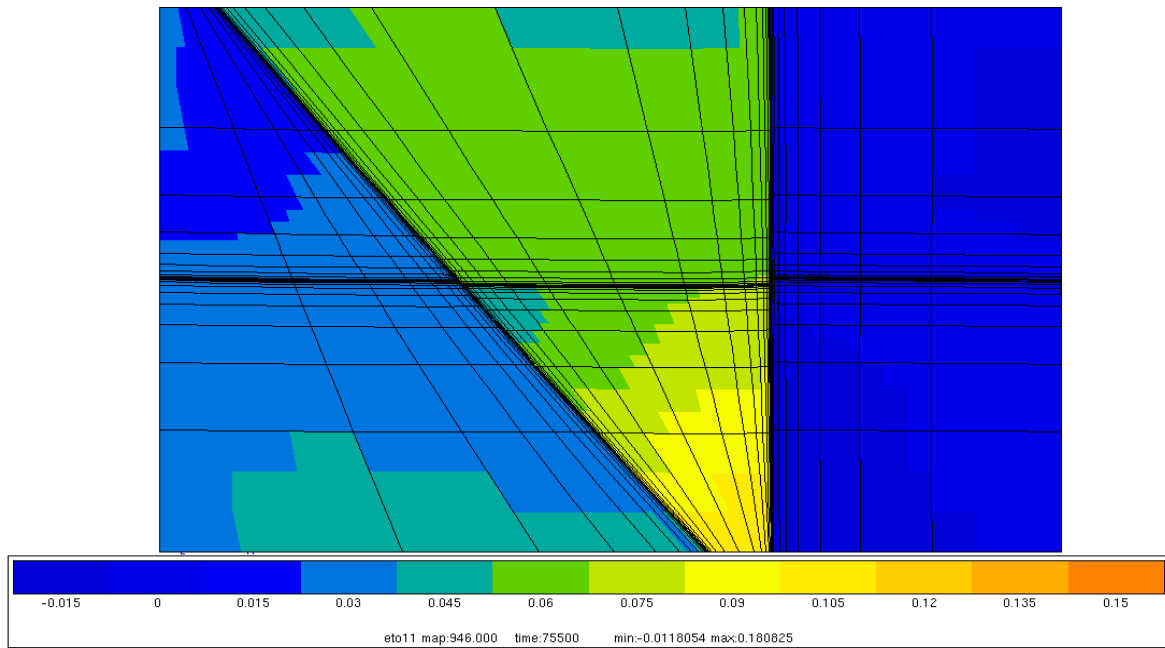


Figure 6-82 : Composante  $\varepsilon_{11}$  du champ de déformation pour  $E_{11}= 3,3\%$  macroscopique pour la configuration rapide (avec éléments cohésifs)

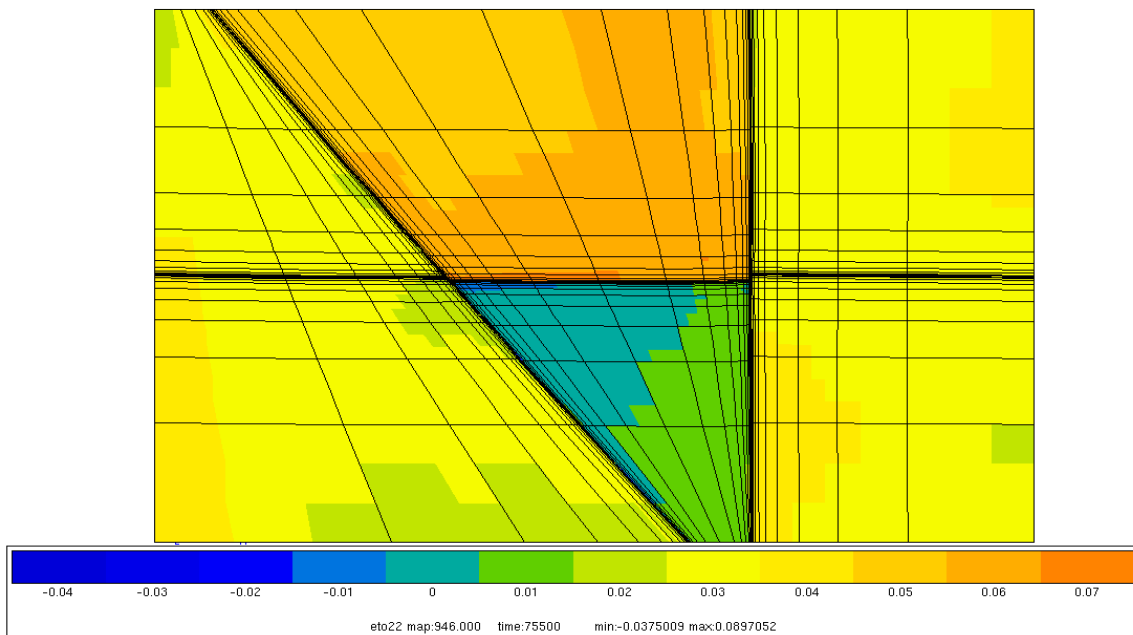


Figure 6-83 : Composante  $\varepsilon_{22}$  du champ de déformation pour  $E_{11}= 3,3\%$  macroscopique pour la configuration rapide (avec éléments cohésifs)

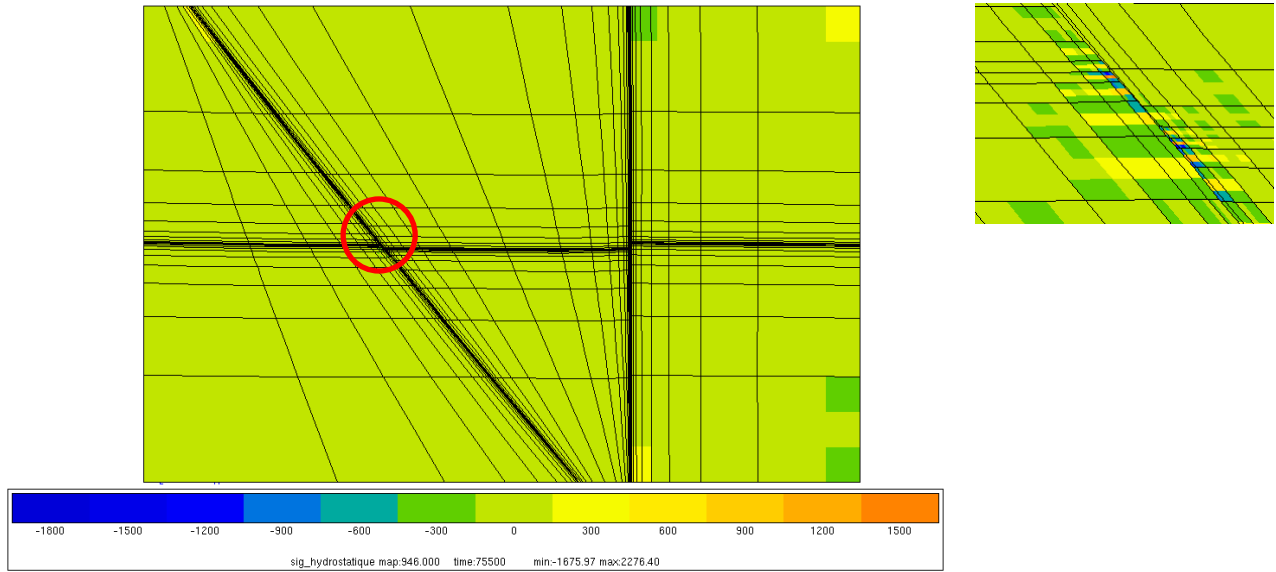


Figure 6-84 : Contrainte hydrostatique pour E11= 3,3% macroscopique pour la configuration rapide (à droite zoom sur le joint triple entouré en rouge) [avec éléments cohésifs]

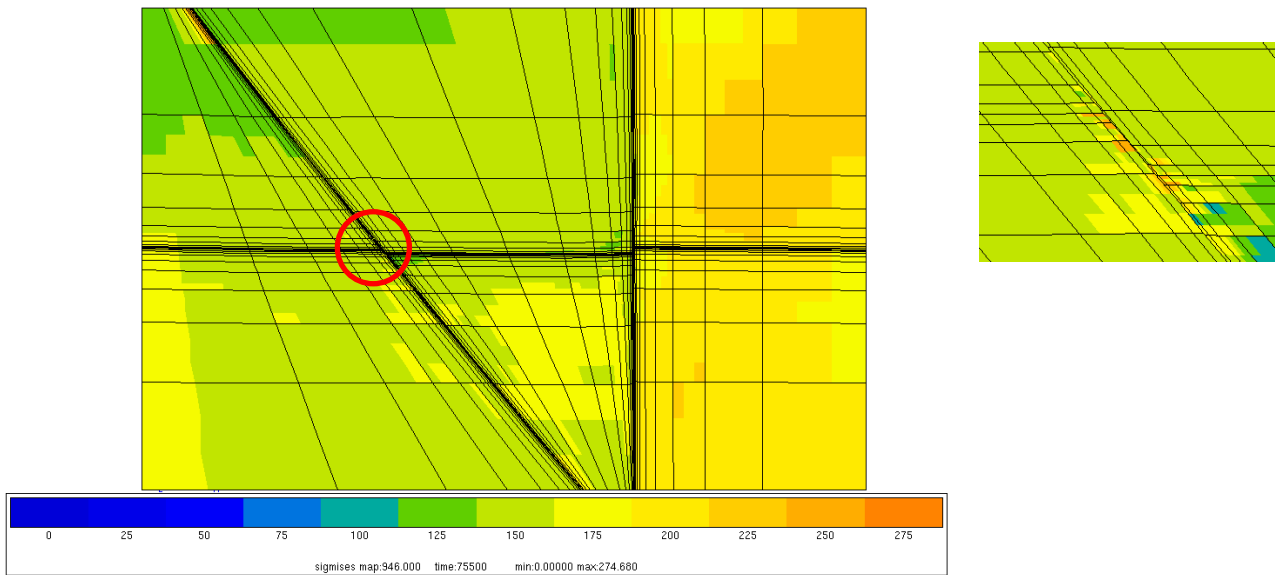


Figure 6-85 : Contrainte de Von Mises pour E11= 3,3% macroscopique pour la configuration rapide (à droite zoom sur le joint triple entouré en rouge) [avec éléments cohésifs]

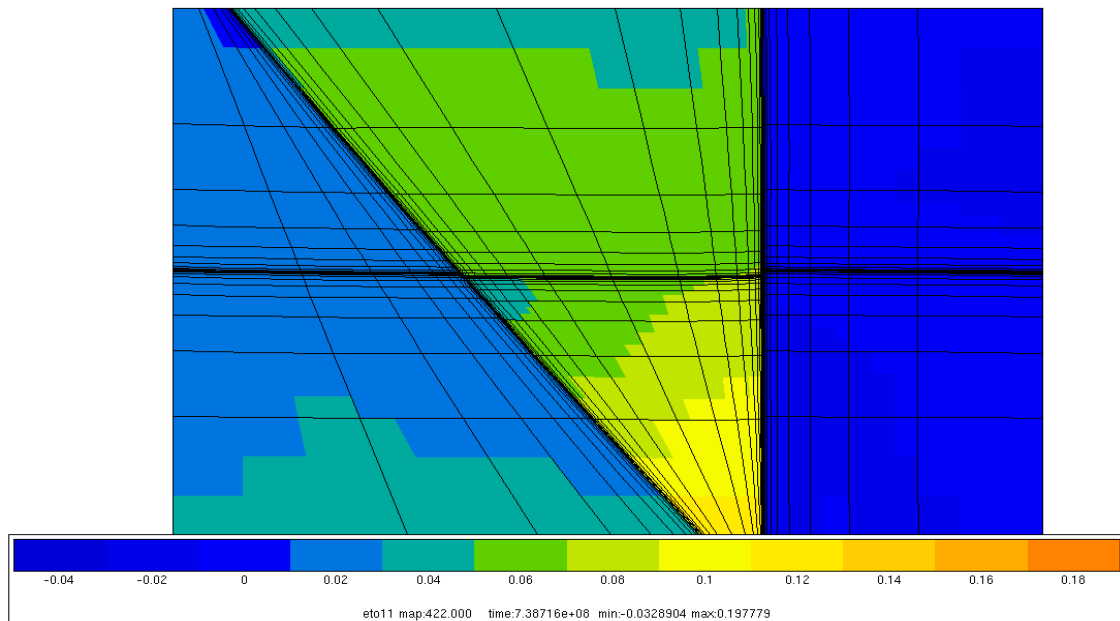


Figure 6-86 : Composante  $\varepsilon_{11}$  du champ de déformation pour  $E_{11}= 3,3\%$  macroscopique pour la configuration lente (avec éléments cohésifs)

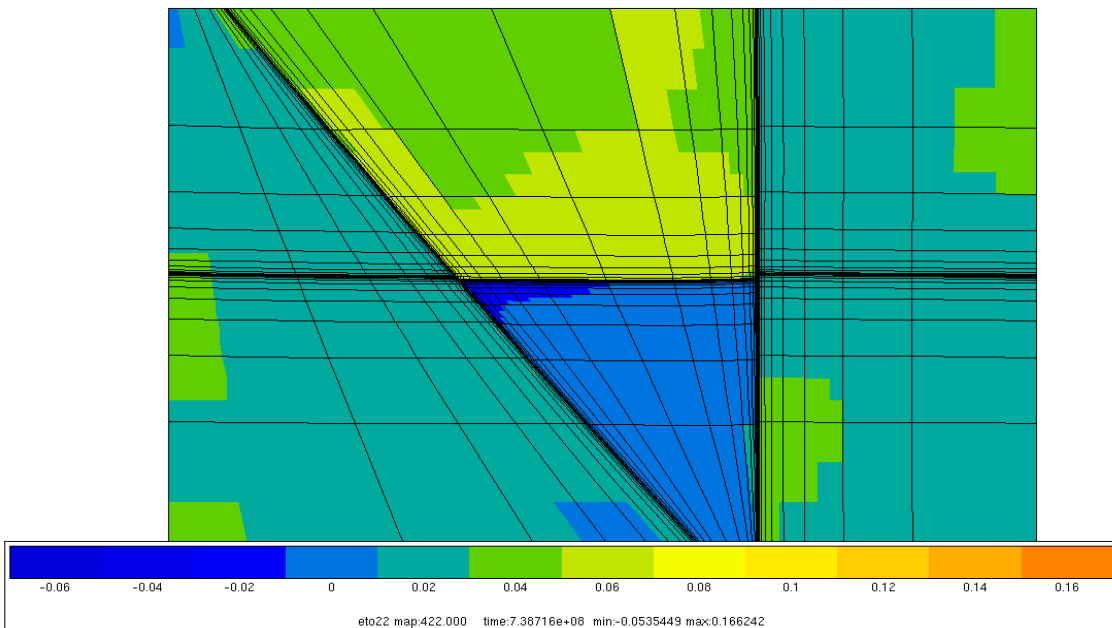


Figure 6-87 : Composante  $\varepsilon_{22}$  du champ de déformation pour  $E_{11}= 3,3\%$  macroscopique pour la configuration lente (avec éléments cohésifs)

Pour  $E_{11}= 3,3\%$ , on constate une modification substantielle de la distribution des champs de déformation (Figures 6-61, 6-65, 6-83 et 6-87) entre la configuration avec et sans éléments cohésifs. En effet, l'amplitude de déformation mesurée est bien plus faible en présence d'éléments cohésifs, notamment vis-à-vis des extrema qui se situent au niveau des joints triples. Ces observations sont complétées d'un point de vue statistique par l'analyse de la distribution (Figure 6-88) ainsi que de la répartition (Figure 6-89), pour le grain 3 (grain le plus déformé de quatre composantes du tenseurs des déformations à 3,3% de déformation macroscopique dans le cas de la configuration lente (les observations sont les mêmes pour la



configuration rapide). En effet, il apparaît que les distributions sont plus resserrées autour des valeurs moyennes avec l'ajout des éléments cohésifs dans les simulations numériques. De plus, le niveau de déformation atteint dans les joints triples (entourés en marron sur la Figure 6-89a) est plus faible avec les éléments cohésifs ce qui confirme le fait que ce type d'interface permet de mieux accommoder les hétérogénéités dans ces zones. Dans le cas de la composante de cisaillement (eto12) (Figure 6-88.d), elle est moins homogène dans le cas avec éléments cohésifs et elle se localise le long des joints de grains (entouré en vert sur la Figure 6-89.d), et ceci de façon plus importante lorsque l'on se rapproche des joints triples (entouré en marron sur la Figure 6-89.d), ceci peut se comprendre facilement car l'ajout des éléments cohésifs facilitent les mouvements de cisaillement.

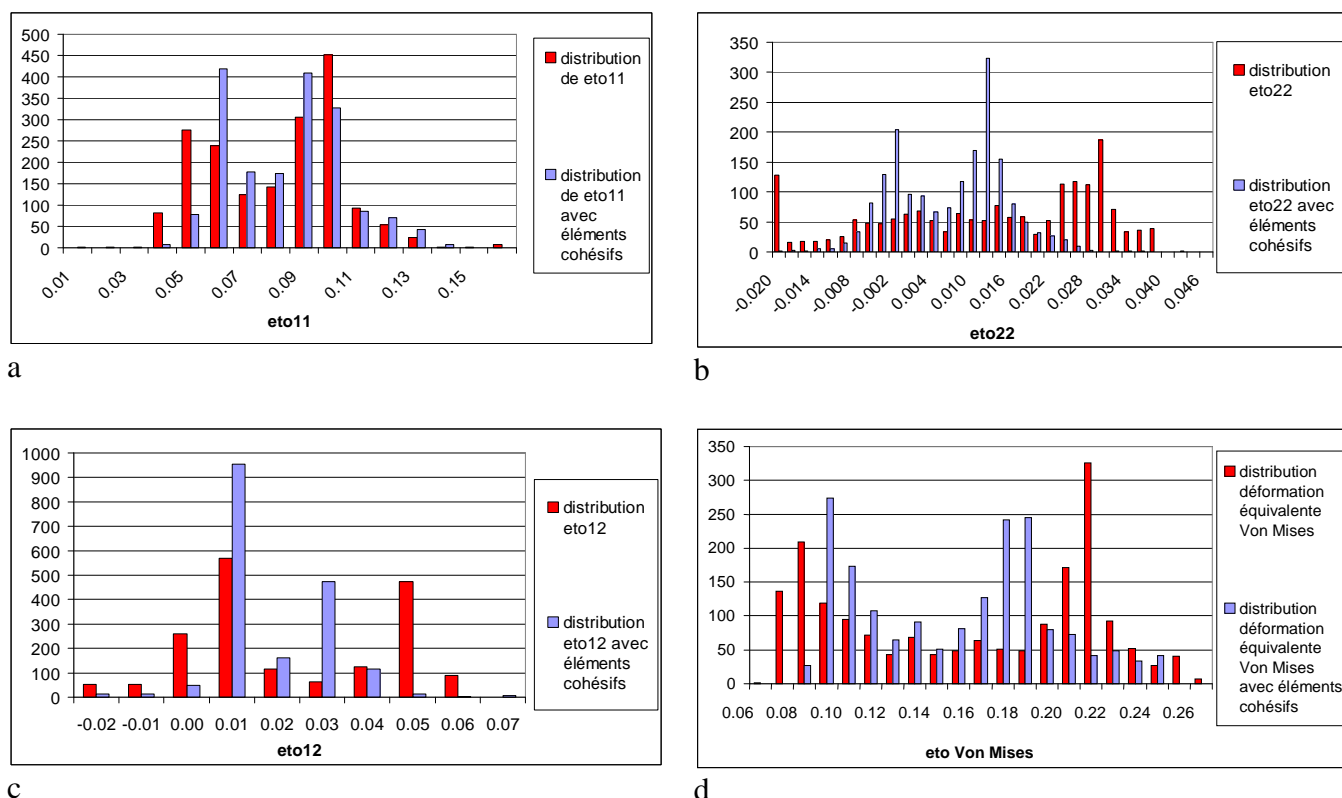


Figure 6-88 : Distribution des différentes composantes du tenseur des déformations (a. déformation totale dans la direction 1 ; b. déformation totale dans la direction 2 ; c. composante de cisaillement dans le plan (12) ; d. déformation équivalente de Von Mises) pour le grain 3 dans le cas de la configuration lente avec et sans éléments cohésifs

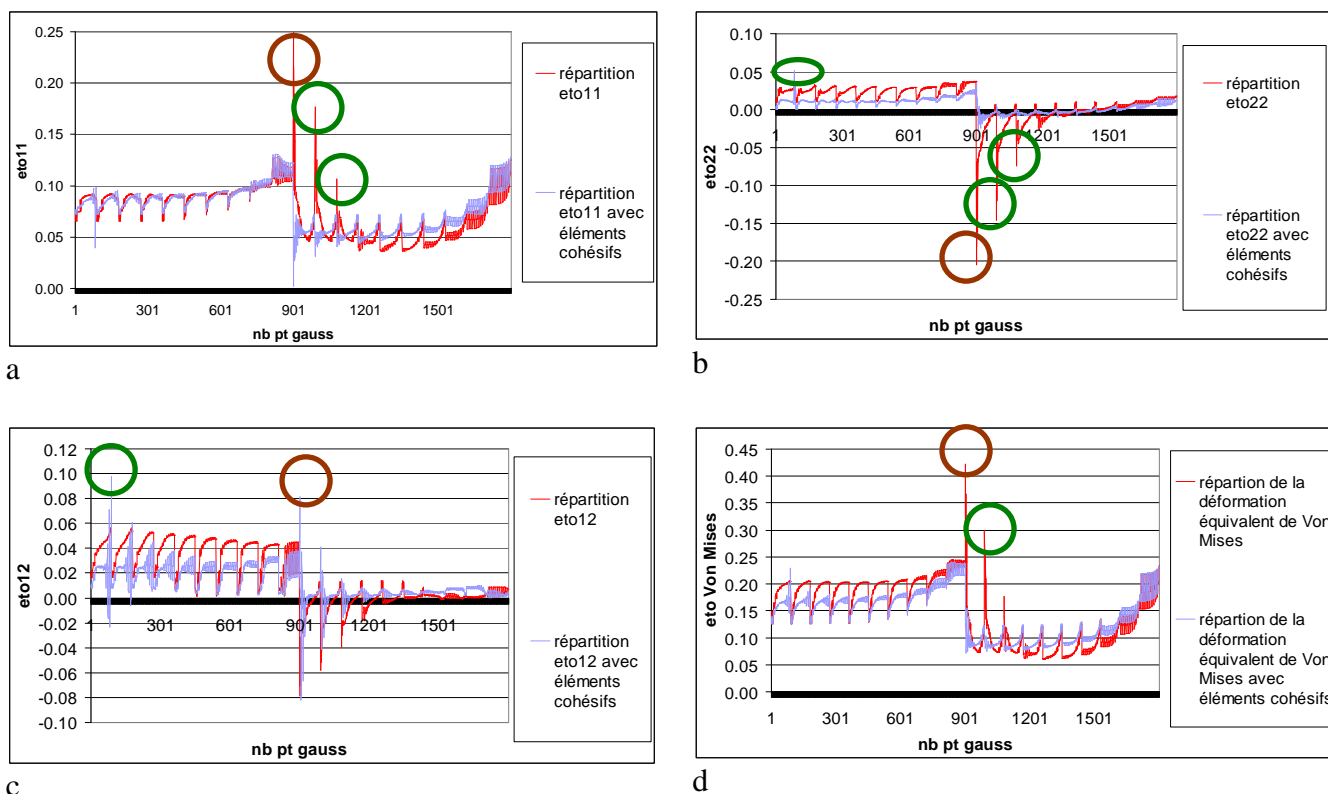


Figure 6-89 : Répartition des différentes composantes du tenseur des déformations (a. eto11 ; b. eto22 ; c. eto12 ; d. etoMises) pour le grain 3 dans le cas de la configuration lente avec et sans éléments cohésifs

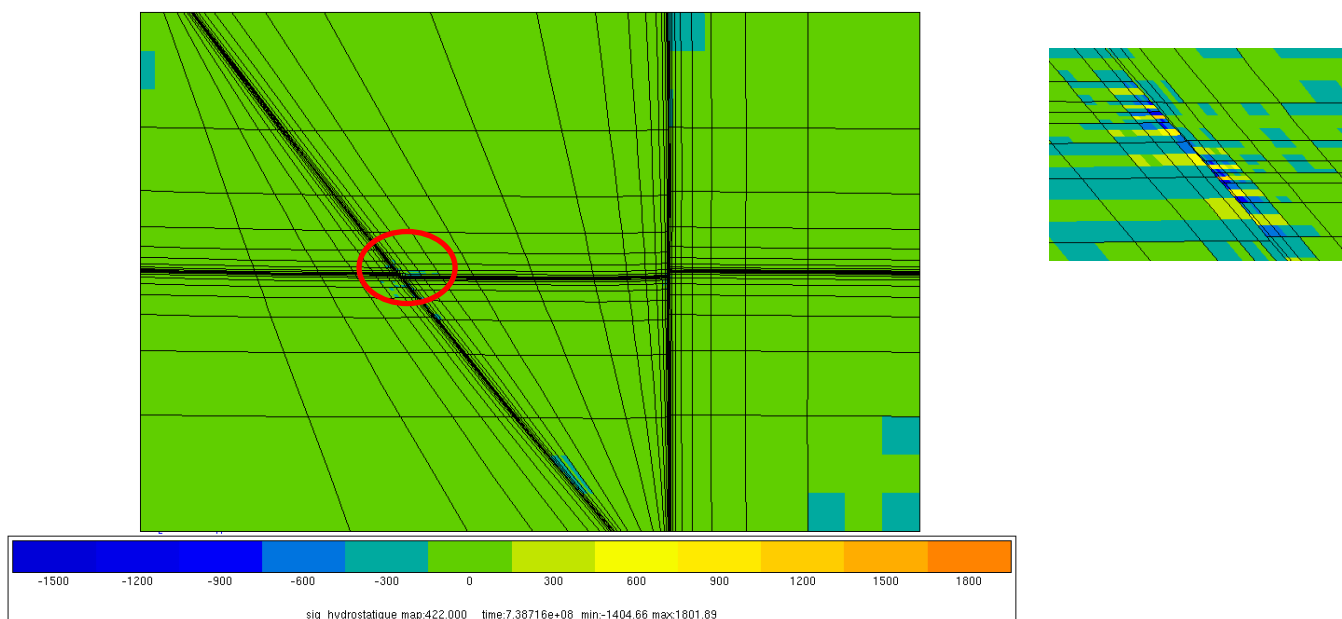
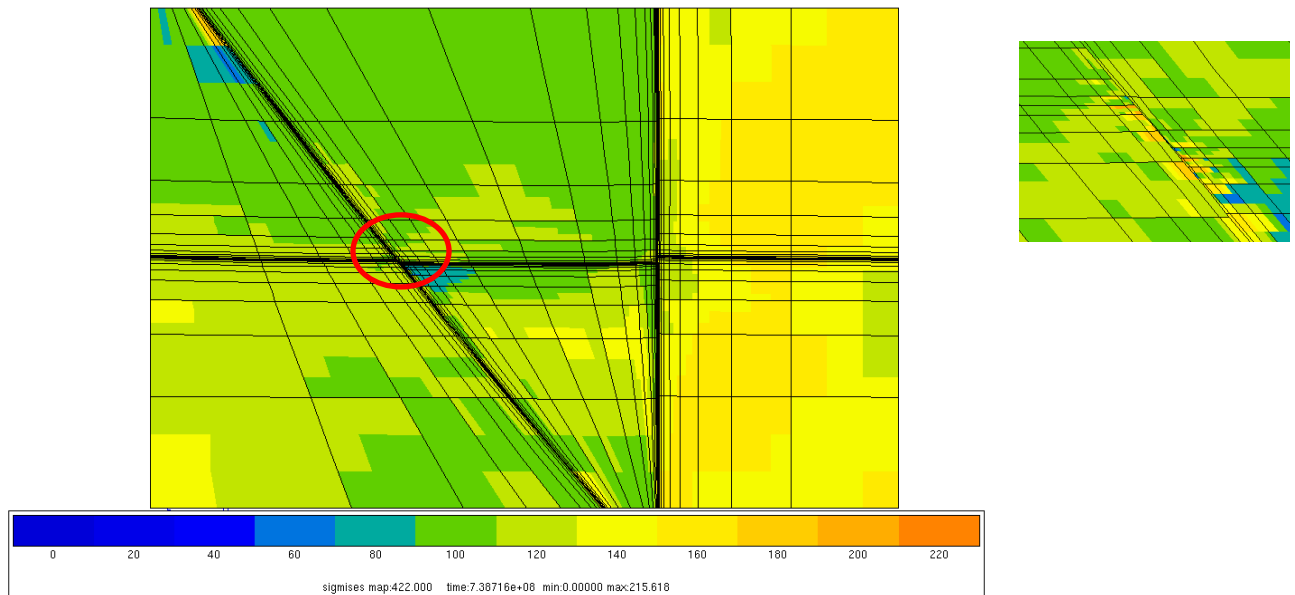
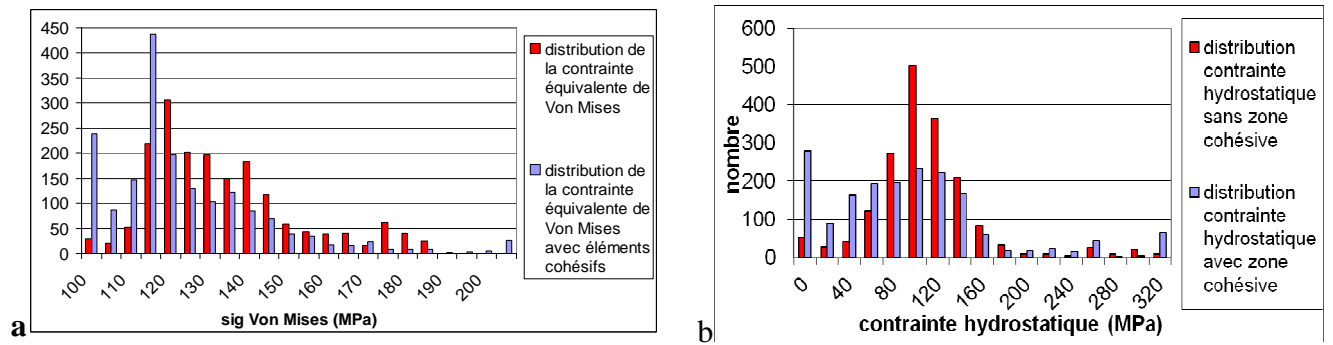


Figure 6-90 : Contrainte hydrostatique pour  $E_{11} = 3,3\%$  macroscopique pour la configuration lente (avec éléments cohésifs) (à droite zoom sur le joint triple entouré en rouge)



**Figure 6-91 : Contrainte équivalente de Von Mises pour  $E_{11} = 3,3\%$  macroscopique pour la configuration lente (avec éléments cohésifs) (à droite zoom sur le joint triple entouré en rouge)**

On peut également constater que l'hétérogénéité de contrainte observée au niveau des joints triples est réduite par l'ajout d'éléments cohésifs (Figures 6-62 et 6-63, 6-66 et 6-67, 6-83 et 6-85 et 6-90 et 6-91). En effet, si on prend l'exemple des Figures 6-66 et 6-90, le maximum de contrainte pour la configuration sans élément cohésif était de 2431 MPa, elle chute à 1802 MPa dans le cas de la prise en compte de ces derniers, soit une diminution de 22%. L'effet des éléments cohésifs se traduit donc bien par une relaxation locale des concentrations de contraintes. Les Figures 6-92 représentent, dans le cadre de la configuration lente et pour le grain 3, la distribution de la contrainte équivalente de Von Mises et de la contrainte hydrostatique pour  $E_{11} = 3,3\%$  de déformation macroscopique. Il apparaît que les distributions sont différentes entre les deux configurations, avec un décalage, pour la configuration avec éléments cohésifs, vers les plus faibles valeurs de contraintes. Nous notons notamment l'apparition d'un pic à 0 MPa associé à l'apparition de surfaces libres interne à la structure, imposant une redistribution des états de contraintes locaux.



**Figure 6-92 : Distribution des différentes composantes du tenseur des contraintes (a. sigmises, b. contrainte hydrostatique) pour le grain 3 dans le cas de la configuration lente avec et sans éléments cohésifs**

## CONCLUSION

Au cours de cette étude, des essais de fluage ont été réalisés sous vide secondaire à l'aide d'un dispositif expérimental dédié. Pourtant malgré le bon niveau de vide (environ  $4 \cdot 10^{-6}$  mbar), l'acier P91 continue à s'oxyder. Il a donc fallu adapter la technique de microlithographie par l'ajout d'un dépôt de tungstène afin de conserver un état de surface satisfaisant garantissant l'observation de la microstructure et de la grille servant de motif de corrélation. L'analyse des résultats fait apparaître une modification de la localisation des champs de déformation suivant le niveau de chargement imposé lors de l'essai de fluage. En effet, à forte contrainte (100MPa), cette localisation se situe plutôt autour des grains de faible désorientation tandis qu'à plus faible contrainte (60MPa), elle se situe proche des anciens grains austénitiques. Ainsi nous avons pu mettre en évidence un changement de mécanisme de déformations entre ces deux niveaux de contrainte, confortant ainsi les résultats de Gaffard [Gaffard 2005] et Kloc [Kloc 2003].

Par ailleurs un résultat non expliqué a été observé au cours des essais de fluage : la résistance en fluage obtenue lors des essais sous vide est plus faible que celle sous air. Ceci est paradoxal car on aurait dû s'affranchir de l'influence néfaste de l'environnement. Cette inversion de comportement pourrait s'expliquer par un changement de composition de la couche d'oxyde (elle devient riche en fer alors qu'elle est normalement riche en chrome) et serait donc moins protectrice.

D'autre part afin de modéliser le glissement aux joints de grains ainsi que la transition entre déformation intra/intergranulaire, une loi cohésive, basée sur celle de Lorentz, a été établie en y ajoutant des paramètres de viscosité. Avec cet ajout nous sommes capables de simuler le fait que plus la vitesse de sollicitation est lente et plus le glissement aux joints de grains se déclenche tôt. En outre il a été montré que l'ajout d'éléments cohésifs réduisait le niveau de concentration de contraintes et l'hétérogénéité de déformation aux joints triples en répartissant de façon plus homogènes cette dernière au sein des grains. Cette dernière conclusion conduit à une remarque générale : le comportement des joints de grains peut dans certains cas avoir une importance notable sur les calculs par éléments finis d'agrégats multicristallins, au moins à l'échelle locale, ils doivent donc dans ces cas être revisités.

---

## **CONCLUSIONS GENERALES ET PERSPECTIVES**

Une des premières motivations de cette étude était d'établir une méthode pour identifier les paramètres de loi comportement pour un matériau hétérogène à haute température. Dans le cas de notre étude cette hétérogénéité est due au procédé de soudage qui introduit un gradient thermique et donc l'apparition d'un gradient de microstructure et de propriétés mécaniques.

En effet, lorsque l'on observe la microstructure du joint soudé de l'étude, on constate qu'il existe cinq zones microstructurales qui se différencient notamment par leur dureté. Tout d'abord il y a le métal de base avec sa microstructure martensitique typique des aciers à 9% de chrome composée de lattes assemblées en blocs, eux même constituant des paquets regroupés au sein d'anciens grains austénitiques de 40 $\mu$ m. Puis en se rapprochant de la zone de fusion, on trouve la ZAT (Zone Affectée Thermiquement) subdivisée en trois zones : l'ICHAZ et la FGHAZ qui possèdent une microstructure martensitique sous forme de grains equiaxés constituée par des petits grains (10 $\mu$ m), (ces zones ne sont différenciables que par leur dureté plus faible dans l'ICHAZ) et la CGHAZ qui est la zone la plus dure et qui possède le même type de microstructure que le métal de base avec des grains plus gros (60 $\mu$ m). Finalement, on trouve le métal d'apport avec sa microstructure sous forme de lattes et de grains de grandes tailles (80 $\mu$ m).

Afin d'établir cette procédure d'identification il a fallu acquérir des résultats expérimentaux. Ils sont issus de campagnes d'essais de traction à température ambiante et d'essais de traction, traction-relaxation à 625°C. Les résultats montrent qu'à 25°C les éprouvettes de joints soudés cassent dans le métal de base. En revanche, à 625°C, les éprouvettes rompent dans le métal de base pour les essais les plus rapides (10<sup>-3</sup>s<sup>-1</sup> et 10<sup>-4</sup>s<sup>-1</sup>) et dans l'ICHAZ pour les essais les plus lents (traction-relaxation et traction à 10<sup>-5</sup>s<sup>-1</sup>). Ceci préfigure le fait que la zone de rupture en fluage sera l'ICHAZ comme le confirme la littérature [Eggeler 1994, Masuyama 2000, Gaffard 2005, Watanabe 2005, Tabuchi 2006].

Le processus d'identification est basé sur l'algorithme de Levenberg-Marquardt, qui consiste à minimiser une fonction coût afin de réduire l'écart entre la variation au cours du temps de la contrainte observée lors des essais et celle obtenue numériquement à partir de l'évolution de la déformation au cours du temps pour chacun des essais réalisés. En utilisant un calcul par éléments finis de référence, il a été prouvé que des optimisations ne prenant en compte que la composante dans la direction de traction donnaient des résultats très satisfaisants. De plus il a été vérifié que cette procédure d'optimisation était insensible aux bruits de mesures. Cette propriété est très importante car dans notre étude, nous avons appliqué cette méthode à des essais à haute température où le bruit de mesure peut être important.

Ainsi, après avoir identifié les paramètres de loi de comportement à température ambiante et à 625°C pour chacune des zones du joint soudé, des simulations numériques ont été réalisées pour les deux domaines de température. Une bonne corrélation entre les résultats expérimentaux et ceux issus des éléments finis a été démontrée que cela soit en termes de champ ou de localisation de déformation. En effet, les différentes lois matériaux identifiées permettent de reproduire la zone où se déroule la striction que cela soit à température ambiante ou à 625°C, les calculs sont notamment capables de reproduire, à 625°, les modifications de localisation de la striction en fonction de la vitesse de sollicitation (plus la vitesse est faible, plus la striction est proche voire dans l'ICHAZ à partir de 10<sup>-5</sup>s<sup>-1</sup>).

Le second objectif de ce travail a consisté à étudier et à simuler l'effet du glissement aux joints de grains. Nous avons donc opté pour l'utilisation d'éléments cohésifs. Pour cela, une

loi cohésive a été implémentée dans le code Z-set. Elle est basée sur le modèle de Lorentz [Lorentz 2008] auquel des termes de viscosité sont ajoutés afin de faire dépendre les seuils critiques, de contrainte et de déplacement, vis-à-vis de la vitesse de sollicitation permettant ainsi de simuler l'effet de changement de mécanismes intervenant dans le fluage à chaud : le passage d'un fluage dislocation activé à forte contrainte correspondant à une activité intragranulaire au fluage diffusion activé à faible contrainte où le glissement aux joints de grains n'est alors plus inhibé. L'ajout de ces éléments cohésifs a permis de mettre en évidence les effets de redistribution des champs de contrainte et de déformation au sein de la microstructure, notamment les effets de relaxation de contraintes aux joints triples.

D'autre part, le travail expérimental a porté sur l'adaptation au CdM des techniques de couplages de champs microstructuraux obtenus par EBSD aux champs cinématiques obtenus par corrélation d'images. La difficulté concerne, au premier ordre, l'évolution, au cours du temps, de l'état de surface des échantillons, sujet à l'oxydation. Une solution consistant à recouvrir la grille de tungstène et le substrat d'une couche nanométrique de chrome a été validée. Cette technique a été utilisée lors d'essais de fluage à 625°C sur des joints soudés d'acier P91 en étudiant plus particulièrement le comportement de l'ICHAZ, qui est la zone de rupture pour ce type de sollicitation [Gaffard 2005, Watanabe 2005]. Deux niveaux de contraintes ont été étudiés : 100MPa et 60MPa, correspondant à deux domaines d'activation de mécanismes différents de fluage (fluage dislocation/fluage diffusion). Malgré les difficultés expérimentales rencontrées, des différences en terme de distribution de champs cinématiques ont pu être mis en évidence, avec des répartitions des zones de localisation dépendant de la nature des grains (grains martensitique versus ex-grains austénitiques). Ces résultats confirment ceux obtenus par Gaffard [Gaffard 2003] et Kloc [Kloc 2004]

Les résultats obtenus et les questions soulevées dans ce travail nécessitent de dégager des perspectives. Tout d'abord, la différence constatée de comportement du matériau entre les essais sous vide et sous air mériterait d'être approfondie, notamment vis-à-vis de la constitution de la couche d'oxyde et de ses effets induits. Dans ce travail de thèse, une loi cohésive a été implémentée et testée sur une microstructure « école » à quatre grains. L'objectif reste la simulation du glissement aux joints de grains sur une microstructure réelle, ce qui nécessite d'une part d'adapter les techniques de maillage 2D développées dans ce travail à leur extension dans la troisième dimension, d'améliorer, d'autre part, les lois de comportement cristallines utilisées, notamment de mieux prendre en compte l'aspect cinématique de l'érouissage et enfin d'identifier les paramètres des lois d'endommagement associées aux éléments cohésifs. Les techniques d'identification de paramètres sur matériau hétérogène pourront être appliquées aux joints de grains comme pratiqué par Shen [Shen 2011], Estevez [Estevez 2011] ou Richefeu [Richefeu 2012], permettant à terme d'envisager pouvoir décrire les modifications de mécanismes entre fluage dislocation et fluage diffusion. Enfin, ces simulations multi-échelles étant lourdes à mettre en œuvre, une ouverture vers les outils de réduction de modèles [Ryckelynck 2009], développés au laboratoire, pourraient être profitables.

**ANNEXE**

**ANNEXE A : MESURE DE DEFORMATION EN 2D PAR  
CORRELATION D'IMAGES PAR APPROCHE LOCALE ..... 177**

**ANNEXE B: FLUAGE ..... 189**

**ANNEXE C : INFLUENCE DES PARAMETRES DE LA LOI  
COHESIVE SUR LA REPOSE D'UNE INTERFACE ..... 199**

**ANNEXE D: COUPLAGE CHAMPS EXPERIMENTAUX/ CHAMPS  
NUMERIQUES ..... 203**



---

## **ANNEXE A : Mesure de déformation en 2D par corrélation d'images par approche locale**

### **1. Mesure du champ de déformation** [L.ALLAIS et al. 1994]

Ces auteurs ont proposé une méthode pour déterminer le champ de déformation à partir de la mesure du champ de déplacement associé aux coordonnées de couples de points homologues, entre une configuration de référence et une configuration dite « déformée ».

#### **1.1. Définition d'un champ local de déformation**

Soit  $X$  la position d'un point dans la configuration de référence, soit  $x$  la position d'un point dans la configuration déformée. Le gradient de transformation de  $X$  s'écrit :

$$F = \frac{\partial x}{\partial X}$$

Le tenseur des déformations de Green Lagrange est défini par :

$$E = \frac{1}{2}(F^T \cdot F - I)$$

avec  $I$  le tenseur identité et  $F^T$  la transposée de  $F$ ,  $E$  n'est pas linéairement dépendant de  $F$  mais pour un petit déplacement on peut l'approcher par sa partie linéaire :

$$\varepsilon = \frac{1}{2}(F^T + F) - I$$

Soit  $\Omega$  un domaine de la configuration d'origine, soit  $\delta\Omega$  une de ses bords réguliers avec pour normale sortante  $\nu$  et dont le volume est  $V_\Omega$ , La transformation moyenne du gradient sur  $\Omega$  est donnée par la formule suivante :

$$\langle F \rangle_\Omega = \frac{1}{V_\Omega} \int_\Omega F d\omega$$

Avec la formule de Green, l'intégrale de volume peut être transformée en intégrale de surface :

$$\langle F \rangle_\Omega = \frac{1}{V_\Omega} \int_{\delta\Omega} x \otimes \nu da \text{ avec } \nu \text{ la normale orienté vers l'extérieur}$$

Le tenseur global des déformations de Green Lagrange sur  $\Omega$  s'écrit :

$$E_\Omega = \frac{1}{2}(\langle F \rangle_\Omega^T \cdot \langle F \rangle_\Omega - I)$$

La partie linéaire du tenseur des déformations devient alors :

$$\varepsilon_\Omega = \frac{1}{2}(\langle F \rangle_\Omega^T + \langle F \rangle_\Omega) - I$$

## 1.2. Calcul du champ local de déformation

La transformation locale du gradient en un point p est calculée comme étant la moyenne du gradient local autour d'un petit volume  $\Omega_p$ . Le volume choisi est un cylindre avec un de ses axes perpendiculaire à la surface de l'image, la hauteur e (nombre très petit) est choisie arbitrairement. Soit  $\Sigma_p$  sa surface supérieure et  $\Sigma_{p-}$  sa surface inférieure ; soit  $\delta\Sigma_p$  la frontière de  $\Sigma_p$ ,  $S_{\Sigma_p}$  son aire et  $v_{\Sigma_p}$  sa normale.

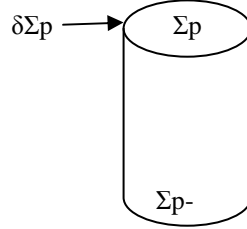


Figure A-1 : schéma du volume d'intégration

On a alors :

$$F^p = \langle F \rangle_{\Omega_p} = \frac{1}{V_{\Omega_p}} \int_{\Omega_p} x \otimes v ds = \frac{1}{S_{\Sigma_p}} \left[ \int_{\partial\Sigma_p} \frac{\int_{\Sigma_p} x ds - \int_{\Sigma_{p-}} x ds}{e} \otimes v dl + \int_{\partial\Sigma_p} x \otimes v dl \right]$$

Or lorsque e tend vers 0, on peut écrire :

$$F^p = \frac{1}{S_{\Sigma_p}} \left[ \int_{\partial\Sigma_p} x \otimes v dl + \frac{\partial \int_{\Sigma_p} x ds}{\partial v_{\Sigma_p}} \otimes v_{\Sigma_p} \right]$$

On suppose que la surface non déformée de l'éprouvette est perpendiculaire à l'axe Z (normal au plan de l'image) ; les composants de  $F^p$  s'écrivent alors dans le repère cartésien.

$$F_{ij}^p = \frac{1}{S_{\Sigma_p}} \left[ \int_{\partial\Sigma_p} x_i v_j dl + \frac{\partial \int_{\Sigma_p} x_i ds}{\partial Z} (e_z)_j \right]$$

avec  $e_z$  le vecteur unitaire de la direction Z, le second terme est nul en 2D, ainsi cette expression devient dans le plan XY :

$$F^p = \frac{1}{S_{\Sigma_p}} \int_{\partial\Sigma_p} x \otimes v dl$$

$v dl$  est constant sur un segment de  $\delta\Sigma_p$  et  $x$  est supposé varier linéairement d'une extrémité à l'autre du segment. Soit N le nombre de points du réseau sur  $\delta\Sigma_p$ ,  $x^n$  les coordonnées du n-ième point,  $v^n$  la normale sortante entre les points n et n+1 et  $dl^n$  la longueur de ce segment, on peut alors réécrire l'équation de la façon suivante :

$$F^p = \frac{1}{2S_{\Sigma_p}} \sum_{n=1}^N [x^n + x^{n+1}] \otimes v^n dl^n$$

$$\text{avec : } [v^n dl^n] = \begin{bmatrix} Y^{n+1} - Y^n \\ -X^{n+1} + X^n \\ 0 \end{bmatrix}$$

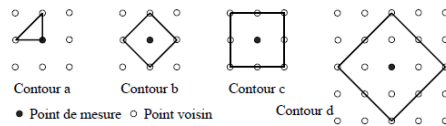
Finalement, on obtient :

$$\begin{cases} F_{XX} = \frac{1}{2S_{\Sigma p}} \sum_{n=1}^N (x^n + x^{n+1})(Y^{n+1} - Y^n) \\ F_{XY} = \frac{1}{2S_{\Sigma p}} \sum_{n=1}^N -(x^n + x^{n+1})(X^{n+1} - X^n) \\ F_{YX} = \frac{1}{2S_{\Sigma p}} \sum_{n=1}^N (y^n + y^{n+1})(Y^{n+1} - Y^n) \\ F_{YY} = \frac{1}{2S_{\Sigma p}} \sum_{n=1}^N -(y^n + y^{n+1})(X^{n+1} - X^n) \end{cases}$$

avec :  $S_{\Sigma p} = \frac{1}{2} \sum_{n=1}^N \begin{vmatrix} X^n & X^{n+1} \\ Y^n & Y^{n+1} \end{vmatrix}$  qui est l'aire du polygone.

### 1.3. Les différents schémas d'intégration

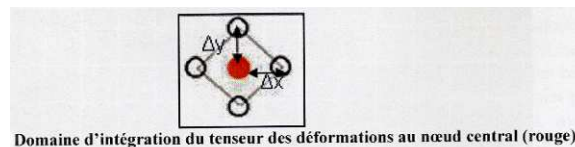
Comme on l'a indiqué précédemment, la déformation en un point est déterminée par la moyenne du gradient de la transformation sur un domaine d'intégration  $\Sigma p$  délimité par la position des points de mesure proches du point considéré. Cette moyenne est calculée par une intégrale de contour sous l'hypothèse d'une interpolation linéaire du déplacement entre deux points de mesure. Il existe différents choix possibles pour intégrer le domaine  $\Sigma p$  qui vont conditionner la définition de la base de mesure de la déformation, sa précision et sa résolution spatiale.



Domaines d'intégration possible pour le calcul du gradient local

Figure A-2: Les différents domaines d'intégration [Doumalin 2000, Dextet 2006]

Le schéma a est le plus petit possible, le schéma b est le schéma centré le plus petit possible, les schémas c et d sont des surfaces plus grandes, exprimant ainsi une mesure moins locale mais plus précise. Doumalin [Doumalin 2000] et Dextet [Dextet 2006] ont montré dans leur thèse respective que le schéma d'intégration qui présentait le meilleur compromis entre localité et précision était le contour b.



Domaine d'intégration du tenseur des déformations au nœud central (rouge).

Figure A-3: Le domaine d'intégration choisi par M. DEXET et P. DOUMALIN dans leur thèse [Soula 2008]

### 1.4. Le coefficient de corrélation

Pour identifier la transformation matérielle  $\Phi$ , il faut vérifier si les points choisis dans l'image de référence et ceux dans l'image déformée « se ressemblent » suffisamment. Pour cela, on définit un coefficient de corrélation. On minimise la valeur du coefficient de corrélation pour optimiser la valeur de la fonctionnelle  $\Phi$ .

Dans sa thèse, Doumalin [Doumalin 2000] a fait le bilan de toutes les définitions qui existent de ce coefficient et les a comparées pour avoir la formulation de ce coefficient qui correspond au mieux aux exigences que l'on a. Il existe deux types de formulation de ce coefficient, la

première le définit à partir d'une formulation utilisant les moindres carrés qui représente l'écart entre les deux images homologues:

$$C_1 = \sum_{i \in D} (f(\underline{X}_i) - g(\underline{x}_i))^2$$

avec :

- $\underline{X}_i, \underline{x}_i$  les coordonnées des pixels dans les images de référence et déformée,
- $f(\underline{X}_i), g(\underline{x}_i)$  les niveaux de gris dans les images de référence et déformée,
- $D$  le domaine de corrélation.

La deuxième est basée sur le produit scalaire :

$$C_3 = \sum_{i \in D} f(\underline{X}_i) \cdot g(\underline{x}_i)$$

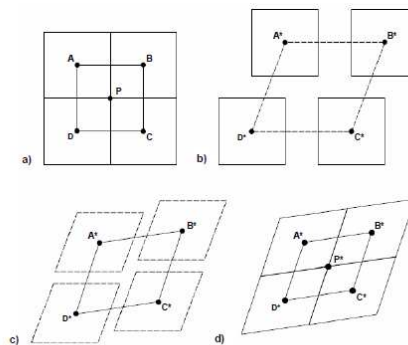
Lorsque la correspondance est la meilleure  $C_3$  présente un maximum mais on préfère raisonner avec un coefficient à minimiser, on modifie donc un peu cette formulation en normalisant le produit scalaire :

$$C_4 = 1 - \frac{\sum_{i \in D} f(\underline{X}_i) \cdot g(\underline{x}_i)}{\sqrt{\sum_{i \in D} (f(\underline{X}_i))^2} \cdot \sqrt{\sum_{i \in D} (g(\underline{x}_i))^2}}$$

Il faut ensuite s'assurer que ces coefficients ne sont sensibles ni aux perturbations dues aux bruits de fond ni aux variations de contraste et de brillance. Généralement la formulation retenue dans les algorithmes de corrélation est la suivante, car elle est à la fois stable et facile à implémenter informatiquement :

$$C_6 = \frac{N \cdot \sum_{i \in D} f(\underline{X}_i) \cdot g(\underline{x}_i) - \sum_{i \in D} f(\underline{X}_i) \cdot \sum_{i \in D} g(\underline{x}_i)}{\sqrt{N \cdot \sum_{i \in D} (f(\underline{X}_i))^2 - (\sum_{i \in D} f(\underline{X}_i))^2} \cdot \sqrt{N \cdot \sum_{i \in D} (g(\underline{x}_i))^2 - (\sum_{i \in D} g(\underline{x}_i))^2}}$$

En pratique, la corrélation est effectuée sur le centre des zones d'étude choisies par l'utilisateur. Chaque sous-domaine défini est balayés sur l'image de la configuration déformée à partir d'une position de référence permettant de calculer un coefficient de corrélation. Ce calcul est itéré pour chaque position de la zone de recherche, définie à partir de la zone de référence. La position optimale de la corrélation correspondant au minimum sur toutes les zones de recherche, du coefficient de corrélation, ce qui permet au final d'évaluer le champ de déplacement. Notons, que la forme des sous-domaines de corrélation peut être modifiée en fonction du champ de déformation mesuré afin de tenir compte de la transformation mécanique qui affecte la morphologie de la zone de corrélation. Le calcul est arrêté quand la précision choisie par l'utilisateur est atteinte. La solution trouvée sert alors de solution de base pour les zones adjacentes.



Calcul du champ de déplacements sur un pattern : a) les 4 patterns adjacents, b) première itération, c) deuxième itération et d) arrêt du calcul.

Figure A-4: Calcul d'un champ de déplacement [Jacquemoud 2007]

### 1.5. Approximation de la transformation

Pour calculer le coefficient de corrélation, il faut connaître la transformation matérielle (il peut y avoir aussi des translations et des rotations pas seulement des déformations)  $\Phi$  qui permet de relier les coordonnées d'un pixel de l'image de la configuration de référence à celles d'un pixel de l'image déformée. Pour résoudre ce problème, il suffit de l'approcher localement en remarquant que la méthode de corrélation met en correspondance deux domaines de petite taille.

Soit  $X_0$ , la position d'un point de la zone de recherche (généralement le centre) ; on peut effectuer un développement limité de  $\Phi$  au voisinage de  $X_0$ . Ce développement va nous fournir différentes représentations approchées envisageables.

$$\Phi(X) \approx \Phi(X_0) + \frac{d\Phi}{dx}(X_0) * (X - X_0) + \frac{1}{2}(X - X_0)^2 * \frac{d^2\Phi}{dXdX}(X_0) + \dots$$

$$\text{avec } \frac{d\Phi}{dX}(X_0) = \underline{\underline{I}} + \frac{du}{dX} = \underline{\underline{R}} * \underline{\underline{U}}$$

Pour les petites transformations,  $\underline{\underline{R}}$  et  $\underline{\underline{U}}$  sont proches de l'unité, on peut alors écrire :

$\Phi(X) = X + T(u, v)$  avec  $\underline{\underline{T}}(u, v) = \Phi(X_0) - X_0$  une translation caractérisée par deux composantes  $u$  et  $v$  qu'il faut déterminer.

Pour le cas des grands déplacements mais petites déformations, on peut approcher la transformation par la translation  $\underline{\underline{T}}$  et la rotation  $\underline{\underline{R}}$ , on a alors

$\Phi(X) = \Phi(X_0) + \underline{\underline{R}}(\theta) * (X - X_0)$ , il y a alors les deux composantes de la translation et la composante  $\theta$  de la rotation soit 3 composantes à déterminer.

Pour les cas où la déformation n'est plus négligeable, il faut retenir toute la partie linéaire de la transformation soit :

$$\Phi(X) = \Phi(X_0) + \frac{d\Phi}{dX}(X_0) * (X - X_0) \text{ où il y a 6 scalaires à déterminer.}$$

Il existe également différentes méthodes pour approcher  $\Phi$  : soit par une translation au pixel près, soit par une translation au pixel près avec une approximation parabolique pour améliorer la précision de la mesure, soit par une translation subpixel, soit par une translation et une rotation subpixel, soit par une déformation homogène.

Méthode 1 :	translation au pixel près
Méthode 2 :	translation au pixel près + approximation parabolique
Méthode 3 :	translation subpixel
Méthode 4 :	translation et rotation subpixel
Méthode 5 :	déformation homogène

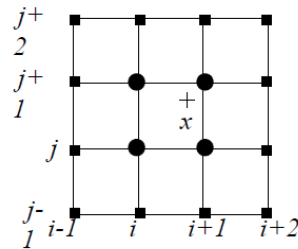
*Récapitulatif des différentes méthodes de corrélation étudiées*

**Figure A-5: Différentes méthodes de corrélation étudiées par [Doumalin 2000]**

### 1.6. La résolution subpixel

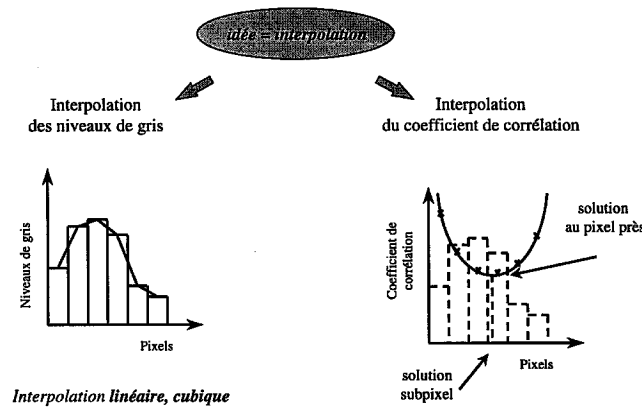
La résolution subpixel permet d'obtenir des valeurs non entières du déplacement des points d'analyse dans une image numérique définie par un échantillonnage en valeurs entières, qui représentent les pixels. Il existe deux méthodes pour réaliser l'interpolation pour retrouver les informations entre pixels. La première consiste à interpoler le coefficient d'intercorrélation au voisinage du minimum trouvé avec une résolution au pixel près. On utilise alors une interpolation biparabolique calculée par une méthode des moindres carrés avec les valeurs pour le minimum et les huit pixels les plus proches. Cette méthode est peu précise surtout pour les petits déplacements. L'autre méthode consiste à interpoler les niveaux de gris de

l'image déformée. On peut alors effectuer deux types d'interpolation (soit bilinéaire soit bicubique). L'interpolation bilinéaire a besoin des niveaux de gris de quatre pixels voisins, pour une interpolation bicubique il faut connaître les niveaux de gris des seize pixels voisins. Cette méthode est beaucoup plus précise mais nécessite davantage de temps de calcul.



· Pixels utilisés pour une interpolation bilinéaire (disques) ou bicubique (carrés et disques) des niveaux de gris au point  $x$ .

Figure A-6: Interpolations bicubique et bilinéaire [rapport interne LMS. 2002]



Principe de la précision subpixel

Figure A-7: Précision subpixel [Doumalin 2000]

## 2. Précision et source d'erreurs de la méthode

La précision dépend de la taille du domaine, de la base de mesure et du nombre de points voisins utilisés pour le calcul. Si le domaine choisi est grand en nombre de pixel, le calcul sera plus précis mais moins local. Il y a donc un compromis à rechercher entre précision et localité de la mesure.

### 2.1. Influence des défauts géométriques

Pour connaître l'influence des défauts géométriques des images, deux méthodes sont à notre disposition. Soit nous comparons la forme et les dimensions d'une pièce « étalon » avec les caractéristiques géométriques mesurées sur son image numérique. Soit on peut acquérir deux images numériques tournées d'un angle d'environ  $90^\circ$  d'un même objet, ce qui permet de

déterminer à partir de la corrélation d'images le gradient moyen de la transformation sur la zone analysée. Les paramètres du gradient de la transformation fournissant directement les paramètres de correction de l'image (une fois retranchée la rotation de corps solide imposée). On suppose dans cette procédure que les défauts intrinsèques des images numériques ( $k$  : rapport de forme entre les directions  $y$  et  $x$  et  $\phi$  : angle de distorsion) ne varie pas d'une image à l'autre et ne dépendent ni du grandissement  $g$ , ni de l'angle de rotation  $\theta$ . La Figure A-8 dessous présente le problème d'identification.

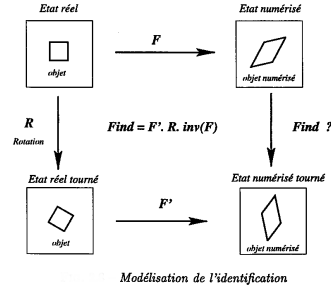


Figure A-8: Principe d'identification [Doumalin 2000]

Il faut déterminer  $k$  et  $\phi$  pour pouvoir les corriger.

$$\mathbb{R} = \begin{pmatrix} \cos(\theta) & -\sin(\theta) \\ \sin(\theta) & \cos(\theta) \end{pmatrix}$$

$R$  : rotation de corps rigide

$$\mathbb{G} = g \cdot \mathbb{I}$$

$G$  : grandissement

$$\mathbb{H} = \begin{pmatrix} 1 & -\tan(\phi) \\ 0 & \frac{1}{k \cdot \cos(\phi)} \end{pmatrix}$$

$H$  : transformation relative à un rapport de forme  $k$  et d'un angle de distorsion  $\phi$

On a les relations suivantes :

$$\mathbb{F}_{ind} = \mathbb{F}' \mathbb{R}_\theta \mathbb{F}^{-1} \text{ avec } \mathbb{F} = g \cdot \mathbb{H} \mathbb{R}_\theta \text{ et } \mathbb{F}' = g' \cdot \mathbb{H} \mathbb{R}_\theta$$

$$\mathbb{F}_{ind} = \frac{g'}{g} \cdot \begin{pmatrix} \cos(\beta') - \sin(\beta') \cdot \tan(\phi) & -\frac{k \cdot \sin(\beta')}{\cos(\phi)} \\ \frac{\sin(\beta')}{k \cdot \cos(\phi)} & \cos(\beta') + \sin(\beta') \cdot \tan(\phi) \end{pmatrix}$$

avec

$$\beta' = \beta + \theta' - \theta$$

Le tenseur  $\mathbb{F}_{ind}$  comprend 7 paramètres à déterminer pour 4 données (ceci apparaît comme un problème insoluble) mais en fait on peut considérer seulement 4 paramètres intéressants (ce qui rend le problème soluble) qui sont : la variation de grandissement ( $g/g'$ ), l'angle de rotation de corps rigide entre les deux images ( $\beta'$ ) et les deux paramètres des défauts ( $k$  et  $\phi$ ),

$$\frac{g}{g'} = \sqrt{\det(\mathbb{F}_{ind})} \quad k = \sqrt{\frac{-F_{12}}{F_{21}}}$$

$$\beta' = -\text{signe}(F_{12}) * \text{Arc cos} \left( \frac{F_{12} + F_{21}}{2 * \sqrt{\det(\mathbb{F}_{ind})}} \right) \quad \phi = \arctan \left( \frac{-F_{11} + F_{22}}{2 * \sin(\beta') * \sqrt{\det(\mathbb{F}_{ind})}} \right) \text{ avec } F_{ij} \text{ du tenseur } \mathbb{F}_{ind}$$



## 2.2. L'influence des paramètres de mesure

### 2.2.1. Effet de l'éclairage dans le cas d'une caméra optique CCD

L'éclairage peut influencer la distribution des niveaux de gris que l'on peut analyser, [Haddadi 2008] ont analysé l'effet de ce paramètre sur la précision des résultats (Figure A-9). Comme Doumalin [Doumalin 2000], ils en ont conclu que plus les niveaux de gris étaient étalés, sans être saturés, et meilleure était la mesure.

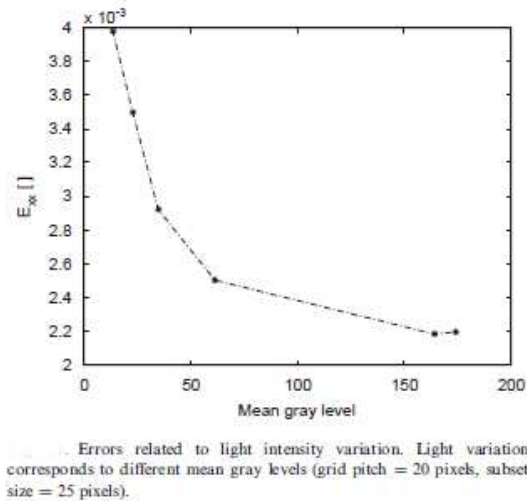


Figure A-9: Évolution de la précision en fonction du niveau moyen de gris [Haddadi 2008]

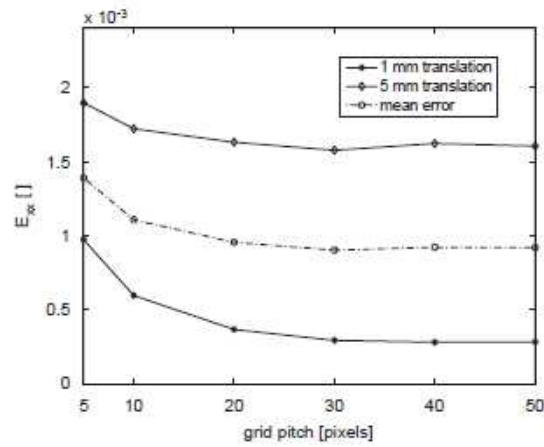
### 2.2.2. Effet du déplacement de corps rigide dans le plan

#### 2.2.2.1. *Evolution de l'erreur due à une translation dans le plan*

Haddadi et al. [Haddadi 2008] ont, de plus, montré que les erreurs se développent proportionnellement à la translation imposée à l'échantillon. Pour leur système, les erreurs se répartissent dans l'intervalle  $0,5 \cdot 10^{-3}$  à  $1,7 \cdot 10^{-3}$  avec des déplacements compris entre [-5mm ; +5mm]. Doumalin a montré que la méthode subpixel donnait, dans ce cas, une erreur de 0,1 à 0,2 pixel, mais cette méthode fut employée sur des images MEB, qui sont par construction (balayage lent d'une surface, interaction électron/matière) beaucoup plus bruitées que les images optiques.

2.2.2.2. *Evolution de l'erreur en fonction du pas du motif*

Haddadi et al.[Haddadi 2008] ont montré que plus le pas du motif était grand, et plus l'erreur sera faible (Figure A-10). Un consensus apparaît pour définir une taille optimale de pas de motif fixée à 30 pixels, car au-delà l'erreur devient constante.

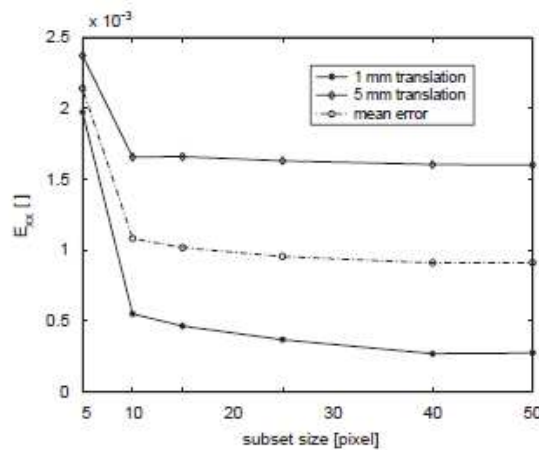


Errors related to in-plane translation obtained for different grid pitches with a subset size of 25 pixels.

Figure A-10: Évolution de la précision en fonction du pas du motif [Haddadi 2008]

2.2.2.3. *Evolution de l'erreur en fonction de la taille de la zone de recherche*

Plus la taille d'imagette sera grande, et meilleure sera la précision (Figure A-11). Toutefois, notons que le nombre de calcul du coefficient de corrélation évolue comme le carré de la taille de la zone de recherche, ce qui multiplié par le nombre de points de mesure (typiquement 10000 points) peut devenir rapidement rédhibitoire.

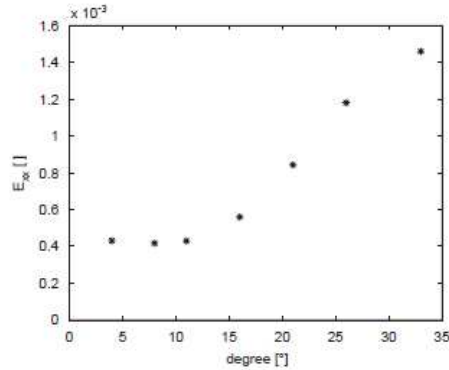


Errors obtained for different sizes of the subset with a grid pitch of 20 pixels. The mean error obtained for a subset of 5 pixels is approximately 2 times greater than the one obtained for a subset of 25 pixels.

Figure A-11 : Évolution de la précision de mesure en fonction de la taille de la zone d'étude [Haddadi 2008]

2.2.2.4 Evolution de l'erreur due à une rotation dans le plan

Plus l'angle de rotation est grand et plus l'erreur est importante (Figure A-12).



Errors related to in-plane rotation. The errors are of the same magnitude as the ones obtained in the case of in-plane translation (grid pitch = 20 pixels, subset size = 25 pixels).

Figure A-12 : Évolution de la précision en fonction de l'angle de rotation [Haddadi 2008]

La méthode avec laquelle on approxime la transformation influe aussi sur les erreurs obtenues. Doumalin [Doumalin 2000] a montré que la précision d'une méthode subpixel est deux à trois fois meilleure qu'une méthode au pixel près (Tableau A-1).

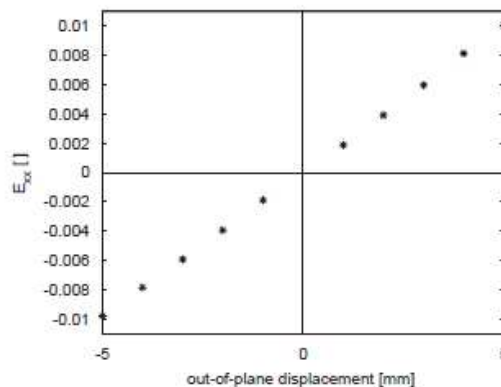
*Précision des déplacements pour une rotation de corps rigide*

$1 \text{ pixel} = 0,2\mu\text{m}$		Méthode 1	Méthode 2	Méthode 3	Méthode 4	Méthode 5
u	écart-type	0,471	0,471	0,400	0,285	0,297
v	écart-type	0,437	0,437	0,310	0,184	0,187
$\theta$ (deg)	moyenne	-6,75	-6,75	-6,74	-6,75	-6,74
	écart-type	0,30	0,30	0,23	0,10	0,11

Tableau A-1 Précision sur les déplacements des différentes méthodes évoquées dans la Figure A-5 [Doumalin 2000]

2.2.3. Effet d'un déplacement hors plan

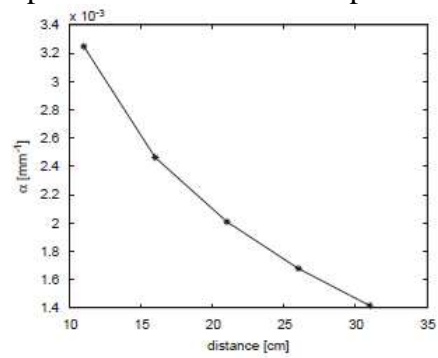
Haddadi et al. [Haddadi 2008] ont remarqué que l'erreur était proportionnelle au déplacement hors plan (Figure A-13). On peut donc écrire une relation de la forme ( $E = \alpha \cdot d$ ; avec E l'erreur commise et d le déplacement hors plan).



Linear evolution of the errors related to out-of-plane displacement;  $E = \alpha \cdot d$  with  $\alpha \approx 2 \times 10^{-3} \text{ mm}^{-1}$  (grid pitch = 20 pixels, subset size = 25 pixels).

Figure A-13 : Évolution de la précision en fonction du déplacement hors plan [Haddadi 2008]

$\alpha$  est un coefficient qui dépend de la distance entre la caméra et l'éprouvette. Plus la distance est grande et plus ce coefficient est petit (Figure A-14). On peut donc en déduire que plus la distance de travail est grande et plus l'erreur due à des déplacements hors plan sera faible.



Evolution of the parameter  $\alpha$  vs. the distance between the camera and the sample surface (grid pitch = 20 pixels, subset size = 25 pixels).

**Figure A-14 : Évolution de la précision en fonction de la distance entre la caméra et l'éprouvette [Haddadi 2008]**

---

## ANNEXE B: FLUAGE

### 1. Principe de l'essai de fluage

#### 1.1. déroulement de l'essai [technique de l'ingénieur, essais de fluage]

La déformation d'un matériau induite pendant le maintien constant de la température et de la contrainte est appelée fluage. Cette déformation est de nature viscoplastique et dépendante du temps de maintien. Dans le cas de matériaux utilisés dans les centrales thermique (comme c'est le cas pour cette étude), le fluage est un chargement dimensionnant car les équipements fonctionnent de nombreuses années et à des températures de l'ordre de voire supérieures à 500°C. En fait le fluage doit être pris en compte dès que la température d'emploi atteint 0,2 Tf (avec Tf la température de fusion du matériau), ce qui est bien notre cas, car l'acier P91 a une température de fusion d'environ 1500°C [Crafts 1939].

Un essai de fluage se déroule en deux grandes étapes : la première concerne la mise en charge (période pendant laquelle la contrainte augmente progressivement pour atteindre la valeur souhaitée) puis le fluage proprement dit.

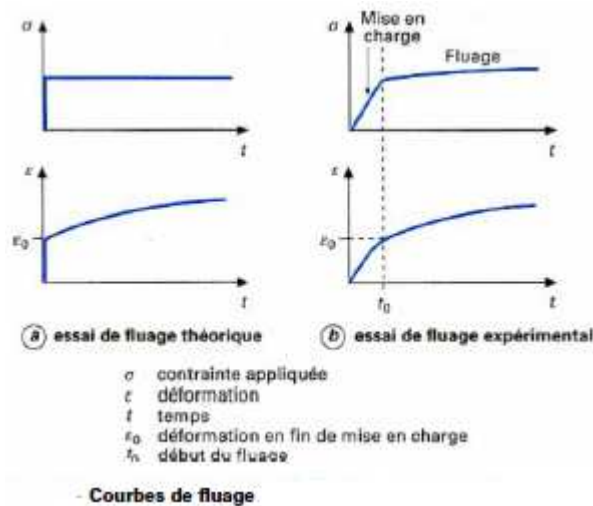


Figure B-1 : déroulement d'un essai de fluage [techniques de l'ingénieur, essais de fluage]

Le point de difficulté pendant un essai de fluage concerne le maintien de la température. On place pour cela l'éprouvette dans un four qui doit en assurer la stabilité. En effet, sur des essais très longs, une hausse de seulement 5°C de la température peut entraîner une modification de la durée de vie de l'éprouvette pouvant atteindre 25%. La procédure des essais de fluage est donc définie par une norme, la norme NF A 03-355. Pour mesurer les déformations, plusieurs moyens sont possibles (mesure entre mors, utilisation d'extensomètre, mesure optique). Dans cette étude, la déformation macroscopique sera mesurée par extensométrie laser.

## 1.2. Les 3 phases de comportement observées lors d'un essai de fluage

Une courbe de fluage présente trois domaines distincts :

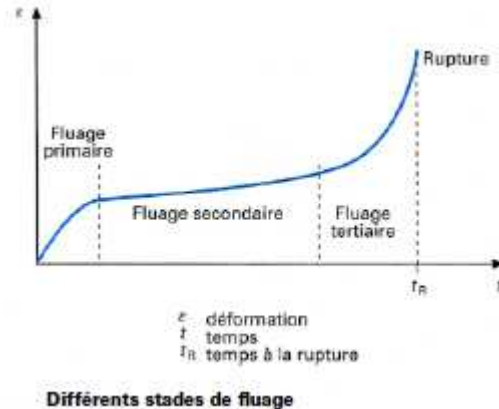


Figure B-2 : les différents stades d'un essai de fluage [techniques de l'ingénieur, essais de fluage]

### 1.2.1. Le fluage primaire ou fluage de transition

Pendant cette phase, la vitesse de déformation plastique diminue du fait de la diminution du nombre de dislocations libres permettant au matériau de se déformer. Pour rendre compte de ce phénomène, différentes équations sont disponibles dans la littérature.

Mott et Nabarro [Mott 1948] modélisent ce phénomène par une loi de la forme  $\varepsilon = k[\ln(vt)]^{2/3}$  (avec  $k$  une constante fonction entre autre de la température et  $v$  un facteur fonction de l'agitation thermique), alors que Cottrell [Cottrell 1952] a préféré une loi de la forme  $\varepsilon = kT \ln(vt)$

Seeger [Seeger 1954], pour sa part, a déterminé une loi de la forme  $\varepsilon = k * \ln(1 + bt)$  (avec  $k$  et  $b$  qui sont fonction entre autres de la température). Quant à Orowan [Orowan 1946], il a établi la relation suivante  $\varepsilon = k * t^{2/3}$ .

### 1.2.2. Le fluage secondaire ou fluage stationnaire ou quasi visqueux

Pendant cette phase, la vitesse de déformation reste constante. Ce régime d'écoulement plastique résulte d'un équilibre dynamique entre le durcissement dû à la déformation et l'adoucissement lié à la restauration favorisée par la température et l'état de contrainte appliqué, Poirier [Poirier 1976] a proposé la loi suivante

$\frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{r}{h}$  (avec  $r$  la vitesse de restauration à vitesse de déformation nulle,  $h$  le coefficient de restauration à restauration nulle). Pour sa part, McLean [McLean 1966] en supposant que la diffusion était rapide a établi la loi suivante  $\varepsilon = KT \log\left(\frac{\varepsilon_0 * h}{r}\right) + \frac{t * r}{h}$ , équation qui couvre, à la fois, le fluage primaire et secondaire. D'ailleurs, certains auteurs comme Glen [Glen 1958], Hart [Hart 1970], Poirier [Poirier 1976] ont proposé de réduire cette phase de transition à un simple point d'inflexion pour de nombreux alliages métalliques.

### 1.2.3. Le fluage tertiaire

Pendant cette phase, la vitesse de déformation croît jusqu'à la rupture de l'échantillon. Il peut apparaître un phénomène de striction au cours de cette phase de fluage [techniques de l'ingénieur, essai de fluage]. La forme de la courbe de fluage tertiaire reflète donc l'accumulation d'endommagement sous la forme de cavités internes. Ces cavités s'amorcent souvent au niveau des singularités comme les lignes de glissement, les joints de grains, les inclusions ou ségrégations, les joints triples, les interfaces entre deux phases de nature différente. Puis elles croissent et coalescent donnant alors naissance à une fissure. Cette fissure va alors se propager puis conduire à la rupture de l'éprouvette [techniques de l'ingénieur, essai de fluage].

La rupture par fluage pour les alliages métalliques est intergranulaire à haute température et intragranulaire à basse température ; ce changement de mécanisme de rupture peut également évoluer selon le niveau de contrainte appliquée et par voie de conséquence selon la vitesse de sollicitation avec la transition fluage dislocation au fluage diffusion lorsque le chargement diminue [techniques de l'ingénieur, essai de fluage].

## 2. Les deux familles de fluage [Soula 2008]

### 2.1. fluage dislocation ( $0,3T_f < T < 0,7T_f$ )

Le fluage dislocation résulte d'un mouvement combiné de montée et de glissement des dislocations [Soula 2008]; la vitesse de déformation est plus souvent limitée par l'étape de montée et donc par le mécanisme de diffusion. Elle peut alors s'écrire sous la forme donnée par la Figure B-3 :

$$\dot{\epsilon} = \frac{\alpha D_v \mu b}{kT} \left( \frac{\sigma}{\mu} \right)^n$$

Figure B-3 : Expression de la vitesse de déformation en fluage définie par Soula [Soula 2008]

avec  $\alpha$  une constante,  $D_v$  le coefficient de diffusion en volume,  $\mu$  le module de cisaillement,  $b$  le vecteur de Burgers des dislocations et  $n$  l'exposant de contrainte. Pour ce type de fluage, il y a annihilation des dislocations dans le volume des grains ou dans les joints et sous joints de grains.

### 2.2. Fluage diffusion ( $T > 0,7T_f$ )

Le fluage diffusion se déroule à haute température et sous faible contrainte, la vitesse doit être constante et proportionnelle à la contrainte. Les modèles qui le retranscrivent sont ceux de Nabarro-Herring [Herring 1950] et Coble [Coble 1963]. Les hypothèses de base sont les mêmes pour les deux modèles.



### 2.2.1. Modèle de Nabarro-Herring

Le modèle de Nabarro-Herring (1950) [Herring 1950] considère le cas d'un polycristal où la force motrice du transfert de matière est liée au gradient des potentiels chimiques entre les lacunes et les atomes aux joints de grains :

$$\dot{\epsilon} = B_h * \frac{D_v \Omega}{d^2 k T} \sigma$$

Avec  $B_h$  un coefficient dépendant de la forme des grains et variant de 12 à 15 ;  $D_v$  le coefficient de diffusion en volume ;  $\Omega$  le volume atomique ;  $k$  la constante de Boltzmann ;  $T$  la température ;  $d$  la taille moyenne des grains.

### 2.2.2. Modèle de Coble

Coble [Coble 1963] propose un modèle de fluage de polycristaux dans lequel la vitesse de fluage est contrôlée non plus par la diffusion en volume à travers le grain, mais par la diffusion le long des joints de grains. Ce modèle devient prépondérant à faible température et pour les petites tailles de grains. Dans ce modèle, les grains sont considérés comme sphériques et la vitesse de déformation obtenue avec ce modèle est :

$$\dot{\epsilon} = \frac{B_c * D_{jdg} * \delta_{jdg} * \Omega}{\pi * d^3 * k * T} \sigma$$

Avec  $B_c$  une constante ;  $D_{jdg}$  le coefficient de diffusion intergranulaire ;  $\Omega$  le volume atomique ;  $k$  la constante de Boltzmann ;  $T$  la température ;  $d$  la taille moyenne des grains ;  $\delta_{jdg}$  l'épaisseur du joint.

## 2. Les mécanismes de déformation associés au fluage [techniques de l'ingénieur, aciers résistant au fluage]

### 3.1. Déformation intragranulaire

Ces déformations ont lieu au cœur de chaque grain sous forme de glissement cristallographique ou de maclage, avec une prépondérance marquée pour le premier processus. Pour ces mécanismes, les joints de grains sont des obstacles à la propagation de la déformation. Il y a donc un effet durcissant qui est notamment retranscrit par la loi de Hall-Petch :

$R_e = \sigma_0 + k * d^{-0,5}$  ou  $R_m = \sigma'_0 + k' * d^{-0,5}$  avec  $d$  le diamètre des grains

### 3.2. déformation intergranulaire

Ce type de déformation est une particularité du fluage. Elles se produisent dans les joints de grains, Murry [Murry, techniques de l'ingénieur] admet que ce glissement intergranulaire dépend des mécanismes de déformation intragranulaires ; ces dernières générant une concentration de l'état de contrainte lorsqu'ils atteignent un joint. Cette dernière ne peut alors être relaxée que par le glissement intergranulaire. Toutefois, ce mécanisme de relaxation peut être bloqué à un point triple de la microstructure, ce qui va provoquer une nouvelle

concentration de contrainte locale et l'ouverture d'une fissure. A haute température, le glissement aux joints de grains participe de plus en plus à la déformation, il y a donc possibilité de formation de plus en plus de cavités dans les joints ce qui peut entraîner une rupture intergranulaire après la croissance et la coalescence de ces cavités.

### 3.3. Propagation des dislocations

Les dislocations peuvent se propager soit par glissement soit par montée. C'est ce dernier mouvement qui est présent dans le domaine du fluage surtout à haute température du fait de sa thermo-activation. En effet, ce phénomène de transport de matière nécessite la présence d'une agitation thermique suffisante pour assurer la montée de dislocations qui s'effectue par déplacement de crans le long de leur ligne, Poirier [Poirier 1976] a proposé une loi pour estimer la vitesse de montée ( $V_m$ ) des dislocations :  $V_m = K \cdot D \cdot \sigma / T$  avec D le coefficient d'autodiffusion

### 3.4. Glissement dévié

Lorsque le mouvement d'une dislocation est arrêté par un obstacle, la composante vis de cette dernière peut quitter le plan initial de glissement pour un autre plan contenant cette même direction de glissement, qui correspond à son vecteur de Burgers. L'activation thermique intervient donc pour aider la dislocation vis à changer de plan de glissement.

### 3.5. Glissement intergranulaire

C'est un glissement des joints les uns par rapport aux autres, mécanisme activé pour relaxer les contraintes intergranulaires, conséquence des nombreuses incompatibilités de déformation, dues à l'hétérogénéité de déformation intragranulaire observée entre les grains. Soula [Soula 2008] a fait une revue des différents mécanismes d'accommodation associés aux glissements au joints de grains, comme par exemple l'accommodation par fluage diffusion ou Lifshitz GBS (Grain Boundaries Sliding) ou l'accommodation par fluage dislocation ou Rachinger GBS. Il existe différents modèles de glissement intergranulaire mais tous proposent une

équation de la vitesse de fluage sous la forme :  $\dot{\epsilon} = \frac{ADGb}{kt} \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n$  (où D est le coefficient

de diffusion, G le module de cisaillement, k la constante de Boltzmann, T la température absolue, d la taille de grain, b le vecteur de Burgers, A une constante sans dimension, p et n sont des constantes qui représentent les exposants liés à l'inverse de la taille de grains et à la contrainte respectivement,  $\sigma$  étant la contrainte appliquée) :

✓ *Le modèle de Langdon [Langdon 1970]*

Le glissement a lieu par montée et glissement de dislocations dans une zone adjacente ou le long des joints de grains. La vitesse de glissement est alors pilotée par la vitesse de montée car c'est la vitesse la plus lente. Le glissement est accommodé non pas par un mécanisme d'écoulement intragranulaire mais par la formation de fissures et de cavités aux joints. Dans ce cas,  $p=1$  ;  $n=2$  ;  $D=D_v$  et A est environ égal à 1.

✓ *Le modèle de Gifkins [Grifkins 1987]*

Gifkins a examiné le cas où le glissement intergranulaire est conséquent et accommodé par la formation de plis intergranulaires aux points triples, P est alors égal à 2 ;  $n=3,5$  ;  $D=D_v$  ;

$A = \frac{2 * \Lambda * F * y * A2}{b}$  ce qui traduit la concentration de contraintes aux point triples ( $\Lambda$  et  $A2$

sont des constantes, F le facteur d'intensité de contraintes aux points triples, y l'épaisseur du pli aux points triples)

✓ *Le modèle de Crossman et Ashby [Crossman 1975]*

Le glissement est accommodé par un écoulement plastique dans le grain suivant une loi de type puissance. Dans ce modèle, on considèrera un joint de grains d'épaisseur  $\delta$  glissant avec une viscosité newtonienne sous l'action d'une contrainte  $\sigma$ , Il y a alors trois cas possibles :

- Le glissement d'un joint de grains plat (les irrégularités ont une épaisseur inférieure au diamètre atomique  $b$  ; on a alors  $A = \frac{8\delta}{3b}$
- Le glissement d'un joint de grains présentant des irrégularités (des marches) d'une hauteur  $h$  ; on a alors  $A = \frac{8\delta}{3b} \left(\frac{h}{b}\right)^2$
- Le glissement d'un joint de grains contenant des précipités intergranulaires (d'une densité surfacique  $V_f$  et de diamètre  $a$ ); on a alors  $A = \frac{8\delta}{3b} \left(\frac{1}{V_f * a^2}\right)$

Pour les trois cas,  $p=n=1$  et  $D=D_{jdg}$ .

De nombreux paramètres influencent le glissement intergranulaire :

- En augmentant la température, la contribution intergranulaire à la déformation globale reste constante pour les polycristaux à faible teneur en carbone [Langdon 1982].
- L'augmentation de la contrainte à température fixée diminue la contribution de la déformation intergranulaire. D'après Čadek [Čadek 1988] ceci est dû à une diminution du nombre de joints concernés par le glissement intergranulaire.
- L'augmentation de la vitesse de déformation diminue la contribution de la déformation intergranulaire
- La déformation intergranulaire est proportionnelle à la déformation macroscopique.
- L'augmentation de la taille de grains diminue la déformation intergranulaire et diminue sa vitesse.
- L'amplitude du glissement intergranulaire dépend de la contrainte agissant sur le joint de grains avec un maximum pour une désorientation angulaire du joint de grains par rapport à la direction de sollicitation autour de  $45^\circ$  dans le cas d'une sollicitation uniaxiale.
- Le glissement intergranulaire dépend de la vitesse de diffusion dans les joints. Le glissement intergranulaire dépend donc fortement de la nature du joint de grains. La vitesse de diffusion est plus importante dans les joints généraux que dans les joints de coïncidence.

## 4. Description de l'influence des principaux paramètres [techniques de l'ingénieur, essais de fluage] [Soula 2008]

### 4.1. Effet du temps

Les variations de la déformation par rapport au temps sont données par la somme de quatre fonctions :  $\varepsilon = \varepsilon_1 + \varepsilon_2 + \varepsilon_3 + \varepsilon_4$  (avec  $\varepsilon_1$  la déformation instantanée correspondant à la réponse élastique du chargement,  $\varepsilon_2$  fonction du temps de type  $\lambda t^x$  ( $x > 1$ ; stade primaire),  $\varepsilon_3$  fonction linéaire du temps (stade secondaire),  $\varepsilon_4$  fonction du temps de type  $\lambda t^y$  ( $y > 1$ ; stade tertiaire)), Les fonctions  $\varepsilon$  qui décrivent le mieux la courbe de fluage correspondent à la somme d'une fonction puissance avec une fonction linéaire et une fonction logarithmique. L'expression la plus courante est la loi d'Andrade :  $\varepsilon = \varepsilon_0 + \log(1 + \beta t^{1/3} + kt)$  ou son expression en vitesse de

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\beta}{3(1 + \beta t^{1/3})t^{2/3}} + k$$

avec  $k$  et  $\beta$  des paramètres ajustables.

### 4.2. Effet de la température

Le fluage étant un phénomène thermo activé,  $\dot{\varepsilon}$  suit une loi de type Arrhenius

$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_d \exp(-Q/RT)$  avec  $\dot{\varepsilon}$  la vitesse de déformation pendant le fluage secondaire,  $Q$  l'énergie d'activation,  $R$  la constante molaire des gaz parfait:  $8,314 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ,  $T$  température absolue,  $\dot{\varepsilon}_d$  paramètre de dimensionnement.

### 4.3. Effet de la contrainte

$\dot{\varepsilon}$  correspond à la vitesse de fluage secondaire

#### 4.3.1. cas des faibles contraintes

L'évolution de la vitesse de déformation suit une loi puissance ou de Norton en fonction de la contrainte :  $\dot{\varepsilon} = A \cdot \sigma^n$  [avec  $A$  et  $n$  des paramètres ajustables]. Pour un large intervalle de contrainte, on obtient souvent deux droites dans un graphe log-log et la variation de  $\dot{\varepsilon}$  devient :

$$\dot{\varepsilon} = A_1 \cdot \sigma^{n_1} + A_2 \cdot \sigma^{n_2} \text{ [avec } n_1 \text{ et } n_2 \text{ les pentes des droites].}$$

Les valeurs de  $n$  sont en principe comprises entre 3 et 5 pour les alliages métalliques. Pour les très faibles contraintes et à très haute température  $n$  vaut 1. Cette valeur de 1 signifie que le fluage diffusion est le mécanisme principal.

#### 4.3.2. cas des fortes contraintes

L'augmentation de la vitesse de déformation est encore plus rapide avec l'augmentation de la contrainte. On écrit alors les lois précédentes avec une évolution exponentielle de la contrainte du type :  $\dot{\varepsilon} = A \exp(\alpha \sigma)$  [avec  $A$  et  $\alpha$  des paramètres ajustables].

Le regroupement des deux domaines de contraintes est proposé en utilisant une fonction de type sinus hyperbolique pour décrire les évolutions de la vitesse de déformation secondaire :  $\dot{\varepsilon} = A [\text{sh}(\alpha \sigma)^n]$  (avec  $A$ ,  $\alpha$  et  $n$  des paramètres ajustables).

#### 4.4. Effet de la taille de grains

La vitesse de déformation varie de façon inversement proportionnelle à la taille de grains. Ainsi pour augmenter la résistance en fluage, il faut diminuer la surface de joints de grains donc augmenter la taille de grains. Le problème est alors de conserver des propriétés mécaniques intragranulaires suffisamment élevées (effet Hall et Petch) pour supporter les conditions de chargement définies par le cahier des charges.

### 5. Extrapolation d'un essai de fluage longue durée [techniques de l'ingénieur, essais de fluage]

#### 5.1. Principe

Afin de dimensionner certaines pièces, on peut réaliser un essai court et à une température plus élevée que la température de service pour accélérer les essais et donc raccourcir leur durée. On applique alors des méthodes d'interpolation pour estimer le comportement en conditions réelles de cette pièce. La suite de ce paragraphe expose deux exemples de méthode utilisés dans le cas des aciers P91.

#### 5.2. Méthode de Larson-Miller

##### 5.2.1. Les hypothèses du modèle

- le fluage est un phénomène thermo activé :  

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_d \exp(-Q/RT)$$
- le temps pour atteindre une déformation donnée est inversement proportionnel à la vitesse de déformation :  

$$t = C / \dot{\epsilon} \quad [C \text{ étant une constante}]$$

on a donc :  $t = (C / \dot{\epsilon}_d) * \exp(Q/RT)$

soit :  $\log t = (B1/T) - \log B2$  [avec  $B1 = Q/(2,3 * R)$  et  $B2 = -C / \dot{\epsilon}_d$ ]

##### 5.2.2. La méthode de Larson-Miller [Larson et Miller 1952]

Cette méthode permet de réaliser des interpolations à des températures différentes de celles utilisées pour l'établissement de la base de données. Elle est notamment utilisée pour prédire la contrainte à rupture en fluage sur des bases de données contenant peu d'essais [Masuyama 2007]. Elle permet d'évaluer l'influence de la contrainte et de la température sur la résistance en fluage [Tabuchi 2006], [Gaffard 2005] a notamment utilisé cette méthode car elle est insensible aux hétérogénéités de déformation. En effet, la relation permettant de relier la contrainte et la température à la contrainte n'est pas linéaire [Tabuchi 2006] et permet donc de reproduire une perte de propriété mécanique.

Dans cette méthode, Q est une fonction de la contrainte et B2 est une constante indépendante de la contrainte. Sur un graphe, log t en fonction de 1/T, les courbes sont concourantes quand  $1/T \rightarrow 0$  et B2 est une constante. Le paramètre de Larson-Miller est le suivant  $P(\sigma) = T * (\log t + \log B2)$ . La courbe maîtresse qui donne le paramètre P(σ) en fonction de la contrainte

permet de déterminer le temps pour atteindre un niveau donné de déformation ou la déformation à rupture pour un couple  $(\sigma, T)$  donné.

### 5.3. Relation Monkman-Grant [Monkman 1956]

Pour cette méthode, le temps à rupture par fluage peut être évalué à l'aide de la loi de Monkman-Grant qui stipule que :  $\dot{\epsilon}^q * t_r = C_{MG}$  (avec q proche de 1) [Masuyama 2000], Le temps à rupture est alors égal à  $t_r = A * C_{MG} * \sigma^M * \exp(Q / RT)$ . A l'inverse de la méthode de Larson Miller, cette relation fait l'hypothèse d'une ductilité constante [Gaffard 2005]. Elle est utilisée pour connaître le temps à rupture pour une seule température et à l'avantage d'être très simple à mettre en place car la relation reliant la vitesse de déformation au temps à rupture est linéaire [Gaffard 2005]. C'est pourquoi cette méthode sera utilisée dans ce travail.

---

## ANNEXE C : Influence des paramètres de la loi cohésive sur la réponse d'une interface

Dans toute cette annexe, le jeu de paramètres pris comme référence sera celui utilisé pour les simulations numériques du chapitre 6 Tableau 6-4. Pour rappel, la loi cohésive utilisée est basée sur celle de Lorentz en ajoutant des termes de viscosité (sous la forme de loi de Newton) sur la contrainte maximale et le déplacement critique. Les paramètres de loi cohésive sont définis par les équations (C-1) et (C-2).

$$\sigma_{MAX_{nouv}} = \sigma_{MAX} + S * \dot{u}_t^{\frac{1}{s}} \quad (C-1)$$

$$\delta_{c_{nouv}} = \delta_c + D * \dot{u}_t^{\frac{1}{d}} \quad (C-2)$$

### ➤ Paramètre $\sigma_{max}$ :

La Figure C-1, présente les effets de seuil. Si on augmente le seuil de contrainte à 100MPa, on permet ainsi à l'interface d'avoir une résistance maximale plus importante.

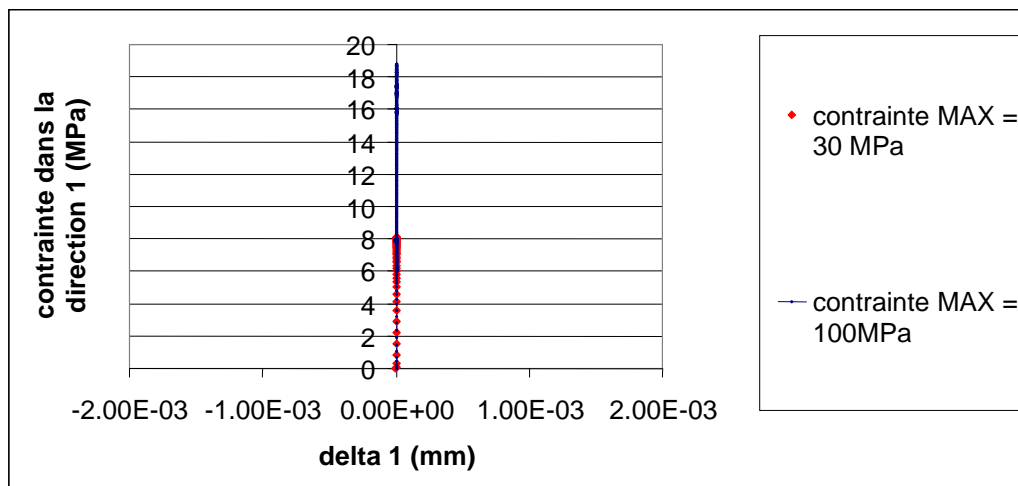


Figure C-1 : Différence de seuil de contrainte lorsque l'on modifie la valeur de la contrainte maximale

Les valeurs de contraintes maximales indiquées sur la Figure C-1 sont inférieures au paramètre fixé car sur cette figure, c'est la valeur moyenne de la composante de contrainte et de déplacement prises dans la direction 1 sur toute l'interface qui est étudiée or les éléments cohésifs loin des joints triples subissent beaucoup moins d'effort et ne glisse pas ce qui fait baisser l'effort moyen.

### ➤ Paramètre S :

Comme l'indique la Figure C-2, le paramètre S influence le seuil de contrainte. Plus S sera élevé, plus ce seuil sera élevé. Ce paramètre joue également sur la valeur du déplacement pour lequel le glissement aux joints devient opérant. Si l'on souhaite comme c'est le cas dans cette étude retarder l'apparition du glissement aux joints de grains, il faut augmenter la valeur de ce paramètre S.



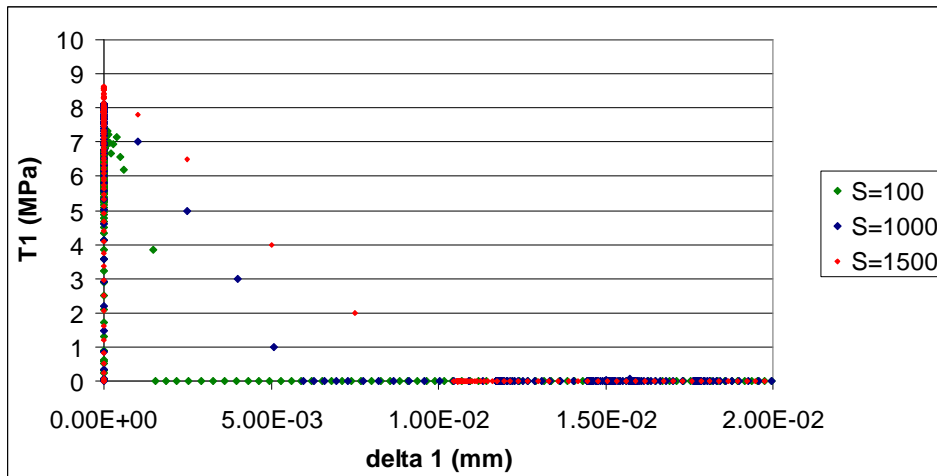


Figure C-2 : Evolution du comportement d'un joint de grain en fonction de la valeur de S

➤ Paramètre s :

Pour étudier l'influence du paramètre s sur la réponse d'une interface, ce dernier a été diminué, toute chose égale par ailleurs, passant de 11 à une valeur de 5. Le Tableau C-1 montre qu'en diminuant ce paramètre, on diminue l'influence de la vitesse de sollicitation sur la valeur de la contrainte maximale. En effet, l'écart sur cette grandeur pour des essais à  $10^{-4}s^{-1}$  et  $10^{-8}s^{-1}$  est fortement réduit.

	Différence entre les contraintes maximales pour un essai à $10^{-4}s^{-1}$ et un autre à $10^{-8}s^{-1}$ (en MPa)
s = 11	4,55
s = 5	0,92

Tableau C-1 : Influence de la valeur du paramètre s sur la différence de contrainte maximale entre deux vitesses de sollicitation

➤ Paramètre  $\delta_c$  :

Lorsque l'on augmente le paramètre  $\delta_c$  et donc la taille du défaut critique, on retarde le démarrage du glissement aux joints de grains, c'est-à-dire le moment où il n'y aura plus d'effort tangentiel dans l'élément cohésif.

Défaut critique avec $\delta_c = 0,001$ (en mm)	Défaut critique avec $\delta_c = 0,01$ (en mm)
$5,98 \cdot 10^{-3}$	$9,85 \cdot 10^{-2}$

Tableau C-2 : différence de la valeur du défaut critique selon le choix de  $\delta_c$

➤ Paramètre D :

Afin de prouver l'influence du paramètre D, une simulation numérique a été lancée avec D valant 0,05. La Figure C-3 montre que ce paramètre influe très peu la valeur de la contrainte maximale. En revanche, il retarde et diminue la contribution du glissement intergranulaire. En effet, la valeur du défaut critique est bien plus importante lorsque l'on augmente D et le niveau de déformation correspondant est bien plus élevé (1,8% pour le cas D=0,01 et 4% dans le cas D=0,05). Ce paramètre va donc permettre de régler le niveau de déformation à partir duquel on souhaite voir apparaître du glissement.

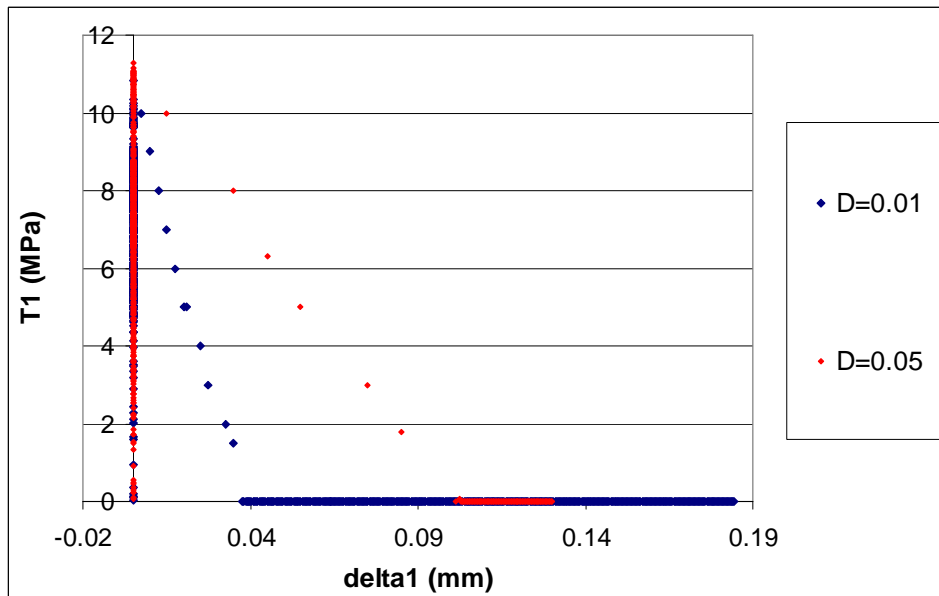


Figure C-3 : influence du paramètre D sur la réponse d'une interface

➤ Paramètre d :

Le paramètre d a un rôle équivalent à s mais il joue sur le déplacement critique. Lorsque l'on augmente ce paramètre, on amplifie l'écart de défaut critique entre des essais dont la vitesse de sollicitation est différente (Tableau C-3). Ainsi plus d sera grand et plus l'écart sera important entre un essai lent et un essai rapide. On peut imaginer que l'on pourrait trouver une valeur qui autorise le glissement aux joints de grains jusqu'à une certaine vitesse de sollicitation.

	Différence entre les déplacements critiques pour un essai à $10^{-4} \text{s}^{-1}$ et un autre à $10^{-8} \text{s}^{-1}$
d = 20	$3,7 \cdot 10^{-3} \text{ mm}$
d = 25	$5,3 \cdot 10^{-3} \text{ mm}$

Tableau C-3 : Influence de la valeur du paramètre d sur la différence de déplacement critique entre deux vitesses de sollicitation différentes

➤ Paramètre r :

Le paramètre r est un terme de pénalité dans le Lagrangien augmenté (algorithme de pénalisation dans la résolution des équations) [Lorentz 2008]. Ce coefficient r n'a aucune influence sur la solution s'il est supérieur au module d'adoucissement Hc défini par le

rapport  $\frac{\sigma_c}{\delta_c}$ , Lorentz [Lorentz 2008] conseille de prendre r environ 100 fois supérieur à Hc notamment si on utilise une technique « line search ». Or dans mes calculs cette technique n'est pas utilisée, on peut alors prendre un r un peu plus petit. Dans mes cas, le rapport  $\frac{r}{Hc}$  vaut 4,1 et la Figure C-4 indique bien que l'écart entre dU1 et delta1 est nul à convergence.

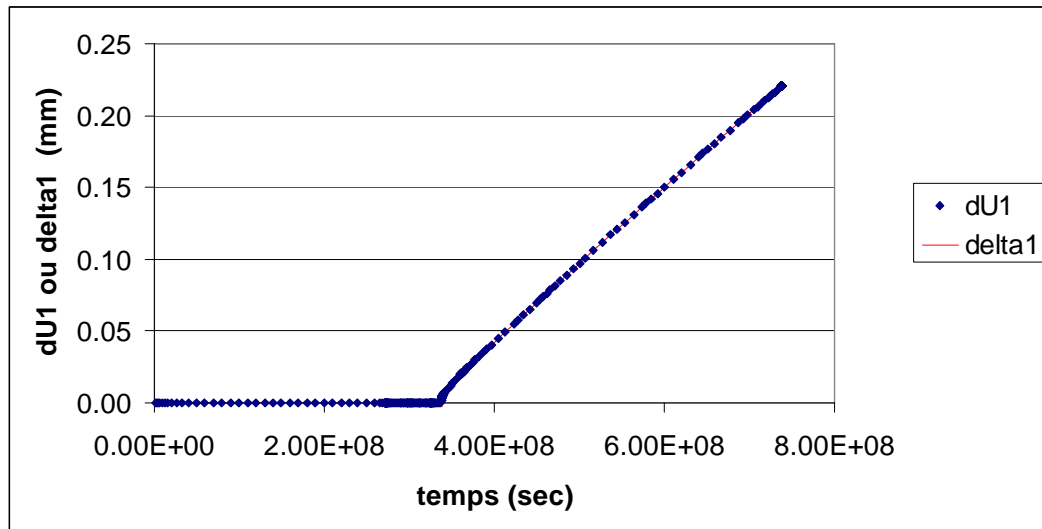


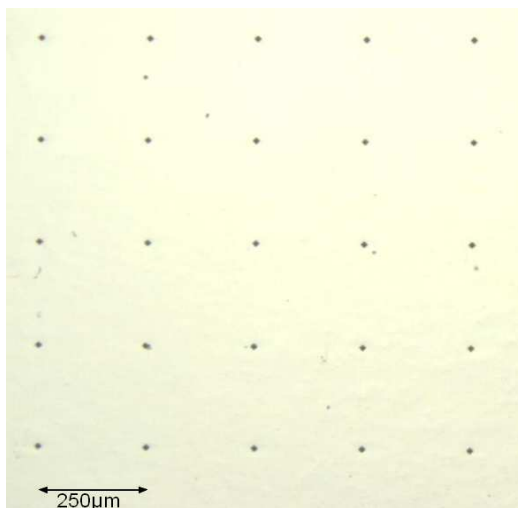
Figure C-4 : Comparaison de l'évolution au cours du temps en un point de gauss de dU1 et delta1

## **ANNEXE D: Couplage champs expérimentaux/ champs numériques**

### **1. Superposition des champs microstructuraux et cinématiques**

Le but de ce paragraphe est de décrire comment sont obtenus et superposés les champs microstructuraux et de déformations.

Tout d'abord, il faut représenter la microstructure du matériau, cette étape est réalisée grâce à une analyse EBSD (Electron Back-Scattered Diffraction) permettant de connaître les désorientations au sein d'un ancien grain austénitique mais également entre des grains voisins. Pour faciliter le repérage de la zone un réseau d'empreinte de dureté séparée de  $250\mu\text{m}$  a été réalisé au niveau de l'ICHAZ (zone d'étude pour les essais de fluage) (Figure D-1)



**Figure D-1 : Repérage de la zone où déposer la grille grâce à des empreintes de dureté**

Par la suite des clichés EBSD sont réalisés dans chaque de  $250*250\mu\text{m}$ , c'est grâce à cela que l'on obtient une visualisation du contour des joints de grains comme celle de la Figure D-2. Ensuite une microgrille en tungstène (voir chapitre 6 paragraphe 5.3) est déposée dans cette zone. Le pas de cette grille est de  $2\mu\text{m}$ , cette valeur a été choisie afin d'avoir un maximum de points de mesure par grain sachant que la taille de grain dans cette zone est d'environ  $10\mu\text{m}$ .

Par la suite des images MEB par électrons rétrodiffusés de la microgrille sont prises avant et après l'essai mécanique, ceci permet de visualiser le champ de déplacement en repérant la position des intersections de grille avec le logiciel de corrélation d'images développé au LMS CMV.

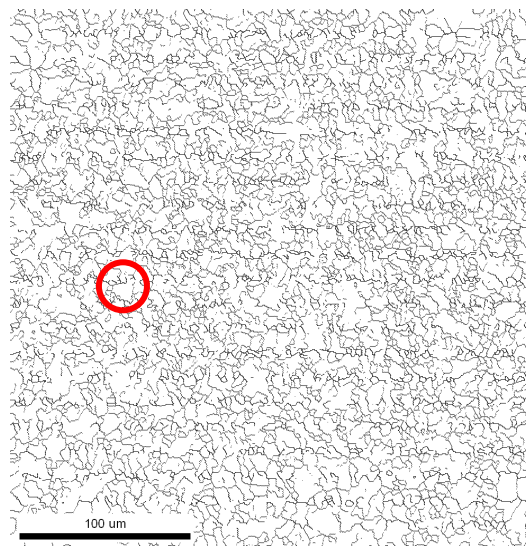
On obtient alors deux fichiers de points avec les positions des intersections de grille dans la configuration d'origine et celle déformée. A l'aide post-traitement réalisé sous Zébulon, nous sommes capables de reproduire le champ de déformations expérimental, on peut alors calculer par exemple la déformation équivalente de Von Mises comme présenté dans le chapitre 6.

Par la suite, afin de réaliser la superposition entre le champ de déformation obtenu par Zébulon et la microstructure du matériau suite à l'analyse EBSD, il faut trouver un point de repère afin de faire correspondre les deux images. Pour cela nous nous aiderons de la position des empreintes de dureté et de leur distance à la zone où le champ de déformations a été observé. Ensuite il faut déterminer la transformation géométrique (translation, rotation)

nécessaire à appliquer au champ de déformation pour se superposer à l'image de la microstructure. Pour cela nous utilisons un post-traitement développé au Centre des Matériaux, qui permet de superposer le champ cinématique et le champ microstructural en fixant quatre couples de coordonnées de points en pixels dans le champ de déformations et les coordonnées de ces mêmes points repérés dans l'image de contour de joints de grains.

## **2. Construction d'un maillage à partir d'une image EBSD de contour des joints de grains**

Le maillage d'une microstructure commence par l'acquisition à l'aide de l'EBSD d'un cliché décrivant le contour des joints de grains (Figure D-2)



**Figure D-2 : cliché EBSD représentant les contours des joints de grains**

Si on zoome sur la zone entourée en rouge sur la Figure D-2 (voir Figure D-3), on peut constater que le contour de certain grain n'est pas complet, il faut alors utiliser des algorithmes de fermeture de contour comme la technique de la ligne de partage des eaux (ou en anglais watershed) [Beucher 1979] afin de représenter la totalité du contour du grain (courbe tracé en bleu sur la Figure D-3).



Figure D-3 : image des contours d'un joint de grain. Exemple d'une fermeture

Une fois les contours fermés, on applique un filtre basé sur le gradient morphologique appelé aussi gradient de Beucher (du nom de son inventeur) afin de déterminer les contours à l'aide des variations de niveau de gris (ici un joint de grain et un passage du blanc au noir puis retour au blanc). On représente ainsi les zones où il y a le maximum de variations de niveau de gris, c'est-à-dire les contours de grains.

On obtient alors le contour de chaque grain sous forme de différents segments. Ces derniers vont servir de contrainte pour le maillage de la microstructure. En effet les éléments aux frontières des grains devront avoir ces contours comme côté. Pour réaliser le maillage à proprement parlé de la microstructure (Figure D-5), on utilise la triangulation de Delaunay contraint par les frontières de grains ainsi définies [Sukumar 2003, Galli 2008]. Une triangulation de Delaunay consiste à fabriquer des éléments triangulaires dont les cercles circonscrits ne contiennent aucun nœud des éléments voisins (Figure D-4 schéma (b))

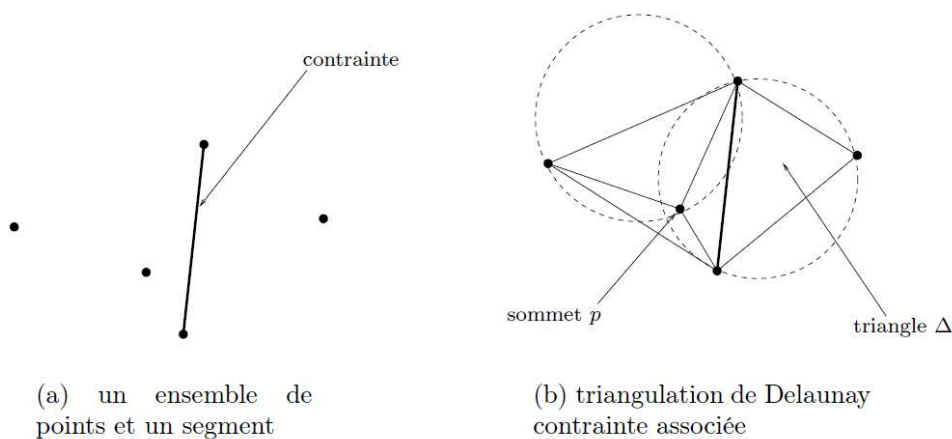


Figure D-4 – Triangulation de Delaunay contrainte (le cercle circonscrit à  $\Delta$  englobe le sommet  $p$ , mais le sommet  $p$  n'est pas visible de l'intérieur de  $\Delta$ )

Figure D-4 : schéma explicatif d'une triangulation de Delaunay contraint [Thibert 2003]

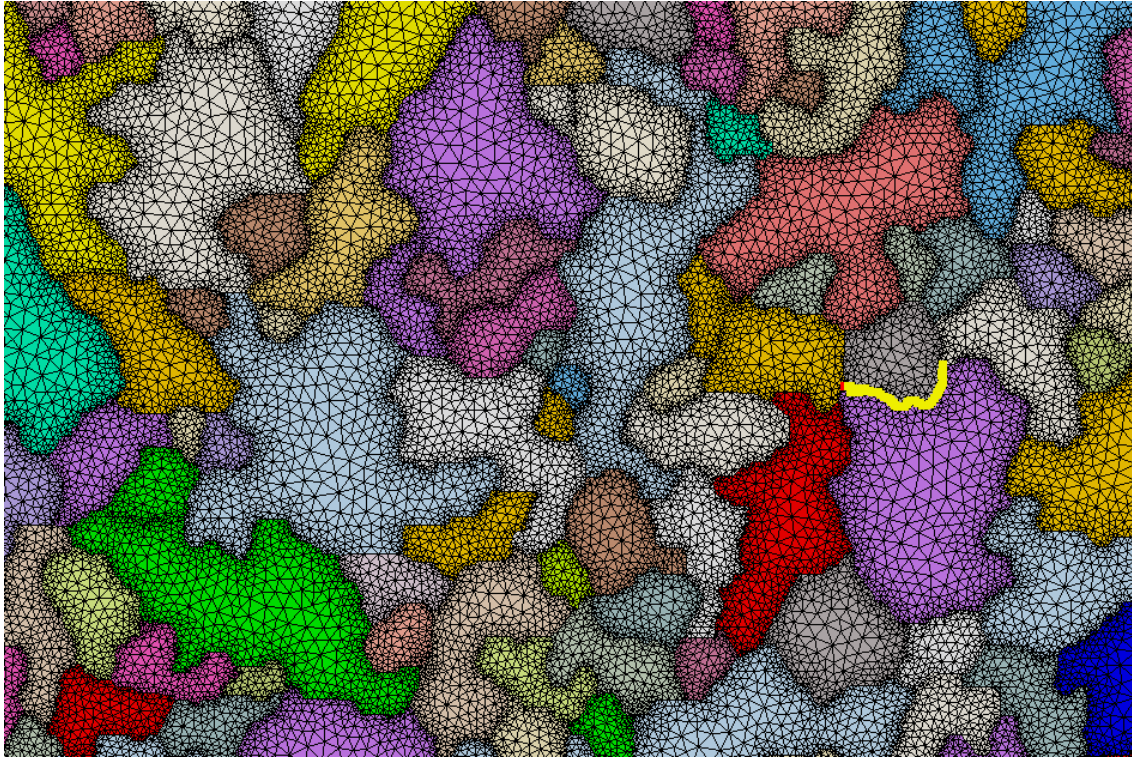


Figure D-5 : microstructure réelle maillée

Par la suite, on peut à l'aide d'une fonction contenue dans Zébulon, chercher les interfaces entre éléments. Ceci va nous indiquer la position des joints de grains (en jaune fluo sur la Figure D-5 est représenté un joint de grains) et grâce à la connaissance des orientations de chaque grain ; il est possible de déterminer les désorientations des joints de grains les plus propices au glissement aux joint et comparer cela avec les résultats expérimentaux observés.

---

## **BIBLIOGRAPHIE**

Abe F., Horiuchi, T., Taneike M. et al., "Stabilization of martensitic in advanced 9Cr steel during creep at high temperature", *Materials science and engineering A*, 2004, 378, pp 299-303

Abe F., Tabuchi T., Kondo M, et al., "Suppression of type IV fracture and improvement of creep strength of 9Cr steel welded joints by boron addition", *International journal of pressure vessels and piping*, 2007, 84, pp 44-52

Aganemmone R., Blum W., Gupta C., et al., "Evolution of microstructure and deformation resistance in creep of tempered martensitic 9-12%Cr-2%W-5%Co steels", *Acta materialia*, 2006, 54, pp 3003-3014

Albert S.K., Matsui, Watanabe T., Hongo H. et al., "Variation in the type IV cracking behaviour of a high Cr steel weld with post weld heat treatment", *International journal of pressure vessels and piping*, 2003, 80, pp 405-413

Alfano G. et Crisfield MA., "Finite element interface models for the delamination analysis of laminated composites: mechanical and computational issues", *International journal of numerical methods in engineering*, 2001, vol 50, pp 1701-1736

Allais L., Bornert M., Bretheau T. et al., "Experimental characterization of the local strain field in a heterogeneous elastoplastic material", *Acta metall, mater.*, 1994, vol 42, n°11, pp 3865-3880

Allen DJ., Harvey B. et Brett SJ., " "FOURCRACK"-an investigation of the creep performance of advanced high alloy steel welds", *International of pressure vessels and piping*, 2007, vol 84, pp 104-113

Al-Mazrouee A., Singh Raman RK. et Ibrahim RN., "Effect of post weld heat treatment on the oxide scaling of Cr-Mo steel weldments", *Journal of materials processing technology*, 2005, vol 164-165, pp 964-970

Andrieux S., Ben Abda A, et Bui HD., « Sur l'identification de fissures planes via le concept d'écart à la réciprocité en élasticité », *compte rendu académie des sciences Paris Ser II*, 1997, vol 324, pp 1431-1438

Avril S., Bonnet M., Bretelle AS. et al., "Overview of identification methods of mechanical parameters based on full-field measurement", *Experimental mechanics*, 2008, vol 48, pp 381-402

Badulescu C., Grédiac M. et Mathias JD., "Investigation of the grid method for accurate in-plane strain measurement", *Measurement science technology*, 2009, vol 20, pp 1-17

Bagher MS, "Analyse et identification du comportement mécanique d'aciers à effet TRIP à partir des mesures de champs cinématiques", thèse de doctorat : Arts et métiers ParisTech, 2010, 250p



- Beér J.M., “High efficiency electric power generation: The environmental role”, *Progress in energy and combustion science*, 2007, 33, pp 107-134
- Besson J., Leclercq S., Gaffard V. et al. “Analysis of creep lifetime of a ASME grade 91 welded pipe”, *Engineering fracture mechanics*, 2008, doi:10.1016/j.engfracmech.2008.12.007
- Beucher S. et Lantuejoul C., “Use of watersheds in contour detection”, *International Workshop on image processing, real-time edge and motion detection/estimation*, Rennes, France, Sept, 1979
- Blach J. et al., “Fracture characteristics of thermally exposed 9Cr-1Mo steel after tensile and impact testing at room temperature”, *Engineering failure analysis*, 2008 doi:10.1016/j.engfailanal.2008.09.2003
- Bonnet M., Daridon L. et Pagano S., “Identification: Constitutive equation gap method”, *CNRS Summer School: Identification procedures using full-field measurements : applications in mechanics of materials and structures*, LMT-Cachan, juillet 2011
- Bornet M., Brémand F., Doumalin P. et al., “Assessment of digital image measurement errors: methodology and results”, *Experimental mechanics*, 2009, vol 49, pp 353-370
- Brémand F., Cottron M., Doumalin P. et al., « Mesure en mécanique par méthodes optiques », *Technique de l'ingénieur*
- Bretagne N., Valle V. et Dupré JC., « Développement de la technique de suivi de marques pour la mesure de la variation de volume et de la déformation », *NDT&E international*, 2005, vol 38, pp 290-298
- Bretheau T., Crepin J., Doumalin P. et Bornert M., “Microextensometry: a tool for the mechanics of materials”, *Revue de Métallurgie- Cahiers d'informations Techniques*, 2003, vol 100, p 567
- Bui HD, Tanaka M., Bonnet M. et al., “Inverse problems in engineering mechanics”, *Balkema*, 1994
- Bumjoom K., Chanseo J. et Byengsoo L., “Creep behaviour and microstructural damage of martensitic P92 steel weldment”, *Materials science and engineering A*, 2008, 483-484, pp 544-546
- Čadek J., “*Creep in metallic materials*”, Editions Academia, Prague, Tchéquie, 1988,
- Cailletaud G., Forest S., Jeulin D. et al., “Some elements of microstructural mechanics”, *Computational materials science*, 2003, vol 27, pp 351-374
- Caliez M., Chaboche JL., Feyel F. et Kruch S., “Numerical simulation of EBPVD thermal barrier coatings spallation”, *Acta materialia*, 2003, vol 51, pp 1133-1141
- Calloch S., Dureisseix D, et Hild F., “Identification de modèles de comportement de matériaux solides: utilisation d'essais et de calculs “, *Technol. Form.*, 2002, vol 100, pp 36-41

- Caminada S., Cumino G., Cipolla L. et Di Gianfrancesco A., "Long term creep behaviour and microstructural evolution of ASTM Grade 91 steel", *Advances in Materials Technology for Fossil Power Plants*, 2004, Hilton Head Island, South Carolina
- Carbonneau X., Thollet G. et Olagnon C., "Developpement of high temperature extensometric microgrids", *Journal of materials science letters*, 1997, vol 16 , pp 1101-1103
- Cavallon N., *Contribution à la validation expérimentale de modèles décrivant la ZAT lors d'une opération de soudage*, thèse de doctorat : INSA Lyon, 1998, 211p
- Chandra N., Li H., Shet C. et Ghonem H., "Some issues in the application of cohesive zone models for metal-ceramic interface", *International journal of solids and structures*, 2002, vol 39, pp 2827-2855
- Cho B., Choi E. et Chung S., "Oxidation-induced stoichiometric and morphological change of oxide films on stainless-steel surfaces", *Applied physics A*, 1999, vol 69, pp 625-630
- Cho B., Moon S., Chung S. et al., "Characterization of the diffusion properties of chromium in stainless-steel oxides by photoemission spectroscopy", *Journal of vacuum science technology A*, 2001, vol 19, pp 998-1003
- Claire D., Hild F. et Roux S., "A finite element formulation to identify damage fields: the equilibrium gap method", *International journal for numerical method and engineering*, 2004, vol 61, pp 189-208
- Coble RL., "A model for boundary diffusion controlled creep of polycrystalline materials", *Journal of applied physic*, 1963, vol 34, pp 1679-1682
- Cornec A., Scheider I. et Schwalbe KH., "On the practical application of the cohesive model", *Engineering fracture mechanics*, 2003, vol 70, pp 1963-1987
- Cottin N., Fegenhauser HP. et Natke HG., "On the parameter identification of elastomechanical systems using input and output residuals", *Ing-Arch*, 1984, vol 54, pp 378-387
- Cottrell AH., "The time laws of creep", *Journal of the mechanics and physics of solid*, 1952, vol 1, pp 53-63
- Coussement C. et De Witte M., "Behaviour of 12%Cr and improved 9%Cr weldments impact on the occurrence of type IV cracking in service", *JOINING/WELDING 2000*, 1991, pp 189-201
- Crafts W., "*Metals Handbook, chapter Constitution of Iron-Chromium-Carbon Alloys*", 1939, pages 407A–407B, American Society for Metals
- Crossman FW. et Ashby MF., "The non uniform flow of polycrystals by grain boundary sliding accommodated by power law creep", *Acta Metallurgica*, 1975, vol 23, pp 425-490

- Crouzeix L., Périé J.N., Roux S. et Hild F., “On the use of displacement fields for identifying material heterogeneities and non linear behaviors”, *Journée Scientifique et Technique Européenne JST-e -Journée Scientifique et Technique Européenne :Apports des techniques de mesure de champs et des méthodes inverses d’identification en mécanique*, 2008
- Danielewski M., Filipek R. et Kucharska B., “Predictive of the depletion zone due to selective oxidation of P91 steel”, *Defect and diffusion forum*, 2005, vols 237-240, pp965-970
- Das C.R., Albert S.K., Bhaduri A.K. et al. “Effect of prior microstructure on microstructure and mechanical properties of modified 9Cr-1Mo steel weld joints”, *Materials science and engineering A*, 2008, 447, pp 185-192
- Di Gianfrancesco A., Matera S. et Tassa O., “Properties and microstructure of modified 9%Cr steels”, *La revue de métallurgie - CIT*, 2001, pp117–123
- Dexet M., *Méthode de couplage entre expérimentation et simulations numériques en vue de l’identification de lois de comportement intercrystallin. Application aux alliages de zirconium*, thèse de doctorat : Ecole Polytechnique de Palaiseau, 2006, 185p
- Doumalin P., *Microextensométrie locale par corrélations d’images. Application aux études de micromécaniques par MEB*, thèse de doctorat : Ecole Polytechnique de Palaiseau, 2000, 262p
- Eggeler G., Coleman M., Ramtcke A. et al., “Analysis of creep in a welded P91 pressure vessel”, *International journal of pressure vessel and piping*, 1994, vol 60, pp 237-257
- Ennis P.J., Zielinska-Lipiec A., Wachter O. et al., “Microstructure stability and creep rupture strength of the martensitic steel P92 for advanced power plant”, *Acta mater*, 1997, vol 45, n°12, pp 4901-4907
- Ennis P.J., Zielińska-Lipiec A. et Czyska-Filenowicz A., “Influence of heat treatments on microstructural parameters and mechanical properties of P92 steel”, *Materials science and technology*, 2000, vol 16, n°10, pp 1226-1232
- Esteves R. et Réthoré J., “Identification expérimentale d’une zone cohésive par traitement d’images : Exemple pour une rupture par craquelage dans un polymère amorphe”, *Colloque national en calcul de structures (CSMA 2011)*, 2011, 9-13 mai 2011 Giens
- Falat L. et al., “Creep deformation and failure of E911/E911 and P92/P92 similar weld-joints”, *Engineering failure analysis*, 2009, vol 16, pp 2114-2120
- Fréchet S., « *Transformations et comportements du Zy-4 en conditions anisothermes* », Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2001
- Gaffard V., “*Experimental study and modelling of high temperature creep flow and damage behaviour of 9Cr1Mo-NbV steel weldments (Etude expérimentale et modélisation, du comportement, de l’endommagement et de la rupture en fluage à haute température de joint soudés en acier 9Cr1Mo-NbV)*”, thèse de doctorat : ENSMP Centre des Matériaux, 2004, 379p

- Gaffard V., Gourges-Lorenzo A.F, et Besson J., “High temperature creep flow and damage properties of the weakest area of 9Cr1Mo-NbV martensitic steel weldment“, *ISIJ International*, 2005, vol 45, n°12, pp,1915-1924
- Gaffard V., Gourges-Lorenzo A.F, et Besson J., “Creep failure model of a tempered martensitic stainless steel integrating multiple deformation and damage mechanisms“, *International journal of fracture*, 2005, 133, pp 139-166
- Gaffard V., Gourges-Lorenzo A.F, et Besson J., “High temperature creep flow and damage properties of 9Cr1MoNbV steels: base metal and weldment“, *Nuclear engineering and design*, 2005, 235, pp 2547-2562
- Galli M., Botsi J. et Janczak-Rusch, “An elastoplastic three-dimensional homogenization model for particle reinforced composites”, *Computational materials science*, 2008, vol 41, pp 312-312
- Geymonat G., Hild F., et Pagano S., “Identification of Elastic Parameters by Displacement Field Measurement”, *Compte rendu Mécanique*, 2002, vol 330, pp :403–408, 2002
- Geoffroy D., Chiaruttini V., Crépin J., et al., “*Mise en place d’un modèle de zone cohésive à base physique dans un bicristal de g-TiAl*“, CSMA 2011, 2011, Giens
- Giroux PF., Dalle F., Sauzay M. et al., “Mechanical and microstructural stability of P92 under uniaxial tension at high temperature“, *Materials science and engineering A*, 2010, vol 527, pp 3984-3393
- Glen J., “Effect of Alloying Elements on the High-Temperature Tensile Strength of Normalized Low-Carbon Steel”, *Journal of iron and steel institute*, 1958, vol 186, pp21-48
- Godin C., « Guide de prévention soudage-coupage », 2000, [www.aspme.org/upload/pdf/soudage.pdf](http://www.aspme.org/upload/pdf/soudage.pdf)
- Gifkins RC., “The grain-size dependence of creep rate in recovery creep”, *Journal of the Australian Institute of Metals*, 1973, vol 18, pp 137-145
- Grabke HJ., Tökei Z. et Ostwald C., “Initial oxidation of a 9%CrMo- and 12%CrMOV-steel“, *Materials technology*, steel research international, 2004, vol 75, pp 38-46
- Grédiac M. et Pierron F., “Applying the virtual fields method for the identification of elastoplastic constitutive parameters”, *International journal of plasticity*, 2006, vol 22, pp 602-627
- Haddadi H. et Belhabib S., ”Use of rigid-body motion for the investigation and estimation of the measurement errors related to digital image correlation technique”, *Optics and Lasers in Engineering*, 2008, 46, pp 185-196
- Hald J., “Creep resistant 9-12% Cr steels - Long-term testing, microstructure stability and development potentials”, *Super-High Strength Steels, Rome, Associazione Italiana di Metallurgica*, 2005, [www.msm.cam.ac.uk/phasetrans/2005/LINK/146.pdf](http://www.msm.cam.ac.uk/phasetrans/2005/LINK/146.pdf)
- Hald J., “Microstructure and long term creep term properties of 9-12%Cr steels”, *International journal of pressure and vessels and piping*, 2008, 85, pp 30-37

- Hart EW., "A phenomenological theory for plastic deformation of polycrystalline metals", *Acta materialia*, 1970, vol 18, pp 599-610
- Hättestrand M., Schwind M. et André HO., "Microanalysis of two creep resistant 9-12% chromium steels", *Materials science and engineering A*, 1998, 250, pp 27-36
- Héripé E., *Méthode de couplage multi-échelles entre simulations numériques polycristallines et mesures de champ pour l'identification des paramètres de lois de comportement et de fissuration des matériaux métalliques*, thèse de doctorat : Ecole Polytechnique de Palaiseau, 2006, 223p
- Herring C., "Diffusional viscosity of a polycrystalline solid", *Journal of applied physic*, 1950, vol 21, pp 437-445
- Hemez FM. et Farhat C., "Updating finite element dynamic models using element-by-element sensitivity methodology", *AIAA journal*, 1993, vol 33, pp 1702-1711
- Hild F., "*CORRELIMT : a software for displacement field measurement by digital image correlation*", LMT-Cachan internal report 254, 2002
- Hild F., *Mesure de champs de déplacement par corrélation d'images et applications en mécanique des solides*, note de cours IPSI, chapitres 9 et 10, septembre 2003, pp 1-82
- Holdsworth S.R., "Creep damage zone development in advanced 9%Cr steel weldments", *International journal of Pressure vessels and piping*, 2001, 78, pp 773-778
- Homolová V., Janovec J., Záhumensky P. et Výrosková A., "Influence of thermal-deformation history on evolution of secondary phases in P91 steel", *Materials science and engineering A*, 2003, vol 349, pp 306-312
- Hyde TH., Becker AA., Sun W. et Williams JA., "Finite-element creep damage analyses of P91 pipes", *International journal of pressure vessels and piping*, 2006, vol 83, pp 853-863
- Jacquemoud C., *Caractérisation mécanique et modélisation du comportement jusqu'à rupture de membranes biologiques fibreuses: application à la peau humaine*, thèse de doctorat : INSA Lyon, 2007, 330p
- Kaddour D., "*Fluage isotherme et anisotherme dans les domaines monophasés ( $\alpha$  et  $\beta$ ) et biphasé ( $\alpha+\beta$ ) d'un alliage Zr-1%Nb-O*", 2004, Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris
- Khanna AS., Rodriguez P. et Gnanamoorthy JB., "Oxidation kinetics, breakaway oxidation and inversion phenomenon in 9Cr-1Mo steels", *Oxidation of metals*, 1986, vol 26, pp 171-200
- Kim B., Jeong C. et Lim B., "Creep behaviour and microstructural damage of martensitic P92 steel weldment", *Materials science and engineering A*, 2008, 483-484, pp 544-546
- Kimura K., "Assessment of long-term creep strength and review of allowable stress of high Cr ferritic creep resistant steels", *Proceedings of PVP2005*, 2005, Denver, Colorado USA

- Kloc L. et Sklenička V., “transition from power-law to viscous creep behaviour of P91 type heat-resistant steel”, *Materials science and engineering A*, 1997, vol 234-236, pp 962-965
- Kloc L. et Sklenička V., “Confirmation of low stress creep regime in 9% chromium steel by stress change creep experiments”, *Materials science and engineering A*, 2004, vol 387-389, pp 633-638
- Klueh RL. et Harries DR., “Development of high (7-12%) chromium martensitic steels” dans “High-chromium ferritic and martensitic steels for nuclear application”, 2001, chapitre 2, American Society for Testing and Materials, West Conshohocken
- Klueh RL. et Nelson AT., “Ferritic/martensitic steels for next-generation reactors”, *Journal of nuclear materials*, 2007, 371, pp 37-52
- Korcakova L., Hald J. et Somers M.A.J., “Quantification of Laves phase particule size in 9CrW steel”, *Materials characterization*, 2001, 47, pp 111-117
- Laha K., Chandravathi K.S., Rao KBS. et Mannan SL., “Hot tensile properties of simulated heat-affected zone microstructures of 9Cr-1Mo weldment”, *International journal of pressure vessels and piping*, 1995, vol 62, pp 303-311
- Laha K., Chandravathi K.S., Parameswaran P., et al., “Characterization of Microstructures across the Heat-Affected Zone of the Modified 9Cr-1Mo Weld Joint to Understand Its Role in Promoting Type IV Cracking” , *Metallurgical et Materials Transactions A*, 2007, vol 38, pp 58-68
- Langdon TG., “Grain boundary sliding as a deformation mechanism during creep”, *Philosophical Magazine*, 1970, vol 22, pp 689-700
- Langdon TG., Vastava RB., “An evaluation of deformation models for grain boundary sliding”, *Mechanical Testing for Deformation Model Development*, ASTM STP 765, 1982, pp 435-451
- Larson FR. et Miller J., “A time-temperature relationship for rupture and creep stresses”, *Transaction of ASME*, 1952, vol 74, pp 765-775
- Latourte F., Chrysochoos A., Pagano S. et al., “Elastoplastic behavior identification for heterogeneous loadings et materials”, *Experimental mechanics*, 2008, vol 48, pp 435-449
- Laverne J., présentation GT MECAMAT, “Physique et mécanique de l’endommagement et de la rupture“, 2011
- Lorentz E., “A mixed interface finite element for cohesive zone models”, 2008, *Computer methods in applied mechanics and engineering*, vol 198, pp 302-317
- Lundin L. et Richarz B., “Atom-probe study of phosphorus segregation to the carbide/matrix interface in an aged 9% chromium steel”, *Applied surface science*, 1995, 87-88, pp 194-195
- Lyons J.S., Liu J. et Sutton M.A.,” High-temperature deformation measurements using digital-image correlation”, *Experimental mechanics*, 1996, pp 64-70

- Maile K., "Evaluation of microstructural parameters in 9-12% Cr steels", *International journal of pressure vessels and piping*, 2007, vol 84, pp 62-68
- Masuyama F., Matsui M. et Komai N., "Creep rupture behaviour of advanced 9-12%Cr steel weldment", *Engineering materials*, 2000, vols 171-174, pp99-108
- Mathiazhagan P., "Corrosion behaviour of P9 and P91 alloys in supercritical fossil fuel based power plant", *Trans. Indian institute of metallurgy*, 2004, vol 57, pp 47-50
- Medda A., Demofonti. Roux S. et al., "Sull'identificazione del comportamento plastico di un'acciaio a partire da misure a campo intero ottenute tramite correlazione digitate immagini", 2007, *Proceedings XXXVI Convenio Nazionale AIAS*
- Meric L., Poubanne P. et Cailletaud G., "Single crystal modeling for structural calculations: Part1-model presentation", *Journal of engineering materials and technology*, 1991, vol 113, pp 162-170
- Meric L., Cailletaud G. et Gaspérini M., "FE calculation of copper bicrystal specimens submitted to tension-compression test", *Acta metallurgy material*, 1994, vol 42, pp 921-935
- Meuwissen MHH., Oomens CWJ., Baaijens FPT. et al., "Determination of the elasto-plastic properties of aluminium using a mixed numerical-experimental method", *Journal of Materials Processing Technology*, 1998, vol 75, pp 204-211
- Mikkelsen L. et Linderorth S., "High temperature oxidation of Fe-Cr alloy in O<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>O atmospheres; microstructures and kinetics", *Materials science and engineering A*, 2003, vol 361, pp 198-212
- Molak RM., Paradowski K., Brynk T. et al., "Measurement of mechanical properties in a 316L stainless steel welded joint" *International journal of pressure vessels*, 2009, vol 86, pp 43-47
- Monkman FC. et Grant NJ., "An empirical relationship between rupture life and minimum creep rate in creep-rupture tests", *Proceedings of ASTM*, 1956, vol 56, pp 593-620
- Morito S., Tanaka H., Konishi R. et al., "The morphology of lath martensite in Fe-C alloys", *Acta materialia*, 2003, vol 51, pp 1789-1799
- Morito S., Huang X., Furuhashi T. et al., "The morphology and crystallography of lath martensite in alloy steels", *Acta materialia*, 2006, vol 54, pp 5323-5331
- Mott WF. et Naborro FRN., "Report on a conference on strength of solids", *Physical society*, London, 1948, vol 75
- Murry G., "Soudage et soudabilité métallurgique des métaux", *Techniques de l'ingénieur*, 1999, M329
- Muzeau J.P., "Constructions métalliques : assemblage par soudage", *Techniques de l'ingénieur*, 2012, M2522

- Needleman A., “A continuum model for void nucleation by inclusion debonding”, *Journal of applied mechanics*, 1987, vol 54, pp 525-531
- Oliviera de Bueno L., “Effect of oxidation on creep data : Part1-comparison between some constant load creep results in air and vacuum on 2¼Cr-Mo steel from 600 to 700°C”, *Materials at high temperature*, 2008, vol 25, pp 213-221
- Oñoro J., “Weld metal microstructure analysis of 9-12%Cr steel”, *International journal of pressure vessels and piping*, 2006, vol 83, pp 540-545
- Orowan E., “The creep of metals”, *Journal west Scotland I. and S. institute*, 1946, vol 54, pp 45-96
- Pagnacco E., Lemosse D., Hild F. et al., “Inverse strategies from displacement field measurement and distributed forces using FEA“, *SEM annual conference and exposition on experimental and applied mechanics*, 2005, Portland, 7-9 june 2005
- Pagnacco E., Moreau A. et Lemosse D., “Inverse strategies for the identification of elastic and viscoelastic material parameters using full-field measurement“, *Material science engineering A*, 2007, vol 452-453, pp737-745
- Pan B., Qian K., Xie H. et Asundi A., “Two-dimensional digital image correlation for in-plane displacement and strain measurement: a review”, *Measurement science and technology*, 2009, vol 20, pp 1-15
- Pierron F., Avril S. et Tran TV., “Extension of the virtual fields method to elasto-plastic material identification with cyclic loads and kinematic hardening”, *International Journal of Solids and Structures*, 2010, vol, 47, pp 2993–3010
- Poirier JP., « On the symmetrical role of cross-slip of screw dislocations and climb of edge dislocations as recovery processes controlling high temperature creep, *Rev. Phys. Appl.*, 1976, vol 11, pp 731-738
- Raju S., Jeya Ganesh B., Banerjee A. et Mohanda E., “Characterisation of thermal stability and phase transformation energetics in tempered 9Cr-1Mo steel using drop and differential scanning calorimetry”, *Materials Science and Engineering A*, 2007, vol 465, pp 29–37
- Richardot D., Vaillant J.C., Arbab A. et al., “*The T92-P92 book*“, Edition Vallourec et Mannesmann tubes, 2000
- Richefeu V., Chrysoccos A., Huon V. et al., “Toward local identification of cohesive models using digital image correlation“, *European journal of mechanics A/solids*, 2012, vol 34, pp 38-51
- Rodak K., Hernas A. et Kielbus A., “Substructure stability of highly alloyed martensitic steels for power plant“, *Materials chemistry et physics*, 2003, 81, pp 483-485
- Rupin N., “*déformation à chaud métaux biphasés : modélisation théorique et confrontation expérimentale*“, thèse de doctorat : Ecole Polytechnique Palaiseau, 2007, 245p



- Ryckelynck D., "Hyper-reduction of mechanical models involving internal variables", *International journal for numerical methods in engineering*, 2009, vol 77, pp 75-89
- Saint-Antonin F., "Essais de fluage", *Techniques de l'ingénieur*, 1995, M140
- Sawada K., Tabuchi M., Hongo H. et al., "Z-Phase formation in welded joints of high chromium ferritic steels after long-term creep", *Materials characterization*, 2008, 59, pp 1161-1167
- Seeger A., *Phil, Mag.*, 1954, vol 45, p 771
- Shen B. et Paulino GH., "Direct extraction of cohesive fracture properties from digital image correlation: a hybrid inverse technique", *Experimental Mechanics*, 2011, vol 51, pp 143-163
- Shibata A., Nagoshi T., Sone M. et al., "Evaluation of the block boundary and sub-block boundary strengths of ferrous lath martensite using a micro-bending test", *Material science and engineering A*, 2010, vol 527, pp 7538-7544
- Shibli A. et Starr F., "Some aspects of plant et research experience in the use of new high strength martensitic steel P91", *International journal of pressure vessels et piping*, 2007, 84, pp 114-122
- Sierra G., Wattrisse B. et Bordeuil C., "Structural analysis of steel to aluminium welded overlap joint by digital image correlation", *Experimental mechanics*, 2008, vol 48, pp 213-223
- Sklenička V., Kuchařová K., Svoboda M. et al., "Long term creep behaviour of 9-12%Cr power plant steels", *Materials characterization*, 2003, 51, pp 35-48
- Sonderegger B., Mitsche S. et Cerjak H., "Martensite lath in creep resistant martensitic 9-12% Cr steels – Calculation and measurement of misorientations", *Materials characterization*, 2007, vol 58, pp 874-882
- Soula A., *Etude de la déformation intergranulaire au cours du fluage à haute température d'un superalliage à base nickel polycristallin*, thèse de doctorat : Institut Polytechnique de Grenoble, 2008, 199p,
- Sugiura R., Yokobori A.T., Tabuchi M. et al., "Comparison of creep crack growth rate in heat affected zone of welded joint for 9%Cr ferritic heat resistant steel based on  $C^*$ ,  $d\delta/dt$ ,  $K$  et  $Q^*$  parameters", *Engineering fracture mechanics*, 2007, 74, pp 868-881
- Sukumar N., Srolovitz DJ., Baker TJ. et Prévost JH., "Brittle fracture in polycrystalline microstructures with the extended finite element method", *International journal of numerical method engineering*, 2003, vol 56, pp 2015-2037
- Sutton M., Wolters W., Peters W et al., "Determination of displacements using an improved digital correlation method", *Image and Vision Computing*, 1983, vol 1, pp133–139
- Sutton MA., Yan JH., Avril S. et al., "Identification of heterogeneous constitutive parameters in a welded specimen: uniform stress et virtual fields method for material property estimation", *Experimental mechanics*, 2008, vol 48, pp 451-464

- Tabuchi M., Watanabe T., Kubo K. et al., "Creep crack growth behaviour in the HAZ of weldments of W containing high Cr steel", *International journal of pressure vessels et piping*, 2001, 78, pp 779-784
- Tabuchi M. et Takahashi Y., "Evaluation of creep strength reduction factors for welded joints of modified 9Cr-1Mo steel (P91)", *ASME Pressure vessels et piping division conference*, 23-27 juillet 2006, Vancouver, BC, Canada,
- Talon C. et Curnier A., "A model of adhesion coupled to contact and friction", *European journal of mechanics A/Solids*, 2003, vol 22, pp 545-565
- Tattoli F., Pierron F., Rotinat R. et al., "Full-field strain measurement on titanium weld et local elasto-plastic identification with the virtual fields method", *International conference on advances in material et processing technologies (AMPT 2010)*, 2010
- Tökei Z., Viehhaus H. et Grabke HJ., "Initial stage of oxidation of a 9CrMoV-steel: role of segregation and martensite laths", *Applied surface science*, 2000, vol 165, pp 23-33
- Triconnet K., Derrien K., Hild F. et Baptiste D., "Parameter choice for optimized digital image correlation", *Optics and lasers in engineering*, 2009, vol 47, pp 728-737
- Trégot G., *Comportement en fluage à haute température dans le domaine biphasé (alpha + beta) du M5*, thèse de doctorat : Mines ParisTech, 2011
- Trindade V., Christ HJ. et Krupp U., "Grain-size effects on the high-temperature oxidation behaviour of chromium steels", *Oxidation of metals*, 2010, vol 73, pp 551-563
- Tvergaard V., "Fibre debonding and breakable in a whisker-reinforced metal", *Materials science and engineering A*, 1995, vol 190, pp 215-222
- Vaillant J.C., Vettenberghe B., Hahn B. et al., "T/P23, 24, 911 et 92: New grade for advanced coal-fired power plants ---- Properties et experience", *International journal of Pressure vessels et piping*, 2008, 85, pp 38-46
- Vilar RM., Cizeron G. et Pelletier M., « Transformations structurales d'un acier au Cr(9%)-Mo(2%) (type Z10CDNbV 09-02) utilisable dans les générateurs de vapeur des réacteurs à neutrons rapides », *Journal of nuclear materials*, 1981, vol 102, pp 319-332
- Viswanathan R., Henri J.F., Tanzosh J. et al., "US Program on materials technology for Ultra-Supercritical coal power plants", *Journal of materials engineering et performance*, 2005, vol, 14, pp 281-292
- Vivier F., *Fluage à 500°C d'un joint soudé d'un acier 9Cr-1Mo modifié ; Evolution de la microstructure et comportement mécanique*, thèse de doctorat : ENSMP Centre des Matériaux, 2009, 287p
- Výrostková A., Homolová V., Pecha J. et al., "Phase evolution in P92 et E911 weld metal during ageing", *Materials science et engineering A*, 2008, 480, pp 289-298
- Watanabe T., Tabuchi M., Yamazaki M. et al., "Creep damage evaluation of 9Cr-1Mo-V-Nb steel welded joints showing type IV rupture", *International journal of pressure vessels et piping*, 2006, vol 83, pp 63-71

Wattrisse B., Chrysochoos A., Murracchiole JM. et Némoz-Gaillard M., “Kinematic manifestations of localisation phenomena in steels by digital image correlation”, *European journal of mechanics A/Solids*, 2001, vol 20, pp 189-211

Yoshizawa M. et al., “Effect of precipitates on long-term creep deformation properties of P92 and P122 type advanced ferritic steels for USC power plants”, *Master science and engineering A*, 2009, vol 510-511, pp 162-168

Z-set manual 2007, ONERA: Zebulon.onera.fr, Transvalor/Mines ParisTech and Northwest Numerics, Inc.

Rapport interne LMS, 2002, « Etude bibliographique des techniques d’analyse de l’état de déformations pour les matériaux hétérogènes »

AREVA NP, NTW-F R 06.3741, « Thèse sur l’acier 9Cr-1Mo modifié ENSMP – Fabrication d’un joint soudé fil/flux », 2006

STUERS, « Métallographie des soudures », Application Notes,  
<http://www.struers.fr/resources/elements/12/97492/Application%20Notes%20Welding%20Fr%20ench.pdf>

Dossier presse EDF, « L’énergie thermique à flamme : un atout essentiel dans le parc de production d’EDF pour répondre en temps réel aux pointes de consommation d’électricité », mars 2010

CSMOFMI (Comité sectoriel de la main-d’œuvre dans la fabrication métallique industrielle), Québec, « Les défauts de soudure », dans Soudage et assemblage-soudage, Chapitre 6,  
[http://www.csmofmi.com/IMG/pdf/1032\\_01\\_06\\_chap6.pdf](http://www.csmofmi.com/IMG/pdf/1032_01_06_chap6.pdf)

[www.edf.fr](http://www.edf.fr)

[www.otua.org](http://www.otua.org)

[www.smgr.com](http://www.smgr.com)

[www.si.ens-cachan.fr](http://www.si.ens-cachan.fr)

<http://www.isgroupe.com/soudage-tig.html>

<http://www.isgroupe.com/soudage-mig-mag.html>

<http://www.ast67.org/PDF/soudage.pdf>

[www.aspme.org/upload/pdf/soudage.pdf](http://www.aspme.org/upload/pdf/soudage.pdf)

[www.legrenelle-environnement.fr](http://www.legrenelle-environnement.fr)



**Etude du comportement mécanique à chaud de l'acier P91  
Vers la compréhension des mécanismes intra/intergranulaires sur la tenue en  
fluage:  
Application aux structures soudées**

**RESUME :** Il s'agit dans ce travail de développer une démarche multiéchelles, afin d'identifier puis de modéliser le comportement mécanique d'un matériau à gradient de propriétés (un cordon de soudure) en relation avec les hétérogénéités microstructurales responsables de la déformation et de l'endommagement par fluage des aciers P91, matériaux retenus pour des applications de tenue mécanique à chaud des centrales thermiques à flamme. Cette étude porte sur l'utilisation des techniques de mesure de champs cinématiques par corrélation d'images couplées aux simulations numériques par éléments finis. Les différentes zones d'intérêt sont : le métal de base, l'ICHAZ (intercritical heat affected zone), la FGHAZ (fine grain heat affected zone), la CGHAZ (coarse grain heat affected zone) et le métal fondu. L'identification a porté dans un premier temps sur le comportement en traction et traction-relaxation à l'ambiante et à 625°C. Cette phase a permis d'établir une loi de comportement pour chacune des zones du joint soudé et de prédire la zone de localisation de déformation pour une gamme assez large de vitesse de sollicitation.

Une attention particulière a ensuite été portée aux essais de fluage, pour lequel le glissement intergranulaire joue un rôle essentiel dans le comportement du cordon de soudure et notamment dans l'ICHAZ. Afin de mettre en évidence le glissement intergranulaire, une technique de microlithographie a été adoptée. L'effet de ce mécanisme sur le comportement macroscopique et à l'échelle locale a été étudié au moyen de simulations numériques par éléments finis avec introduction de zones cohésives. Pour cela une loi cohésive a été élaborée et validée sur une configuration simplifiée à quatre grains. Ce modèle permet également de rendre compte de la transition fluage dislocation – fluage diffusion en retardant le déclenchement du glissement aux joints de grains quand la vitesse de sollicitation augmente. Cette étude est financée par la Chaire EDF-GDF-SUEZ-GRT gaz - ENSMP –ENPC sur la «durabilité des matériaux et des structures pour l'énergie ».

**Mots clés :** Mesure de champs, corrélation d'images, identification, acier P91, fluage, structures soudées

**Study of high temperature mechanical behaviour of P91 steel  
Toward the understanding of intra/intergranular strain mechanism on the creep  
strength:  
Application to welded structures**

**ABSTRACT :** The goal of this study is to develop a micromechanical approach, to identify and model the elementary mechanisms in connection with the microstructural heterogeneities accountable for the deformation and for the creep damage of P91 steels, material used for applications at high temperature in thermal power plants. This study deals with the use of kinematic full-fields measurements by digital image correlation coupled with finite element numerical simulations for the identification of constitutive equation parameters of materials presenting a strongly heterogeneous microstructure, leading to gradients of mechanical properties. The welded joint in P91 presents various microstructures along the joint: base metal, ICHAZ (intercritical heat affected zone), FGHAZ (fine grain heat affected zone), CGHAZ (coarse grain heat affected zone) and weld metal, which will be characterized by uniaxial tensile tests and tensile-relaxation tests performed at room temperature and at 625°C. These experimental tests enable to establish a constitutive law for each part of the welded joint and for a wide range of strain rate.

A particular attention has then been focused on the behaviour at high temperature (creep) for which the intergranular glide plays an essential role, in particular within the ICHAZ. To characterize the grain boundary gliding mechanisms, a technique of microlithography is used. This mechanism is modelled with cohesive zones. A cohesive constitutive equation has been proposed and validated with a simplified four grain configuration. This model is able to take into account the dislocation creep – diffusion creep transition by delaying the beginning of the grain boundaries sliding when the strain rate increases.

This study is granted by the EDF-GDF-SUEZ-GRT gas – Mines ParisTech – Ecole des Ponts ParisTech chair on the "durability of materials and structures for the energy ".

**Keywords :** field measurement, digital image correlation, identification, P91 steel, creep, welded structure