

**ECOLE NATIONALE SUPERIEURE  
DES MINES DE PARIS**

**THESE**

présentée par

**Pierre JOLY**

pour obtenir le titre de

**DOCTEUR**

de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris  
Sciences et Génie des Matériaux

**ETUDE DE LA RUPTURE D'ACIERS INOXYDABLES  
AUSTENO-FERRITIQUES MOULES, FRAGILISES PAR  
VIEILLISSEMENT A 400°C**

**TEXTE**

**Soutenance le 21 mai 1992**

**Jury**

<b>MM.</b>	<b>D. FRANCOIS</b>	<b>Président</b>
	<b>A. ZAOUI</b>	<b>Rapporteur</b>
	<b>J.B. LEBLOND</b>	<b>Rapporteur</b>
	<b>Th. BRETHEAU</b>	<b>Examineur</b>
	<b>S.H. MASSON</b>	<b>Examineur</b>
	<b>Y. MEYZAUD</b>	<b>Examineur</b>
	<b>R. PELLOUX</b>	<b>Examineur</b>

**Directeur de thèse : A. PINEAU**



## AVANT PROPOS

Ce travail a été réalisé pendant quatre années, successivement dans le cadre d'une convention CIFRE au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris, du Service National dans la Coopération au département de Materials Science and Engineering du MIT, et enfin dans le cadre d'un détachement de FRAMATOME à nouveau au Centre des Matériaux. Au départ, le risque que faisait courir ce fractionnement dans le temps et la géographie, sur la cohésion de l'étude était grand. Cependant il n'en a rien été, et la continuité du travail a été assurée grâce à plusieurs personnes :

Tout d'abord, qu'il me soit permis de remercier chaleureusement Monsieur Pineau, Professeur à l'Ecole des Mines, qui m'a initié aux Sciences des Matériaux, et qui a dirigé cette thèse avec une disponibilité, une attention et une imagination scientifique de tous les instants. Je lui exprime ici mon respect et mon amitié.

Monsieur Meyzaud de FRAMATOME, a su créer et maintenir la motivation pour ce travail. Les fréquentes discussions scientifiques que nous avons eues étaient toujours fructueuses. De plus, l'organisation du VSNA à MIT a été rendue possible grâce à la confiance qu'il plaçait en notre travail. Qu'il en soit ici vivement remercié.

Enfin, Monsieur Pelloux, professeur à MIT, a accepté de m'accueillir pendant seize mois dans son laboratoire, et de faire partie du jury de cette thèse. Qu'il trouve ici l'expression de ma reconnaissance pour l'intérêt qu'il a manifesté envers ce travail.

Monsieur François, professeur à l'Ecole Centrale, m'a fait l'honneur de présider le jury de ma thèse, et Messieurs Zaoui, professeur à l'Ecole Polytechnique, et Leblond, Professeur à l'université Paris VI, celui d'en être les rapporteurs. Qu'ils trouvent ici l'expression de ma gratitude. Je tiens également à remercier Monsieur Bretheau, du LMS de l'Ecole Polytechnique, et Monsieur Masson d'EDF qui ont accepté d'examiner cette thèse.

Ce travail a été financé par FRAMATOME ainsi que le Service Central de Sûreté des Installations Nucléaires. J'espère qu'ils trouveront dans ce travail de recherche, des éléments de réponse au problème qui leur est posé.

Je suis également reconnaissant envers tous ceux qui, d'une manière ou d'une autre ont apporté leur contribution à ce travail: Les techniciens du groupe Métallurgie Mécanique, notamment François Borit avec qui j'ai plus particulièrement "manipé"; les compagnons de l'atelier qui ont usiné plusieurs dizaines de kilos d'éprouvettes. Pouvoir résoudre les problèmes de découpe, d'usinage et de délais de vive voix est un réel atout pour un laboratoire; Odile Adam, documentaliste dont j'ai apprécié la qualité et la rapidité du travail; Enfin, Liliane Millereaux, qui a effectué un travail de reproduction des planches photos remarquable.

J'exprime également ma sympathie à tous mes collègues "thésards", français et américains avec lesquels j'ai passé d'excellents moments à discuter de sujets scientifiques ou non, j'ai nommé J.C. Ehrström, E. Molinié, P. Achon, T. Iung, ainsi que T. Fitzgerald, P. Lidar, J. Liang et M. Buonano.

Enfin, je remercie mes parents et Isabelle, qui m'ont donné un environnement idéal pour me consacrer à cette recherche, et qui m'ont supporté (dans tous les sens du terme) pendant les moments difficiles.

SOMMAIRE

pages

TOME I  
Texte.

Sommaire.	1
Introduction générale.	9
Chapitre 1: <u>Le vieillissement des aciers austéno-ferritiques.</u>	13
1-1. <u>Introduction</u>	13
1-1.1. Les aciers inoxydables.	
1-1.1.2. Les aciers austéno-ferritiques.	
1-1.3. Plan du chapitre 1.	
1-2. <u>La fragilisation à 475°C des aciers ferritiques à haute teneur en Chrome.</u>	15
1-2.1. Origines physiques du phénomène.	
1-2.2. Effets du vieillissement sur les propriétés mécaniques.	
1-2.3. Les théories du durcissement des aciers ferritiques vieillis.	
1-2.4. Conclusions.	
1-3. <u>La fragilisation des aciers austéno-ferritiques.</u>	30
1-3.1. Introduction.	
1-3.2. Observations microstructurales.	
1-3.3. Effets du vieillissement sur les propriétés mécaniques.	
1-3.4. Mécanismes de rupture.	
1-4. <u>Conclusions.</u>	39

	pages
Chapitre 2: <u>Les deux matériaux de l'étude.</u>	41
2-1. <u>Introduction.</u>	41
2-2. <u>Composition, élaboration et traitements thermiques.</u>	41
2-2.1. Composition.	
2-2.2. Traitements thermiques.	
2-3. <u>Observations microstructurales.</u>	42
2-3.1. Macrostructure.	
2-3.2. Microstructure de la ferrite et de l'austénite.	
2-3.3. Proportion, taille et espacement de la ferrite.	
2-3.4. Cristallographie: Textures des phases $\delta$ et $\gamma$ et relations d'orientation.	
2-4. <u>Ségrégations et composition des phases.</u>	52
2-4.1. Méthode.	
2-4.2. Résultats.	
2-5. <u>Dureté de la ferrite et de l'austénite.</u>	53
2-6. <u>Identifications de quelques précipités.</u>	54
2-7. <u>Discussion.</u>	54
2-7.1. Solidification des aciers inoxydables austéno-ferritiques. Rappels bibliographiques.	
2-7.2. Proportion de ferrite.	
2-7.3. Macrostructure.	
2-7.4. Texture.	
2-8. <u>Propriétés mécaniques conventionnelles.</u>	65
2-8.1. Orientation et prélèvement des éprouvettes.	
2-8.2. Résilience.	
2-8.3. Propriétés de traction à 20°C et à 320°C.	
2-8.4. Propriétés de ténacité à 20°C et à 320°C.	
2-8.5. Discussion.	
2-9. <u>Conclusions.</u>	71

Chapitre 3: <u>Etude des mécanismes de déformation et de rupture: Méthodes expérimentales et observations qualitatives.</u>	73
3-1. <u>Introduction.</u>	73
3-2. <u>Méthodes expérimentales.</u>	73
3-2.1. Essais à rupture.	
3-2.2. Essais interrompus.	
3-2.3. Etude de la densité des fissures de clivage.	
3-2.4. Méthodes de mesure de la taille des fissures de clivage.	
3-2.5. Méthodes d'orientation de l'austénite.	
3-3. <u>Mécanismes de déformation et de rupture: Observations et identification.</u>	82
3-3.1. Alliage Y4331 à 20°C; modes de déformation.	
3-3.2. Mécanismes d'endommagement de l'alliage Y4331 à 20°C.	
3-3.3. Alliage Y4331 à 320°C: Déformation et endommagement	
3-3.4. Alliage Y3296 à 320°C: Déformation et endommagement	
3-5. <u>Conclusions.</u>	97

	pages
Chapitre 4: <u>Etude quantitative mécanique et microstructurale de l'endommagement et de la rupture de l'alliage Y4331 à 20°C.</u>	100
4-1. <u>Introduction.</u>	100
4-2. <u>Résultat des essais à rupture sur éprouvettes entaillées.</u>	101
4-2.1. Introduction.	
4-2.2. Alliage Y4331. Traction suivant différents axes du tube.	
4-2.3. Alliage Y4331 à 20°C. Traction suivant le sens long. Effet de la taille des éprouvettes.	
4-2.4. Alliage Y3296 à 320°C.	
4-2.5. Premières interprétations des mécanismes.	
4-2.6. Récapitulation.	
4-3. <u>Effet de la déformation et de la contrainte sur la germination des fissures de clivage dans l'alliage Y4331 à 20°C.</u>	106
4-3.1. Essais interrompus sur les éprouvettes entaillées.	
4-3.2. Expérience complémentaire: Essais de compression.	
4-4. <u>Mise en évidence de la dispersion des fissures de clivage. Cinétique de germination pour l'alliage Y4331 à 20°C.</u>	109
4-4.1. Relation densité de fissures/Déformation. Mesures sur masque.	
4-4.2. Cellules de Voronoi.	
4-4.3. Mesures quantitatives du taux de germination surfacique moyen dans les amas de fissures.	
4-5. <u>Etude des effets de ségrégation chimique et de la dureté de ferrite sur la formation d'amas de fissures.</u>	113
4-5.1. Recherche de ségrégations chimiques dans la ferrite.	
4-5.2. Effet de la dureté de la ferrite.	

4-6.	<u>Effet de l'orientation cristalline de l'austénite sur la germination de fissures de clivage dans la ferrite.</u>	117
4-6.1.	Corrélation entre l'orientation de l'austénite et les amas de fissures de clivage dans la ferrite dans l'alliage Y4331 à 20°C.	
4-6.2.	Effet de l'orientation cristalline de l'austénite sur ses modes de glissement dans l'alliage Y4331 à 20°C.	
4-6.3.	Discussion.	
4-7.	<u>Effet de l'orientation cristalline de la ferrite sur la ductilité de l'alliage Y4331 à 20°C.</u>	123
4-7.1.	Expérience.	
4-7.2.	Commentaires.	
4-8.	<u>Mesures quantitatives de la taille des fissures de clivage.</u>	125
4-8.1.	Expérience.	
4-8.2.	Résultats.	
4-9.	<u>Conclusions.</u>	127

	pages
Chapitre 5: <u>Mécanismes de rupture: Simulation numérique appliquée à la rupture d'éprouvettes entaillées.</u>	130
5-1. <u>Introduction.</u>	130
5-2. <u>Revue bibliographique des modèles de croissance et de coalescence de cavités dans des matériaux plastiques.</u>	130
5-2.1. Les modèles de croissance de cavités.	
5-2.2. Les modèles de coalescence de cavités ou de rupture.	
5-2.3. Les effets statistiques: effets de taille et effets de gradients.	
5-2.4. Conclusions de l'étude bibliographique.	
5-3. <u>Présentation du modèle: Comportement et rupture d'un élément de volume.</u>	153
5-3.1. Passage de la densité surfacique de fissures à la "porosité équivalente".	
5-3.2. Modèle simplifié, découplé du comportement, de la germination et de la croissance des cavités.	
5-3.3. Modèle simplifié de comportement couplé à l'endommagement.	
5-4. <u>Application à la simulation de la rupture d'éprouvettes entaillées.</u>	162
5-4.1. Modèle N°1: Ductilité d'un élément de volume au centre des éprouvettes entaillées.	
5-4.2. Modèle N°2: Prise en compte de l'hétérogénéité de la germination à l'échelle des fissures individuelles.	
5-4.3. Modèles N°3, 4 et 5: Prise en compte de l'hétérogénéité de la germination à l'échelle des amas de fissures.	
5-5. <u>Résultats des simulations et discussion.</u>	169
5-5.1. Résultats du modèle N°1: Ductilité d'un élément de volume pris au centre des éprouvettes entaillées.	

- 5-5.2. Résultats du modèle N°2: hétérogénéité de la germination à l'échelle des fissures individuelles. Densité de probabilité de taux de germination uniforme dans toute la structure.
  - 5-5.3. Résultats du Modèle N°3: hétérogénéité de la germination à l'échelle des amas de fissures. Amas sphériques. Taux de germination uniforme.
  - 5-5.4. Résultats du Modèle N°4: hétérogénéité de la germination à l'échelle des amas de fissures. Amas sphériques. Taux de germination aléatoire.
  - 5-5.5. Résultats du Modèle N°5: hétérogénéité de la germination à l'échelle des amas de fissures. Amas colonnaires. Taux de germination aléatoire.
- 5-6. Conclusions. 173

	pages
Conclusions générales.	176
Références.	181

**TOME II**  
**Tableaux, Figures et Annexes.**

Tableaux.

Figures.

- Annexe 1: Calcul par la méthode des éléments finis des éprouvettes entaillées.
- Annexe 2: Etude cristallographique de l'incompatibilité de déformation entre l'austénite et la ferrite.
- Annexe 3: Cellules de Voronoi et méthode de détermination d'amas de points.
- Annexe 4: Méthodes de détermination de l'orientation des grains d'austénite d'après trois traces de plans dans une coupe.
- Annexe 5: Calculs stéréologiques: Détermination de la fonction de distribution de la taille d'intercept dans une section plane, pour une population de fissures rectangulaires parallèles.
- Annexe 6: Liste des attaques métallographiques.

## INTRODUCTION GENERALE.

Les trois quarts de la production d'électricité en France proviennent, de nos jours, de centrales nucléaires. Pour des raisons de sûreté et par souci de simplifier les opérations d'exploitation et de maintenance, toutes les centrales ont été bâties sur le même principe des réacteurs à eau pressurisée. Dans cette filière, le réacteur est refroidi et modéré par un courant d'eau, emportant la chaleur du réacteur vers les générateurs de vapeur. Cette eau, qui traverse le cœur circule à 320°C sous une pression de 155 bar ( $155 \cdot 10^5$  Pa), dans un circuit appelé circuit primaire. Ce circuit comporte la cuve du réacteur, les générateurs de vapeur, les pompes primaires, un pressuriseur, et les tuyauteries reliant entre eux ces éléments.

Les autorités de sûreté demandent à l'exploitant de s'assurer en permanence de l'absence de tout risque de rupture brutale des composants du circuit primaire, notamment par l'arrêté du 26 février 1974 "portant application de la réglementation des appareils à pression aux chaudières nucléaires".

Les matériaux dont sont faits les composants sous pression doivent donc posséder de bonnes propriétés mécaniques, et de nombreux contrôles non destructifs permettent d'écarter les pièces comportant des défauts de fabrication non tolérables.

Cependant, même à des températures de fonctionnement basses qui ne semblent pas pouvoir affecter la stabilité micro-structurale des alliages utilisés, les très longs temps d'exposition que requiert la durée de vie des centrales (40 ans), peuvent entraîner une dégradation de leurs propriétés mécaniques, selon des mécanismes qu'on ne soupçonnait pas lors d'essais de laboratoire de plus courte durée.

Ainsi, la fragilisation par vieillissement des aciers inoxydables austéno-ferritiques à ces températures n'est connue que depuis dix ans. Cette nuance d'acier inoxydable est utilisée dans le circuit primaire, pour réaliser des tuyauteries droites, des coudes, des piquages inclinés, et les volutes des pompes. Les plus affectés de ces composants sont les coudes de la branche chaude des boucles primaires, car, étant du côté chaud de l'échangeur, ils

vieillissent plus vite. De plus, comme ils sont réalisés en moulage statique, par opposition aux parties droites moulées par centrifugation, ils sont susceptibles de comporter les défauts les plus importants.

Le suivi de la dégradation de la ténacité et de la résilience de ces alliages fait l'objet d'importants programmes de recherche, en France, aux Etats Unis, et en Grande Bretagne [I-2].

En France, le programme, mené conjointement par l'exploitant (EDF) et le constructeur (Framatome), comporte plusieurs volets :

- La recherche sur les coudes réels, par contrôle non destructif des défauts de fonderie, et notamment de la forme du "défaut de référence", enveloppe de tous les défauts observés.

- L'étude en laboratoire de la fragilisation de lingotins représentatifs des pièces en service. Cette étude est basée sur une équivalence temps/température, qui permet d'effectuer le vieillissement à 400°C, plus rapidement qu'il ne se fait en service. On peut ainsi prévoir la ténacité des coudes les plus sensibles en fin de vie. Les essais de ténacité sont menés dans ce cas sur des éprouvettes de laboratoire.

- L'analyse mécanique de la résistance des coudes en situation accidentelle. Le chargement prend en compte les contraintes générées par un transitoire thermique et par les accidents les plus sévères, rupture de tuyauterie vapeur sur le circuit secondaire, entraînant un jet de vapeur, par exemple. Par réaction, le couple ainsi créé tend à fermer le coude. Une situation de séisme est également étudiée. On considère alors le défaut enveloppe dans la zone la plus sollicitée, et dans le coude ayant le matériau le plus vieilli. L'analyse de la rupture est faite selon la règle R6, dite du double critère.

Compte tenu de la taille des défauts et de la faible limite d'élasticité de ces aciers, le mode de ruine est intermédiaire entre la rupture et l'effondrement plastique [I-2].

Deux essais d'éclatement ont été menés sur des tuyauteries vieilles pour évaluer la précision de la règle R6. Ces essais ont montré que la rupture

avait lieu pour une ténacité bien supérieure à celle déterminée sur les éprouvettes du type CT testées en laboratoire [I-1].

Il existe deux voies pour expliquer ces résultats :

- La première consiste à prendre en compte, dans le chargement de la fissure, d'éventuelles contraintes internes de compression, générées par le traitement de trempe à l'eau que les deux tubes ont subi.

- La seconde consiste à prendre en compte un éventuel effet de géométrie sur la résistance à la déchirure. A cette fin, il est nécessaire de développer des critères locaux de rupture pour ce type de matériau. Cela consiste à étudier les mécanismes de rupture, et à en déduire un critère de rupture d'un "élément de volume", fonction de certains paramètres de la microstructure, et de paramètres mécaniques tels que la déformation plastique ou le niveau de tension hydrostatique.

On peut ainsi déterminer, à l'aide d'un calcul de structure, le chargement qui mène à la rupture à la pointe d'une fissure. Il a notamment été montré que, en régime de rupture ductile et en plasticité généralisée, des configurations où la pointe de la fissure est en traction offrent des ténacités supérieures à celles où la fissure est en flexion [I-3].

Ceci ne peut pas être déduit d'une approche "globale", selon laquelle il existe une valeur unique de ténacité  $J_{1C}$ . Ce raisonnement permettrait donc d'expliquer la plus grande résistance du tube pressurisé par rapport à une éprouvette CT.

Les aciers austéno-ferritiques que nous avons étudiés périssent par croissance plastique de cavités formées sur des fissures de clivage, apparaissant dans la ferrite. Ces mécanismes sont proches de ceux que l'on observe sur des matériaux ductiles contenant des cavités formées sur des inclusions ou des particules dures. Les bases théoriques de la germination et de la croissance des cavités sont déjà été établies. Mudry [I-4] a notamment corrélé la ductilité d'aciers faiblement alliés testés à 100°C avec la croissance de cavités formées sur des inclusions de sulfure de manganèse.

Le cas des aciers austéno-ferritiques est cependant différent, car les sites de germination des cavités sont inconnus "a priori". De plus, l'apparition de cavités nouvelles a lieu tout au long de la déformation. Nous verrons que ces

deux caractéristiques des alliages de la présente étude, conduisent à un comportement à rupture sensiblement différent de celui des aciers faiblement alliés.

C'est donc dans ce cadre, technique et scientifique, que nous allons tenter de développer un critère local de rupture en étudiant deux alliages austéno-ferritiques vieillis. Les matériaux que nous utiliserons proviennent directement des deux tubes ayant servi aux essais d'éclatement à 20°C. Un tube Y3296, a été également testé à 320°C pour se rapprocher des conditions réelles de service des tuyauteries primaires. Les essais que nous ferons seront conduits essentiellement à ces deux températures .

Dans le chapitre 1 sera présenté un rappel bibliographique de l'état des connaissances sur les phénomènes de vieillissement des aciers austéno-ferritiques. Dans le chapitre 2, nous présenterons les deux matériaux étudiés, leur microstructure et leurs propriétés mécaniques. Nous aborderons dans le chapitre 3 les méthodes expérimentales utilisées pour étudier l'endommagement et la rupture. Les principaux phénomènes de ruine seront alors présentés. Le chapitre 4 est consacré à une étude quantitative des paramètres mécaniques et microstructuraux contrôlant la germination des cavités. Enfin, dans le chapitre 5, nous présenterons un modèle de rupture, utilisant les données de calculs de structure par éléments finis en plasticité, ainsi que les mesures d'endommagement présentées dans le chapitre précédent. Ce modèle permet d'expliquer les résultats expérimentaux de ductilité d'éprouvettes entaillées, et notamment leur forte dispersion, et de fournir les bases nécessaires au développement de l'approche locale de la rupture des aciers austéno-ferritiques fragilisés par vieillissement.

## CHAPITRE 1

### LE VIEILLISSEMENT DES ACIERS AUSTENO-FERRITIQUES.

#### 1-1. Introduction.

##### 1-1.1. Les aciers inoxydables.

Le principe des aciers inoxydables est connu depuis le début du XX<sup>ème</sup> siècle. Selon Castro [1-1] c'est entre 1904 et 1909, que l'Allemand Goldschmidt et les Français Guillet et Portevin publièrent leurs premiers résultats portant sur des nuances d'aciers au chrome, martensitiques, ferritiques ou austénitiques. La résistance à la corrosion de ces aciers est obtenue grâce à la formation d'une couche d'oxyde protecteur à la surface de l'alliage, dite couche de passivation. La formation de cette couche nécessite que la teneur en chrome de l'alliage soit au moins de 12%. Le mécanisme de la passivation fut découvert par l'allemand Monnartz dans les années 1930 [1-1].

Dans les premières décennies, l'effet des éléments d'addition tels que le nickel ou le molybdène sur la structure a été découvert.

Cependant il était plus aisé d'ajouter ces éléments que de retirer les quelques dixièmes de % de carbone résiduel. Le carbone, très avide de certains des éléments d'alliage, tels que le chrome, le titane ou le niobium, forme des carbures, précipitant préférentiellement aux joints de grains. Cette précipitation a pour conséquence, d'une part, d'appauvrir la matrice en ces éléments, et donc de la rendre plus sensible à la corrosion et, d'autre part, de durcir le matériau, ce qui le rend plus difficile à travailler. Les années 1960 virent la domination de nuances austénitiques telles que le 304 [Z08CN18-10) avec un carbone assez élevé (0,08%), dont la résistance à la corrosion pouvait être augmentée par addition de molybdène, en donnant la nuance 316 (Z08CND17-13). Ensuite, il a fallu attendre les procédés d'élaboration modernes AOD (Argon Oxygen Decarburizing) dans les

années 1970, pour voir apparaître des alliages à bas carbone, (moins de 0,03%) dont la résistance à la corrosion était encore améliorée par de nouvelles additions de chrome et de molybdène. C'est dans ce contexte qu'apparurent les aciers austéno-ferritiques.

### 1-1.2. Les aciers austéno-ferritiques.

Les alliages où les deux phases austénite et ferrite coexistent, présentent certains avantages sur les nuances purement austénitiques ou purement ferritiques.

En effet, ils n'ont pas la fragilité de leurs homologues ferritiques (de structure cubique centrée), tout en étant mécaniquement plus résistants que des alliages austénitiques (cubiques à faces centrées).

Etant plus alliés, ils sont également plus résistants à la corrosion que les alliages austénitiques, notamment en milieu chlorydrique. De plus, ils sont très peu sensibles à la corrosion sous contrainte.

Enfin, pour des applications moulées ou soudées, la solidification en ferrite les rend moins sensibles à la fissuration à chaud lorsque les éléments à l'état de traces (S, P, As etc..) ne sont pas bien contrôlés. En effet, ces éléments diffusent beaucoup moins rapidement dans le réseau austénitique que dans le réseau ferritique. Lors d'une solidification en austénite, le dernier solide à se déposer est très chargé en ces impuretés qui le fragilisent. C'est une source de fissuration à chaud dans les zones interdendritiques. En revanche, lors de la solidification en ferrite, ces impuretés peuvent diffuser et se répartir de manière homogène, ce qui permet d'éviter ce phénomène.

Toutes ces raisons ont fait des aciers austéno-ferritiques de bons candidats pour la réalisation de tuyauteries moulées des centrales nucléaires.

Dans la littérature, ces aciers sont généralement présentés par leur appellation dans la norme ASME (CF3, CF8 ou CF8M par exemple). Nous présentons au Tableau 1-2 les compositions chimiques de ces différentes nuances.

A l'époque de la conception des centrales, le phénomène de fragilisation des aciers ferritiques, dit "fragilisation à 475°C", était connu. Or, la ferrite des aciers biphasés a une composition (26% de Cr, 6% de Ni et 2,5%

de Mo) qui les rend sensibles à cette fragilisation. Cependant, dans le cas des aciers ferritiques, les équivalences temps-température, qui permettent d'extrapoler des vieillissements à basse température (c'est à dire à 320°C), à partir de données obtenues plus rapidement à haute température (400°C ou plus), laissaient prévoir que la ferrite ne serait pas affectée par un maintien d'une durée de trente ans à 320°C. Ces équivalences étaient basées sur l'hypothèse (vérifiée par Grobner, voir § 1-2) que le vieillissement était un phénomène thermiquement activé, ayant une énergie d'activation égale ou supérieure à celle de la diffusion du chrome dans le réseau de la ferrite. De plus, ces alliages contiennent au maximum 30% de ferrite. Même avec une ferrite fragilisée, l'austénite devait "assurer" la ductilité nécessaire.

Ce n'est que récemment (début des années 1980) que les données nouvelles sur les énergies d'activation thermique du phénomène ont été proposées par les ingénieurs suisses Trautwein et Gysel (cf [1-27]). Les prévisions de durée de vie ont alors été revues à la baisse. De plus, même si la ferrite est une phase minoritaire, le matériau vieilli pouvait s'avérer avoir un comportement fragile. Les programmes de recherche évoqués dans l'introduction de ce mémoire ont alors été lancés.

### 1-1.3. Plan du chapitre 1.

Dans ce chapitre, nous allons faire un bref rappel bibliographique des phénomènes mis en jeu lors de cette fragilisation.

Nous verrons l'origine et les effets du vieillissement appelé "fragilisation à 475°C" sur les aciers ferritiques purs. Ce point nous intéresse car seule la ferrite des aciers austéno-ferritiques est affectée par le vieillissement. Certains aspects de ce phénomène n'ont pu être étudiés en détail que sur un matériau monolithique. Enfin, nous dresserons l'état des connaissances sur le vieillissement des aciers biphasés austéno-ferritiques.

## 1-2. La fragilisation à 475°C des aciers ferritiques à haute teneur en chrome.

### 1-2.1. Origines physiques du phénomène.

La fragilisation des aciers ferritiques riches en chrome est connue depuis très longtemps. Cependant, la cause en était restée ignorée jusqu' à la fin des années 1950, car aucun changement de la microstructure ne pouvait être détecté, ni en microscopie optique, ni par rayons X.

Le durcissement de la ferrite était interprété, notamment par les chercheurs Français, comme une transformation désordre-ordre, par apparition d'un surréseau correspondant à  $\text{Fe}_3\text{Cr}$  ou à  $\text{FeCr}$  ([1-3] et [1-4]). En 1953, Fisher et al. [1-2] ont montré en microscopie électronique en transmission (MET) que la fragilisation d'un acier à 27% de Cr, à 482°C, s'accompagnait d'une précipitation d'une phase cubique centrée, très fine, ayant un paramètre de maille très proche de celui de la ferrite, et contenant 80% de Cr. Cette phase, nommée  $\alpha'$ , n'était pas prévue par le diagramme Fe-Cr de l'époque. En 1957, Williams, [1-5] étudia l'effet de la transformation sur la dureté, la résistivité électrique et l'aimantation à saturation d'alliages ayant des teneurs en Cr de 17 à 80 % et pour des températures de vieillissement allant de 400 à 550°C. Il en déduisit la forme du diagramme de phase pour les températures inférieures à 500°C. Ce diagramme sera ensuite légèrement modifié pour les fortes teneurs en Cr [1-6]. Comme on peut le voir sur la Figure (1.1), il comporte en dessous de 500°C une lacune de miscibilité du Cr dans Fe. Selon Williams, cette lacune pourrait être d'origine chimique ou magnétique. Cette dernière hypothèse fut infirmée par la suite.

En 1967, Lagneborg [1-17] suggère que la précipitation se fait sous forme d'une décomposition spinodale ou par germination et croissance selon la composition et la température.

En effet, l'énergie libre d'une solution solide régulière dans un domaine biphasé, en fonction de la teneur en éléments d'alliage à l'allure, pour une température donnée, de la courbe de la Figure (1.2) (extraite de Grobner [1-8]). Les minima locaux correspondent aux compositions des phases présentes à l'équilibre à cette température.

Lorsque la courbe tourne sa concavité vers le haut, la solution est stable : une petite fluctuation de composition autour de la valeur moyenne augmente l'énergie libre du système. Cette augmentation d'énergie doit être compensée par de l'activation thermique pour amorcer la décomposition. Le premier germe qui peut se former aura la composition de la phase à l'équilibre. Il y a alors transformation par germination et croissance

Lorsque la courbe tourne sa concavité vers le bas la solution est instable : Une petite fluctuation de la composition se traduit par une diminution de l'énergie du système, et aura tendance à s'amplifier continuellement, sans avoir besoin d'autre énergie d'activation que celle de la diffusion des atomes de soluté. La décomposition commence spontanément, sans temps d'incubation. Il y a alors décomposition spinodale. Dans le diagramme de phase, la limite séparant les deux types de réaction est donnée sur la Figure (1.3) extraite de [1-9].

Ce type de décomposition a été mis en évidence grâce à des études par spectrométrie Mössbauer menées par Chandra [1-9], puis par d'autres auteurs. Une autre méthode s'est révélée utile pour la mise en évidence des fluctuations continues de composition. Il s'agit de la microscopie à champ ionique couplée à une sonde atomique (APFIM), qui permet de visualiser de très petits amas atomiques (de quelques atomes) et d'en identifier la nature. Brenner et al. [1-10] ont ainsi mis en évidence, pour un alliage à 32% de Cr vieilli à 470°C, des variations quasi-périodiques de la teneur en Cr, dont l'amplitude et la longueur d'onde augmentent avec le temps de vieillissement.

## 1-2.2. Effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques.

### 1-2.2.1. Dureté.

Une conséquence immédiate de la transformation est l'augmentation rapide de la dureté. (Grobner [1-8] est le seul auteur à ne pas noter de corrélation systématique entre le vieillissement et la dureté).

Conformément au diagramme de phase, à 475°C, il n'y a pas de durcissement pour une teneur en Cr inférieure à 15%. Les données de dureté sont assez abondantes dans la littérature. Certaines d'entre elles, obtenues pour une température voisine de 475°C, sont réunies dans la Figure (1.4).

On note que les duretés initiales sont assez comparables pour tous les alliages, entre 150 et 200 Hv. En revanche, les vitesses de durcissement sont très variables. Une dureté supérieure et une vitesse plus élevée semblent correspondre à une teneur en Cr croissante.

Plusieurs auteurs (Marcinkowski [1-11] et Fisher [1-2] notamment), voient la dureté atteindre un plateau pour des vieillissements suffisamment longs. L'existence d'un phénomène de sur-vieillissement, caractérisé par un adoucissement de la ferrite, est sujet à caution : Fisher [1-2], Williams [1-5] et Marcinkowski [1-11] ne l'ont pas noté, tandis que d'autres auteurs [1-12] affirment l'avoir observé.

#### 1-2.2.2. Effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques de traction.

Les données de traction (limite d'élasticité, résistance mécanique et allongement à rupture) disponibles dans la littérature sont réunies pour un vieillissement à des températures proches de 475°C, dans les courbes des Figures (1.5), (1.6) et (1.7).

Comme on peut s'y attendre en observant les données de dureté, *la limite d'élasticité* est augmentée par le vieillissement.

*L'allongement*, dans tous les cas, est diminué, jusqu'à atteindre dans certains cas des valeurs quasi nulles. C'est ce que les auteurs entendent par fragilisation, c'est à dire "manque de ductilité", plus que "diminution de la résistance". En effet, on peut voir sur la Figure (1.7) que, dans certains cas (cf Nichol [1-16] par exemple), *la résistance mécanique* de ces alliages est au contraire augmentée par le vieillissement. Lagneborg [1-7] montre cependant un cas où la contrainte à rupture décroît. Sur un second alliage, le même auteur observe un comportement plus complexe, où la contrainte à rupture commence par chuter, puis croît à nouveau pour se stabiliser. Ces données, difficiles à analyser doivent être confrontées avec des observations fractographiques. Ainsi, Nichol [1-16], nous indique que l'augmentation de la contrainte à rupture correspond au passage d'un mode de rupture ductile fibreuse à un mode de rupture par clivage. Une fois cette rupture fragile établie, la contrainte à rupture ne varie plus avec le vieillissement.

Il semble donc que le vieillissement à 475°C soit essentiellement un phénomène de durcissement, qui fait chuter la ductilité lorsque la limite d'élasticité devient supérieure à la contrainte de clivage. Cependant, dans certains cas, *le vieillissement peut entraîner une décroissance de la*

*contrainte de clivage*. Cet effet pourrait s'expliquer par un changement des mécanismes d'amorçage du clivage.

### 1-2.2.3. Effet du vieillissement sur les modes de déformation et de rupture.

#### a. Les observations de Lagneborg.

Lagneborg [1-17] a étudié en détail les modes de déformation lorsque le matériau vieilli se rompt par clivage. Il observe que lorsque la contrainte de clivage augmente avec le vieillissement, pour un alliage Fe<sub>30</sub>Cr, la plasticité se fait par glissement essentiellement. Lorsque, pour le même alliage, la contrainte de clivage se stabilise, ou lorsqu'elle décroît pour un alliage à 0,8% de Ti, la plasticité se fait avec la formation d'un grand nombre de macles.

Lagneborg [1-17] toujours, étudie l'effet de la taille de grain sur la contrainte de clivage et sur la limite d'élasticité à l'état vieilli. Dans le domaine étudié, ses résultats (dont un exemple est donné à la Figure (1.8)), semblent inverses de ceux trouvés par Low [1-18] pour les aciers à bas carbone (cf Figure (1.9)).

Dans ce dernier cas, la limite d'élasticité,  $\sigma_y$ , est contrôlée par une loi de Hall et Petch:

$$\sigma_y = \sigma_i + k_y / \sqrt{d}$$

où  $d$  est la taille de grain.

Il ne peut y avoir clivage que s'il y a de la déformation plastique. En effet, selon le modèle de Cottrell [1-18], c'est à l'intersection des bandes de glissement ou de macles que se forment les embryons de fissures susceptibles de se propager en clivages instables. La taille de ces embryons dépend à son tour de la contrainte appliquée, car elle reflète le nombre de dislocations empilées dans la bande de glissement. Un critère de

propagation de cet embryon, selon la théorie de Griffith, couplé à la taille de l'embryon, donne alors une contrainte de propagation,  $\sigma_c$ , de la forme :

$$\sigma_c = 2\gamma_s E / k_y \sqrt{d}$$

(où  $\gamma_s$  est l'énergie de formation d'une unité d'aire clivée). Dans le diagramme en  $1/\sqrt{d}$  c'est également une droite, mais qui passe par l'origine. Quand  $\sigma_c$  est inférieur à  $\sigma_y$ , il ne peut pas y avoir rupture avant d'atteindre  $\sigma_y$ , point où dès qu'apparaît un embryon de clivage, celui-ci est instable. Dans le cas inverse, il faut atteindre  $\sigma_c$  pour que les embryons de clivage créés à partir de la limite d'élasticité deviennent instables.

Les aciers ferritiques vieillis semblent donc ne pas suivre ce modèle. La raison invoquée par Lagneborg [1-17] est que le mécanisme de germination des embryons de clivage est différent de celui imaginé par Cottrell. Selon ses observations le maclage est présent à toutes les tailles de grain, et est de plus le phénomène à l'origine des embryons de clivage. Le critère d'instabilité des fissures de clivage amorcées par du maclage, serait, selon Lagneborg [1-17], également une droite passant par l'origine pour les grandes tailles de grain. Cette droite s'infléchirait pour les petites tailles de grain, lorsque le maclage devient abondant. Selon l'auteur une macle, se propageant pour une contrainte inférieure à la contrainte de germination, restitue de l'énergie élastique. Ainsi, quand le maclage devient abondant en pointe de fissure, il contribuerait à diminuer la contrainte critique de propagation d'une fissure de clivage. Ceci expliquerait l'inflexion de la courbe de contrainte à rupture pour des petites tailles de grain, et dans certains cas, selon l'auteur, la décroissance de la contrainte de clivage d'un acier Fe 30Cr 0,8 Ti, avec le vieillissement.

Ces observations sont d'un grand intérêt, car elles montrent que la fragilisation à 475°C se traduit en fait par un durcissement pour les mécanismes de glissement, et une sensibilisation au maclage. Lagneborg [1-17] explique ainsi pourquoi, au cours du vieillissement, la contrainte à rupture commence par augmenter, lorsque le clivage est gouverné par le

glissement, puis se stabilise et même décroît, lorsque le maclage apparait et contrôle le clivage.

#### b. Autres observations.

Les observations de la sensibilité croissante au maclage de ces alliages avec le vieillissement sont abondantes dans la littérature. Le premier à observer ce phénomène est Marcinkowski [1-11]. Sur un alliage Fe-48%Cr, il note que le maclage n'existe pas à l'état non vieilli. Après vieillissement à 500°C pendant 575 h, il est observé à profusion autour d'indentations de dureté. Ce maclage fait d'ailleurs chuter la dureté.

Kondyr [1-19], sur des alliages à 25 et 32% de Cr, montre par des essais de compression que la contrainte de maclage diminue avec le vieillissement. Pour un alliage à 25% de Cr, elle peut passer de 700 MPa à 400 MPa après 500 h à 480°C (cf Figure (1.10)). Il montre également que plus le vieillissement augmente, et plus la température de transition entre glissement et maclage augmente, comme on le voit sur la Figure (1.11).

Nichol [1-16], observe également l'apparition du maclage en traction simple sur un alliage 29Cr-4Mo-2Ni, après seulement 1 h à 482°C. Il observe en microfractographie, des stries sur les facettes de clivage, qu'il interprète comme des traces de ces macles.

Enfin, Nichol et al. [1-14] observent des macles en MET sur un 29Cr-4Mo-2Ni rompu après 30 h à 482°C.

Sur un alliage 26Cr-1Mo ils notent que le glissement passe de sinueux à rectiligne, le long de plans {110}, après 1000 h à 482°C. Cependant aucune transition du glissement vers le maclage n'a pu être observée dans ce cas.

#### 1-2.2.4. Effets de la composition sur le vieillissement.

Il y a peu de données sur l'étude systématique des effets des éléments d'addition sur la cinétique et l'amplitude de la fragilisation.

Il a été observé par plusieurs auteurs que plus l'alliage contient de Cr, et plus la cinétique de fragilisation est rapide, à 475°C (dans le domaine de

11% à 30% de Cr) [1-8] et [1-14]. Cette observation a été rationalisée par Grobner [1-8], en termes d'effets de la teneur en Cr sur l'énergie d'activation de la formation de germes de  $\alpha'$  (cf §1-2.2.5).

Grobner [1-8] et Courtnall [1-22], observent également que la vitesse de durcissement augmente par addition d'interstitiels (C et N), ainsi que de Mo et Ti. Une observation analogue est faite pour une addition de Nb dans [1-22].

Les effets de C et N sont supposés se traduire par une précipitation de carbures ou nitrures de Cr, eux même durcissants. De plus Lagneborg [1-13] a observé la formation préférentielle de phase  $\alpha'$  près de particules de type  $\text{Cr}_2\text{N}$ .

L'effet des atomes de substitution Mo, Ti et Nb est bien moins clair. Selon Courtnall [1-22], Ti et Nb peuvent former des composés avec Cr, et ainsi stabiliser des zones riches en Cr, formant des germes de  $\alpha'$ . Par effet de taille ils peuvent dilater la maille de ferrite, diminuer les contraintes de cohérence avec  $\alpha'$ , et donc faciliter sa formation.

#### 1-2.2.5. Cinétiques de vieillissement.

Le problème de la cinétique du vieillissement a été abordé uniquement par Grobner [1-8]. Il a étudié des alliages de 14 à 18% de Cr, avec différents éléments d'addition, vieillis entre 316°C et 538°C, qui se décomposaient par germination et croissance.

Selon lui la fragilisation est *contrôlée par la germination* des précipités  $\alpha'$ . Suivant les théories classiques de germination, il adopte pour le taux de germination J une loi thermiquement activée de la forme :

$$J=C.\exp(-[Q+F_0]/kT)$$

où  $J=n/t$ , est nombre de germes par unité de volume et unité de temps, Q est l'énergie d'activation de la diffusion du Cr dans la ferrite, et  $F_0$  est l'énergie d'activation nécessaire pour former un germe de taille critique (cf Grobner [1-8]) :

$$F_0 = 4 \gamma^3 / 27 (\Delta G_V)^2$$

où  $\gamma$  est l'énergie d'interface entre les précipités et la matrice, et  $\Delta G_V$  est l'enthalpie libre spécifique de la réaction.

Selon l'auteur, une amplitude donnée de fragilisation s'accomplit lorsque une densité critique de germes,  $n_c$ , est atteinte, au bout d'un temps critique  $t_c$ :

$$t_c = n_c / C \cdot \exp [(Q + F_0) / kT].$$

Le terme  $n_c / C$ , supposé indépendant de la température, est ajusté à une température, et Grobner observe si cette loi, extrapolée à d'autres températures fournit une estimation correcte des résultats expérimentaux.

L'accord qu'il trouve est bon pour les coulées sans éléments interstitiels et sans éléments d'addition. L'effet d'un changement de teneur en Cr peut ainsi être prévu dans le modèle, par une modification de  $F_0$ . La "force motrice" de la décomposition augmente lorsque la composition moyenne s'éloigne de la composition d'équilibre, tant qu'on ne se trouve pas dans le domaine de la décomposition spinodale. Il est donc normal que la cinétique de réaction soit accélérée par une addition de Cr, dans ce domaine de composition.

Pour les coulées avec une haute teneur en C+N, et des éléments tels que Mo et Ti, la fragilisation est plus rapide que dans les cas précédents, comme on l'a vu au § 1-2.2.4. Dans ces cas, les cinétiques de fragilisation suivent moins bien l'équivalence temps/température proposée par Grobner.

### 1-2.3. Les théories du durcissement des aciers ferritiques vieilliss.

Nous avons rappelé plus haut que la précipitation de phase  $\alpha'$  cohérente, ou la décomposition spinodale, durcissait les ferrites riches en Cr, et favorisait le maillage. Nous allons voir dans ce paragraphe les théories qui ont été établies pour rendre compte de ces phénomènes.

Le durcissement des aciers ferritiques vieilliss semble provenir de la contribution de nombreux mécanismes. Nous allons passer en revue ici, les plus importants.

### 1.2.3.1. Le durcissement par contraintes de cohérence.

#### -a Le durcissement par des précipités.

Williams [1-5] a montré que les précipités cohérents de phase  $\alpha'$  présents dans le matériau vieilli, ont un paramètre de maille plus grand que celui de la matrice de 0,0007 Å. Cet écart à la cohérence  $\epsilon$  ( cf tableau 1-1) est à l'origine de *contraintes internes*.

Ainsi, les précipités seraient soumis à une contrainte de compression, tandis que la matrice serait dans un état de contrainte de traction.

Le champ de contrainte d'une dislocation peut interagir avec ce champ de contrainte de cohérence : si le précipité est dans la zone de traction du champ de la dislocation, l'énergie totale est diminuée; à l'inverse, si le précipité est dans la zone de compression, l'énergie totale est augmentée. Le long du plan de glissement de la dislocation il y a donc des collines ou des puits de potentiel à franchir, selon que les précipités voisins sont en dessus ou en dessous du plan de glissement. Il faut exercer un supplément de contrainte, par rapport à l'état non vieilli, pour extraire les dislocations du fond de ces vallées de potentiel.

Les théories pour évaluer ce type de durcissement sont basées sur le même principe: L'effet d'un précipité unique sur une dislocation est d'abord calculé. Puis l'effet moyen de tous les précipités est déduit par sommation. Cette étape est la plus délicate, car elle fait intervenir différentes hypothèses qui tendent à surestimer le durcissement.

Tout d'abord, l'effet moyen des précipités sur une dislocation rectiligne est nul. Il faut donc supposer que la tension de ligne est suffisamment faible pour que les dislocations se courbent et reposent dans le fond des "vallées de potentiel". Ensuite, les contributions d'obstacles "faibles", car éloignés, ne s'ajoutent pas à celles des obstacles les plus proches. La sommation ne concerne donc que les précipités les plus proches; les bornes de moyennation sont cependant assez arbitraires.

Mott et Nabarro [1-43] évaluèrent les premiers le durcissement induit par une population de précipités de fraction volumique  $f$ . Pour un écart de cohérence  $\epsilon$ , ils trouvent une augmentation de la limite d'élasticité égale à:

$$\tau = E \varepsilon f$$

où E est le module d'Young.

Williams [1-6] s'intéressant directement aux aciers ferritiques vieillis, estime que la matrice et les précipités sont tous deux soumis à une contrainte hydrostatique. Son évaluation de l'amplitude de durcissement est proche de celle de Mott et Nabarro:

$$\tau = 2 E \varepsilon f \cdot (1-1/3 \cdot \text{Ln}f) / [\pi (1-\nu)].$$

Selon Marcinkowski [1-11], le durcissement d'un acier à 48% de Cr évalué avec cette expression, représenterait 40% du durcissement total observé.

Plus récemment, Brown et al. [1-24] passèrent en revue les différents modèles et proposèrent l'expression suivante du durcissement:

$$\tau = 4.1 \mu |\varepsilon|^{3/2} f^{1/2} (r/b)^{1/2}$$

où  $\mu$  est le module de cisaillement, r le rayon des précipités et b le vecteur de Burgers. Selon les auteurs, ce durcissement serait supérieur à celui prévu par Mott et Nabarro. Cependant, compte tenu des hypothèses qui doivent être formulées, les auteurs estiment que ce problème n'est toujours pas complètement résolu.

#### b- Durcissement par une décomposition spinodale.

Les modèles évoqués ci-dessus ne prennent en compte que le cas de précipités. Or comme nous l'avons vu plus haut, le changement de phase a lieu souvent sous la forme de décomposition spinodale. Selon la teneur en chrome, le réseau de la ferrite se dilate, à la manière du réseau de la matrice au voisinage d'un précipité cohérent. La décomposition spinodale est donc également à l'origine d'un durcissement du même type que celui dont on vient de parler.

Selon Kato [1-23], la concentration en chrome varie sinusoidalement le long des directions {001}, comme c'est le cas pour de nombreux systèmes cubiques, car ce sont des directions de faible module d'élasticité. ( Nichol et al.

[1-14] ont effectivement observé une précipitation préférentielle le long de plans {001}).

La maille étant dilatée par le Cr, il calcule le champ de contrainte de cohérence qui en résulte, puis la cisssion résolue de ce champ sur les plans et selon les directions de glissement. (cf tableau 1-1).

Park et al [1-15] modifient légèrement les modèles précédents pour introduire le cas où la décomposition est isotrope. L'expression qu'ils proposent, obtenue par modélisation numérique, est très proche de celle de Kato [1-23] (cf tableau 1-1).

Un point important de la théorie de Kato est que certains plans de glissement de type {110} sont soumis périodiquement à une contrainte nulle. Ce fait, qui n'apparaît pas dans le calcul du durcissement moyen, permet en théorie à la déformation de se localiser dans ces plans. On peut trouver là, une explication possible à certains phénomènes de ce type qui ont été observés à 320°C sur les deux alliages de cette étude.

#### 1-2.3.2. Durcissement par effet de module.

Un type de durcissement analogue au premier, avec des effets à longue portée, est le durcissement dû à la différence de module d'élasticité entre les zones riches et les zones pauvres en chrome. Le chrome a, en effet, un module d'élasticité supérieur à celui du réseau ferritique. Or, on sait que l'énergie d'une dislocation est proportionnelle à  $\mu b^2$ , où  $\mu$  est le module de cisaillement. Ainsi, une dislocation voit son énergie élastique augmenter quand elle s'approche et cisaille un précipité. Ce mécanisme est très semblable à l'effet de module pour des atomes en solution solide.

Comme dans le cas de la contrainte de cohérence, si la dislocation est flexible et se place d'elle même dans le fond des vallées d'énergie (i.e. loin des précipités), Marcinkowski [1-11] évalue à  $\Delta\mu b/\Lambda$ , (où  $\Lambda$  est la distance entre précipités), la contrainte nécessaire pour les mettre en mouvement. Il s'agit à nouveau d'une surestimation, mais ce type d'interaction pourrait rendre compte également d'une part importante du durcissement observé par l'auteur.

Kato [1-23] puis Park et al. [1-15] font des estimations de cet effet dans le cas d'une décomposition spinodale. Leurs résultats sont très similaires et encadrent la valeur donnée par Marcinkowski pour des précipités (cf Tableau 1-1).

#### 1-2.3.3. Durcissement par création d'interfaces.

Un mécanisme de durcissement de portée beaucoup plus courte, est la création d'interfaces, lorsque un précipité est cisailé. Cette interface, du fait de l'environnement défavorable de ses atomes augmente l'énergie du système, et s'oppose donc au cisaillement du précipité. Williams ([1-6] et [1-20]), et Marcinkowski [1-11] donnent des expressions très proches de ce type de durcissement (cf Tableau 1-1). Selon ces deux auteurs, il contribuerait peu au durcissement global de l'alliage (moins de 7% selon [1-11]). Marcinkowski ajoute une remarque intéressante: du fait de leurs contenus atomiques différents, le glissement dans les plans {211} est plus sensible à ce durcissement que le glissement selon des plans {110}.

Dans le cas de variations continues de composition, Kato [1-23] estime que cet effet est nul puisqu'il n'y a pas d'interface précise à cisailier.

#### 1-2.3.4. Frottement de réseau des zones riches en Cr.

Selon Marcinkowski [1-11], les solutions Fe-Cr non vieilles présentent un pic de dureté pour une composition voisine de 75% Cr. Les précipités de phase  $\alpha'$  ( qui ont 80% de Cr), seraient donc dotés d'une très grande force de frottement de réseau. Les cisailier demande donc de vaincre cette friction, ce qui entraîne un durcissement proportionnel à la fraction volumique de précipités (cf tableau 1-1), et qui contribuerait à 50% du durcissement observé sur l'alliage qu'il étudie.

#### 1-2.3.5. Durcissement d'origine magnétique.

On peut également citer pour mémoire un type de durcissement lié, selon Williams [1-20] à la nature antiferromagnétique des précipités. Le passage d'une dislocation cisillant un précipité entrainerait la création d'un domaine anti-ferromagnétique d'énergie élevée. La contribution de ce mécanisme n'est

cependant pas évaluée par Williams. De plus, la nature antiferromagnétique des précipités sera remise en cause plus tard [1-11].

#### 1-2.3.6. Les mesures de Lagneborg, d'énergie d'activation de la déformation plastique.

Lagneborg [1-21] propose une méthode permettant de savoir si le durcissement trouve son origine dans des mécanismes à longue portée, tels les effets de cohérence ou les effets de module, ou plutôt dans des mécanismes à courte portée (effets d'interface, ou frottement de réseau).

Il aborde le problème expérimentalement. On a l'habitude de séparer la limite d'élasticité d'un matériau cubique centré en une partie thermiquement activée, et une partie "athermique", c'est à dire qui ne dépend pas de la température. L'origine de la contrainte athermique réside dans des obstacles pour les dislocations qui ne peuvent être surmontés par la seule énergie d'activation, donc des obstacles à longue portée. L'origine de la contrainte thermiquement activée réside plutôt dans les obstacles à courte portée. Lagneborg [1-21] a déterminé, pour un alliage Fe-30Cr vieilli 200 h à 475°C, la limite d'élasticité, sa variation avec la température et la vitesse de traction. Il en déduit la proportion du durcissement qui est thermiquement activée, l'énergie et le volume d'activation correspondants, ce qui donne des indications sur la taille des obstacles à franchir par les dislocations.

Sa conclusion est que 78% du durcissement observé lors du vieillissement est d'origine athermique.

Selon les mesures de volume d'activation, la petite partie thermiquement activée résulterait du durcissement d'origine chimique.

Le durcissement résulte donc principalement d'obstacles à longue portée, tels que collines de potentiel dues aux contraintes de cohérence ou à l'effet de module.

#### 1-2.3.7. Effets des différents mécanismes de durcissement sur le maillage.

Comme nous l'avons dit plus haut, certains auteurs ont observé que le maillage semblait moins affecté que le glissement par le vieillissement. Marcinkowski [1-11] apporte plusieurs éléments de réponse à cela.

-Tout d'abord, les données de durcissement des solutions solides, lorsqu'elles se déforment par maclage, indiquent, selon Marcinkowski [1-11], que la friction de réseau des précipités est plus faible que dans le cas du glissement. La friction globale serait donc moins importante pour le maclage que pour le glissement.

-Ensuite, toujours selon Marcinkowski [1-11], le durcissement par création d'interface aurait *un effet nul sur le maclage*. On peut interpréter ce phénomène de la manière suivante : Une macule est une zone symétrique par rapport au cristal d'origine; l'intérieur de la macule n'est pas déformé. Aussi, une dislocation de maclage, reconstruit sur son passage, autant de liaisons Cr-Fe à l'interface du précipité qu'elle en détruit. Le maclage ne produit donc pas d'interface entre les précipités et la matrice.

-Enfin, il faut noter que le vecteur de Burgers  $b$  d'une dislocation de maclage est plus petit que celui d'une dislocation de glissement. Le maclage sera donc moins sensible que le glissement à l'effet de module qui est proportionnel à  $b$ .

#### 1-2.4. Conclusions.

Il est donc généralement admis que le vieillissement des aciers ferritiques à 475°C est, en fait, un durcissement dû à une fine précipitation de phase  $\alpha'$ , ou à une décomposition spinodale.

Ce durcissement entraîne une diminution de la ductilité. Lorsque la limite d'élasticité devient supérieure à la contrainte de maclage, ce mécanisme s'active et contrôle alors l'amorçage du clivage.

La contrainte de maclage semble peu affectée par le vieillissement. Dans un cas il a été montré qu'elle peut même décroître au cours du vieillissement, ce qui a pour effet de provoquer une diminution éventuelle de la contrainte à rupture.

Aucun modèle ne permet de calculer la vitesse et l'amplitude du durcissement. Cependant il est clair que la composition des alliages a une influence sur ces paramètres.

Enfin il n'y a pas accord complet dans la littérature quant aux mécanismes de durcissement. Contrainte de cohérence et effet de module semblent cependant apporter les contributions les plus importantes (cf Tableau 1-1).

### 1-3. La fragilisation des aciers austéno-ferritiques.

#### 1-3.1. Introduction.

Dans ce paragraphe, nous allons examiner les effets du vieillissement sur les structures biphasées, austénite + ferrite, des aciers "duplex". Dans un premier temps, nous allons passer en revue les mécanismes microstructuraux, observés dans les alliages industriels à des températures proches des températures de service. Nous verrons alors que, bien que la décomposition de la solution Fe-Cr soit à l'origine de la fragilisation de ces alliages, elle s'accompagne de nombreux autres phénomènes secondaires. Nous ne reviendrons pas sur les théories de durcissement de la ferrite. Dans un deuxième temps, nous étudierons l'effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques. Enfin, nous aborderons certaines questions, telles que les mécanismes de rupture et l'interprétation des propriétés mécaniques après vieillissement, qui n'ont pas encore de réponses claires, et auxquelles nous consacrerons le reste du mémoire.

#### 1-3.2. Observations microstructurales.

##### 1-3.2.1. Microdureté de la ferrite.

Comme c'est le cas des ferrites monolithiques, la dureté de la ferrite des aciers biphasés augmente avec le vieillissement. Différents exemples de

l'évolution de la microdureté de la ferrite avec le temps de vieillissement à des températures proches de 400°C sont donnés sur la Figure (1.12).

La dispersion de ces données est encore plus grande que dans le cas des ferrites monolithiques. Comme nous l'avons vu plus haut, une part de cette dispersion peut être attribuée aux cinétiques de durcissement qui diffèrent selon la composition. D'autre part, l'empreinte de microdureté peut avoir une taille non négligeable devant celle des plages de ferrite où elle est faite, et la mesure peut en être affectée.

On note cependant les tendances suivantes :

- Dans de nombreux cas la dureté atteint un plateau. Cette observation confirme celles qui avaient été faites sur les ferrites monolithiques au chrome.

- Dans le domaine de vieillissement étudié, il n'y a pas d'indication d'adoucissement.

- Les valeurs maximales atteintes pour des alliages au Mo sont généralement plus élevées que celles atteintes sans Mo. Cette observation est particulièrement nette sur un des exemples donnés par Slama et al. [1-25].

- Les valeurs au plateau peuvent être très nettement supérieures aux valeurs maximales observées sur les ferrites monolithiques au chrome. En effet, comme on l'a vu plus haut, la dureté de ces ferrites ne dépassait pas 500 HV, alors que, dans le cas de la ferrite des aciers biphasés, de nombreuses mesures sont situées entre 500 et 600 avec même certaines valeurs dépassant 850.

On peut probablement attribuer cette grande différence aux éléments d'addition. Ces ferrites contiennent du Ni (7 à 8 %), dont l'effet n'a pas été étudié par Courtnall (cf § 1-2.2.4). De plus, certains éléments non dosés comme le Nb peuvent augmenter sensiblement la dureté. Enfin, les auteurs ne fournissent généralement pas les teneurs en interstitiels C et N dont on a vu au § 1-2.2.4 l'importance sur l'amplitude du durcissement.

Enfin, Baudry et al. [1-30] montrent que la dureté de l'austénite n'est pas affectée du tout par le vieillissement.

### 1-3.2.2. Transformations de phase produites par le vieillissement.

Dans ce paragraphe, nous allons passer en revue les différentes transformations de la microstructure de la ferrite, ou de l'austénite, qui ont été observées lors du vieillissement d'aciers austéno-ferritiques.

a- Démixtion de la solution Fe-Cr de la ferrite, par décomposition spinodale ou germination et croissance.

Ce phénomène est commun à presque toutes les observations liées à ce type de fragilisation.

Bentley et al. [1-38] l'ont observé les premiers sur un alliage CF8 vieilli 70 000 h à 400°C. Par APFIM, ils mettent en évidence une démixtion isotrope du Fe et du Cr, avec une longueur d'onde de l'ordre de 7 nm.

Chung [1-39] observe cette démixtion sur des pièces de réacteur, accompagnée également de germination et croissance de phase  $\alpha'$  en forme de plaquette. A des températures de service inférieures à 300°C, il considère que ce dernier mécanisme est improbable.

La décomposition spinodale est également bien mise en évidence par Auger et al. [1-40]. Toujours par APFIM, ils étudient la décomposition de deux alliages CF8 et CF8M à 350 et 400°C. Ils ne notent pas de différence de comportement entre les deux alliages. Ces auteurs ont observé que les zones riches en chrome sont interconnectées et ont une morphologie isotrope. A 350°C, l'amplitude de la décomposition croît puis semble atteindre une valeur limite. A ce moment apparaissent des particules de  $\alpha'$  dans les zones riches en Cr. La longueur d'onde de la décomposition croît également avec le temps.

Enfin, Miller et al. [1-42], complètent les données de Bentley et al. [1-38], par des observations sur une nuance CF8M vieillie à 400°C pendant 7500 h, qui se décompose également par une réaction spinodale isotrope.

Des précipités de phase  $\alpha'$  peuvent également être trouvés pour des temps plus longs, ou des températures plus élevées. Ainsi, Vrinat et al. [1-41] isolèrent par réplique extractive des précipités de phase  $\alpha'$ , sur une nuance CF8 vieillie 30 000 h à 400°C ou sur un alliage CF8M vieilli 10 000 h à 400°C ou 450°C. A 350°C après 10 000 h ils n'observent pas de particules  $\alpha'$ , (ce qui ne veut pas dire qu'il n'y a pas de démixtion).

Chopra, [1-34] est le seul auteur à ne faire état d'aucune décomposition de ce type, pour des aciers CF8 et CF8M vieillis à moins de 400°C. Cependant, ses moyens d'observation (le MET) ne lui permettaient pas de résoudre la très fine structure de la décomposition spinodale.

#### b-Précipitation de la phase G.

L'aspect le plus différent entre les ferrites monolithiques et les ferrites des aciers austéno-ferritiques, est l'apparition de phase G, riche en Ni et en Si, deux éléments absents des ferrites monolithiques étudiées plus haut.

Bentley [1-38] met en évidence cette phase sur un acier CF8 et un acier CF8M vieillis à 400°C respectivement 70 000 h et 7500 h. Les précipités sur les dislocations de la ferrite sont plus gros (10 nm) que ceux qui sont dans la matrice (2 nm). La composition qu'il en donne est proche de celle que donneront plus tard Vrinat et al. [1-41], à l'exception du Cr et du Si qui sont inversés. Selon Miller [1-42], il s'agirait d'un composé riche en silicium dont la formule de base est  $Ni_{16}Si_7Ti_6$ , où les éléments Fe Cr Mo et Mn pourraient venir en substitution du Ti et du Ni.

Chopra [1-34] observe également cette phase cubique à faces centrées, à 475°C et à 400 °C sur des alliages CF8 et un acier CF8M. Pour un même vieillissement, il observe que la précipitation est bien plus importante si l'acier contient 40% de ferrite que s'il en contient seulement 15%. *La composition globale n'a donc pas seulement d'influence sur la teneur en ferrite (cf chapitre 2), mais également sur la composition locale et le vieillissement de celle-ci.* Une addition de Mo accélère la précipitation, car il estime l'état de précipitation d'un CF8M vieilli 10 000h à 400°C, identique à celui d'un CF8 vieilli 70 000 h à la même température.

Enfin, des observations contradictoires du couplage entre la phase G et la décomposition spinodale nous sont données par Chung [1-29] et Auger [1-40]. Selon Chung, plus la matrice ferritique est riche en Ni et en Mo, plus la cinétique de formation de phase  $\alpha'$  est rapide. Donc, une précipitation de phase G, absorbant du Ni et du Mo aura tendance à ralentir la démixtion Fe-Cr. Cet effet sera plus important à 400°C, où la phase G est abondante, qu'à 300°C où la phase G est presque absente.

Auger observe par APFIM que les précipités de phase G apparaissent sur les flancs de la décomposition spinodale. Il interprète ceci, en disant que ce sont

les zones enrichies en Ni et Mo, rejetés par la phase  $\alpha'$ , qui donnent naissance à la phase G. Selon Auger [1-40], la spinodale précéderait la phase G, et non l'inverse comme l'affirme Chung [1-29]. La question n'est pas tranchée.

Enfin, selon Chung, un recuit à 550°C qui fait disparaître la décomposition spinodale sans affecter la phase G, restituerait complètement la dureté initiale. La phase G n'aurait donc aucun rôle durcissant.

### c- Précipitation d'autres phases et autres phénomènes.

De nombreux autres phénomènes ont également été observés sur ces alliages. Tout d'abord il est fréquemment fait mention de carbures de type  $M_{23}C_6$  aux interfaces  $\delta/\gamma$ . Ils sont généralement présents dans les coulées sans Mo, comme en ont vu Bentley [1-38], Vrinat [1-41], Auger [1-40], ou pour des nuances à haute teneur en C ( $> 0.05\%$ ) comme le rapporte Chung [1-29]. Il est généralement admis que ce type de carbures peut apparaître pendant la trempe avant le vieillissement. Pour les nuances au Mo, cette précipitation est bien moins probable, car le Mo piègerait le carbone, et empêcherait sa diffusion [1-29].

L'interface peut également être le siège d'une précipitation de nitrure de chrome,  $Cr_2N$ , comme il a été observé par Chung [1-29], sur une coulée à très haut N (0.151 %).

L'interface, toujours, peut également se déplacer pendant le vieillissement. En effet une partie de la ferrite présente lors de la trempe est à l'état métastable. Aussi, un traitement prolongé à une température élevée peut rééquilibrer la teneur en ferrite, par transformation de celle-ci en austénite, ( également appelée austénite de réversion). Cette migration de l'interface a été observée par Bentley [1-38] et par Chung [1-29].

La précipitation de  $M_{23}C_6$  à l'intérieur de la ferrite est possible selon Chung [1-29] pour les nuances contenant plus de 0.07% de carbone, pour des longs temps de vieillissement à 400°C ou plus. Des carbures de Nb ont été trouvés par Chung [1-29] dans une nuance, (coulée Y4331 utilisée dans notre propre étude).

Enfin, des phénomènes secondaires ont été observés par des auteurs isolés :

De la phase  $\gamma_2$  (une forme d'austénite de reversion) a été observée dans la ferrite des nuances CF8 et CF8M, en MET par Chung [1-29].

Auger [1-40], à l'interface  $\delta/\gamma$ , après 30 000 h à 400°C, a mis en évidence une phase intermétallique riche en Fe, Cr et Mn de structure icosahédrale, appelée phase I.

Enfin, l'hypothèse d'une décomposition spinodale de l'austénite entre le Fe et le Ni a été avancée par Chung [1-29].

#### d- Conclusions.

Un grand nombre de transformations structurales peuvent donc avoir lieu dans la ferrite comme dans l'austénite. Cependant deux phénomènes principaux dans la ferrite sont communs à toutes les observations : La démixtion du Fe et du Cr, et la précipitation de phase G. La phase G n'aurait pas de rôle durcissant, donc la fragilisation ne peut être attribuée, au moins dans le domaine de température de 300 à 400°C qu'à la démixtion de la solution Fe-Cr.

En revanche, la phase G pourrait avoir une influence sur la cinétique de la décomposition spinodale.

### 1-3.3. Effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques.

#### 1-3.3.1. Résilience Charpy U.

La résilience Charpy KCU est une grandeur abondamment utilisée pour évaluer le vieillissement. Bien que la valeur de la résilience n'ait pas de signification intrinsèque, (il n'existe à l'heure actuelle aucune modélisation précise de cet essai), c'est de cette grandeur dont nous disposons le plus de données expérimentales (cf [1-27], [1-25], [1-29] et [1-31] par exemple).

On peut résumer l'effet du vieillissement sur la résilience KCU par les faits suivants.

-La résilience mesurée à une température donnée diminue avec le vieillissement. Elle atteint un plateau bas pour des longs temps de vieillissement. Selon Trautwein et al. [1-27] (et plus tard Slama et al. [1-25] puis Bonnet et al. [1-31]), les courbes KCU fonction du temps à différentes

températures de vieillissement peuvent s'ajuster sur une courbe maîtresse en supposant que le vieillissement est thermiquement activé. (Nous reviendrons sur ce point plus bas).

- La courbe de transition ductile-fragile est décalée vers les hautes températures. Bonnet et al. [1-31] donnent l'exemple d'un alliage dont la température de transition est repoussée à plus de 320°C après 30.000 heures à 400°C. Le plateau supérieur, est décalé vers le bas et la transition est de plus en plus progressive (cf exemple Figure (1.13)).

- Pour une température d'essai, et un niveau de vieillissement donné, la teneur en ferrite est un paramètre très important. En effet, comme on peut le voir sur la Figure (1.14), toutes les données se regroupent sur une courbe unique, ce qui montre la sensibilité de la résilience à ce paramètre microstructural.

- La teneur en Mo est un second paramètre microstructural important. Sur la Figure (1.14), on note que la plupart des coulées au Mo ont des résiliences inférieures aux coulées sans Mo.

Il existe dans la littérature [1-25] une corrélation basée sur les résultats de Trautwein et al. [1-27] et ceux de Slama et al. [1-25] donnant la résilience après 10 000 h à 400°C en fonction de la composition chimique globale et de la teneur en ferrite.

La dispersion sur les données reste cependant très grande (supérieure à 100%).

Enfin, si on superpose les courbes d'évolution de la microdureté de la ferrite, comme on peut le voir sur la Figure (1.15) (données de Trautwein et al. [1-27]), on note que le durcissement de la ferrite débute avant que la résilience ne commence à chuter. Cela montre clairement que la mesure de la résilience à une température ne permet pas d'apprécier complètement le vieillissement. Enfin, les données de Slama et al. [1-25], également rappelées à la Figure (1.15), indiquent que la chute de résilience s'arrête lorsque la dureté atteint une valeur plateau.

### 1-3.3.2. Propriétés mécaniques de traction.

Les propriétés de traction sont beaucoup plus rares.

Il est généralement admis que le vieillissement a très peu d'effet sur la limite d'élasticité (cf [1-32] par exemple).

En revanche, il fait chuter l'allongement à rupture, (cf [1-32], [1-29] et [1-25]), tandis que la résistance mécanique est augmentée.

L'effet du taux de ferrite sur ces paramètres à l'état vieilli peut être évalué sur les courbes des Figures (1.16) et (1.17).

A l'état non vieilli, la ductilité ne dépend sensiblement pas du taux de ferrite (cf données de [1-27]).

Avec le peu de données disponibles, on peut cependant voir la nette décroissance de la ductilité après vieillissement avec le taux de ferrite. En revanche,  $R_m$  semble passer par un maximum vers 20% de ferrite. Ceci s'explique sans doute par une compétition entre l'écroutissage qui augmente avec le taux de ferrite, et la ductilité qui diminue.

### 1-3.3.3. Ténacité.

Il y a également très peu de données sur la résistance à la déchirure de ces matériaux.

Landerman et al. [1-26] montrent qu'un acier de type CF8M avec 14% de ferrite, vieilli 3000 h à 350°C, voit sa ténacité, mesurée à 316°C, passer de 502 à 230 kJ/m<sup>2</sup>. Le module de déchirure, dJ/da est également abaissé de 114 à 105 MPa.

Slama et al. [1-25] ne rapportent des valeurs de ténacité et de module de déchirure que pour une seule coulée contenant 14,5% de ferrite, et vieilli 3000 h à 427°C. La ténacité à l'ambiante baisse également, passant de 463 à 307 kJ/m<sup>2</sup>. Le module de déchirure varie de 395 à 111 MPa.

Meyzaud et al. [1-32] étudient plus complètement la ténacité des deux alliages, qui ont servi pour le présent travail. Ces deux alliages contiennent 20 et 30% de ferrite, et ont été vieillis à 400°C, entre 700 et 10 000 h. Le matériau le plus vieilli voit alors  $J_{0,2}$  (valeur de J pour une avancée moyenne de 0,2 mm) chuter à 16 kJ/m<sup>2</sup> à la température ambiante. Cependant, il ressort de leur étude, que les fissures dans les matériaux même les plus vieillis ont un comportement stable. C'est une des caractéristiques de ces matériaux vieillis, qui, bien qu'ayant à de nombreux égards un comportement fragile, (très faible résilience, très faible ténacité,

faible ductilité), conservent certaines caractéristiques de matériaux ductiles. Nous reviendrons sur ce point dans le chapitre 5.

Enfin, Meyzaud et al. [1-32] montrent bien un effet très sensible de la macrostructure de solidification sur la résistance à la déchirure. Dans une zone basaltique la propagation d'une fissure peut être beaucoup plus rapide que dans une zone équiaxe. Nous reviendrons également sur ce point important dans les chapitres 3 et 4.

#### 1-3.4. Mécanismes de rupture.

Les mécanismes de rupture ont été très peu étudiés.

Trautwein et al. [1-27] estiment que la ferrite doit avoir, à l'état fragilisé, une ductilité nulle, mais ils ne font pas d'observation pour confirmer ce point.

Lautridou et al. [1-33] observent les premiers que la ferrite, à l'état vieilli, rompt par clivage, et forme ensuite des cavités qui tendent à croître, comme en régime de rupture ductile. Ils estiment que 42% de la surface de rupture est occupée par du clivage alors que 12% du volume est occupée par de la ferrite. La fissure se propagerait donc préférentiellement dans la ferrite. Cette observation est démentie par Chopra [1-34], qui, sur une coulée vieillie 10000 h à 400°C, compte une proportion de clivage sur la surface de rupture égale à celle de la ferrite en volume.

Plus récemment, Strangwood [1-35] utilise une technique dont nous nous sommes également servie (cf chapitre 3 et [1-36]): Il mesure en section la fraction de longueur de fissure passant dans la ferrite. Il trouve par exemple sur une ZAT de soudure dans un acier CF3 que seulement 30% de sa longueur en section est occupée par de la ferrite. En fractographie, 70% de la fissure semble occupée par cette phase. Le mécanisme de rupture ne peut donc pas être réduit à un concept de chemin le plus court ou de chemin préférentiel.

Toujours sur un alliage CF3, dans une ZAT ou dans un alliage moulé, Strangwood [1-35] observe que une transformation martensitique induite par plasticité a lieu dans l'austénite. Il peut alors se former de la martensite  $\epsilon$  ou de la martensite  $\alpha'$ . Ce fait est très important car la martensite a également un comportement fragile.

Enfin, Bonnet et al. [1-31] montrent que, selon l'alliage et la température de vieillissement, différents modes d'endommagement seront observés. La

tendance générale est que la ferrite se rompt par clivage à la température ambiante. Pour des matériaux très vieillis, le clivage peut être assisté par du maclage, comme il avait été suggéré dans [1-37]. Pour les matériaux donnant lieu à des précipitations aux interfaces, de la décohésion entre austénite et ferrite a également été observée par Bonnet et al. [1-31].

De nombreux mécanismes d'endommagement ont été observés sur les matériaux vieillis. Or la connaissance précise de ces mécanismes est indispensable pour le développement de critères locaux de rupture. Très peu de données, ni quantitatives ni qualitatives, sont disponibles à ce sujet. Nous devons donc avant toute tentative de modélisation, observer attentivement les mécanismes entrant en jeu dans les alliages et aux températures que nous étudierons.

#### 1-4. Conclusions.

Lors du vieillissement des aciers austéno-ferritiques, la ferrite peut être le siège de nombreuses transformations microstructurales. Cependant, il ressort de l'étude bibliographique, que le seul mécanisme de durcissement correspond à la démixtion de la solution solide Fe-Cr, essentiellement par décomposition spinodale, dans le domaine de température de 300°C à 400°C. Ce fait rapproche la ferrite des austéno-ferritiques, des aciers ferritiques à haute teneur en chrome qui se fragilisent selon le même mécanisme.

Il faut bien noter à ce stade du mémoire, que notre objectif n'est pas de développer, en dépit de son grand intérêt, une théorie visant à prévoir l'effet de la teneur en ferrite, l'effet du vieillissement ou la température d'essai sur la ductilité. Un programme expérimental tout autre que le nôtre, impliquant de nombreuses coulées et différents vieillissements, aurait été nécessaire.

Notre objectif est plutôt d'étudier deux alliages vieillis, d'en observer les mécanismes de déformation et d'endommagement, pour en faire une modélisation, la plus proche possible des observations et des données microstructurales.

Dans un premier temps, étant donnée la très petite documentation existant sur les modes de déformation et de rupture des aciers austéno-ferritiques vieillis, nous devons reprendre ces observations sur nos deux alliages. Le Chapitre 3 fera l'objet de la présentation qualitative de ces mécanismes.

Une fois ces mécanismes bien identifiés, et les méthodes pour les étudier au point, nous nous pencherons sur l'étude plus quantitative de ces mécanismes pour un des alliages. Nous verrons ainsi dans le Chapitre 4, les différents paramètres mécaniques et microstructuraux, régissant l'endommagement de cet alliage, ainsi que les mesures métallographiques que l'on peut en faire.

Enfin, le Chapitre 5 sera consacré à la modélisation des phénomènes observés. Ce chapitre vise essentiellement à montrer que, à l'aide de théories mécaniques simples, et des mesures métallographiques de l'endommagement effectuées au chapitre 4, on peut rendre compte de la ductilité d'éprouvettes entaillées de différentes géométries, et de sa dispersion.

## CHAPITRE 2 : LES DEUX MATERIAUX DE L'ETUDE.

### 2-1. Introduction.

Les deux matériaux utilisés pour cette étude, proviennent des tubes centrifugés et vieillis qui ont servi pour les essais de pressurisation et d'éclatement dont nous avons parlé en introduction. Dans ce chapitre nous nous proposons de présenter les matériaux.

Dans un premier temps, les paramètres microstructuraux les plus importants seront présentés : Les phases en présence, leur proportion, leur morphologie, et leur texture. Ces propriétés sont expliquées grâce à ce que l'on connaît du procédé d'élaboration et des traitements thermiques subis par les deux tubes.

Enfin, nous étudierons les propriétés mécaniques conventionnelles des deux matériaux, et l'effet du vieillissement sur celles-ci.

### 2-2. Composition, Elaboration et Traitements thermiques.

Pour mener les essais de pressurisation sur les tubes fissurés évoqués au chapitre 1, deux tubes provenant de coulées différentes ont été moulés par centrifugation aux Fonderies et Aciéries du Manoir. Les conventions de repérage des directions, sont données à la Figure (2.1).

#### 2-2.1. Compositions.

Ces deux coulées ont des compositions qui les classent dans la nuance Z3CND19-10M, (CF8M dans la dénomination ASME).

Les compositions de ces tubes, mesurées par le fondeur sont données dans les tableaux 2-1 et 2-2.

Nous reviendrons plus en détail sur le procédé de centrifugation au paragraphe 2-8.4. Les dimensions finales des tubes étaient les suivantes :

-Y4331 :  $\Phi_{\text{ext}}=400\text{mm}$ ;  $\Phi_{\text{int}}=320\text{mm}$ .

-Y3296 :  $\Phi_{\text{ext}}=400\text{mm}$ ;  $\Phi_{\text{int}}=300\text{mm}$ .

### 2-2.2. Traitements thermiques.

#### a-Hypertrempe.

Un traitement de mise en solution suivi d'une trempe à l'eau a été réalisé par le fondeur sur chacun des tubes. Les températures et les temps de maintien lors de la mise en solution sont donnés ci-dessous :

-Y4331 : 1115°C pendant 7 heures (avec une durée de montée de 10h40').

-Y3296 : 1120°C pendant 6 heures (avec une durée de montée de 9 h).

#### b- Vieillissement.

Le vieillissement a été réalisé dans une installation spécialement conçue pour recevoir les tubes, des plaques de la même coulée, et des ébauches d'éprouvettes de résilience permettant de contrôler le degré de fragilisation en cours de vieillissement. La qualification du four a permis de montrer que l'écart maximum entre deux points de mesure, parmi onze, n'excédait pas 10°C. [2-1]

Le traitement de vieillissement consistait en un maintien isotherme à 400°C. Le temps de maintien pour les deux alliages est donné ci-dessous :

-Y4331 : 700 heures.

-Y3296 : 8000 heures.

### 2-3. Observations microstructurales.

La microstructure a été observée à différentes échelles, allant du mm voire du cm pour la macrostructure, au  $\mu\text{m}$  pour la recherche de microségrégations. Toute la caractérisation microstructurale n'a cependant pas été effectuée ; l'effet microstructural du vieillissement sur la ferrite, évoqué à travers les données de la littérature dans le chapitre 1, n'a pas fait l'objet d'étude dans le cadre de ce mémoire.

Dans un premier temps, nous présenterons des caractéristiques dont l'effet sur les propriétés mécaniques a été noté : Macrostructure, proportion et morphologie de la ferrite, texture cristallographique et microségrégations. Dans un second temps, nous tenterons d'établir un lien entre la microstructure observée et le mode d'élaboration des deux alliages.

### 2-3.1. Macrostructure.

Les Figures (2.2) (a) et (b) montrent le résultat des attaques macrographiques réalisées sur des tronçons de tube des deux alliages. Le réactif utilisé est donné en Annexe N°6.

L'interprétation des macrographies est rendue difficile par la superposition de deux contrastes : d'une part le contraste, assez faible, du grain primaire, au contour régulier et que l'on voit bien dans le cas de l'alliage Y3296; d'autre part le contraste du grain austénitique secondaire, que l'on voit bien dans les deux cas sous forme de taches claires ou sombres au contour déchiqueté, à l'intérieur des grains primaires.

Dans les deux cas, la structure primaire est quasi colonnaire dans la partie intérieure du tube. Ces grains ont quelques mm de largeur (dans le sens Tangentiel), et 10 à 20 mm, voire plus, de longueur (dans le sens Radial).

Dans les deux cas, une zone de 0,5 cm de grains équiaxes plus petits borde le diamètre extérieur. Une zone équiaxe à l'intérieur du tube n'a été observée que sur l'alliage Y3296 sur une épaisseur de l'ordre de 10 mm. Nous rappelons cependant que l'alésage de la partie intérieure du tube a probablement enlevé cette zone, sur le tube Y4331.

Les taches blanches que l'on peut voir dans les grains primaires, correspondent, comme on le verra dans le paragraphe suivant, à des "paquets" de brins ferritiques, dont la microstructure est celle de Widmanstätten (cf § 2-3.2.1), renfermant sensiblement un grain austénitique chacun, (cf § 2-3.2). Beaucoup de ces taches claires sont également allongées

dans le sens radial. Leur taille est inférieure à la taille du grain ferritique : typiquement de l'ordre du  $\mu\text{m}$  dans le sens Tangentiel et plusieurs  $\mu\text{m}$  (5 à 10  $\mu\text{m}$  voire plus), dans le sens Radial.

### 2-3.2. Microstructure de la ferrite et de l'austénite.

#### 2-3.2.1 Ferrite.

La ferrite peut être révélée par une attaque métallographique au réactif de Murakami (cf Annexe N°6). Les Figures (2.3) (a) et (b) montrent deux exemples de micrographies ainsi obtenues sur les deux alliages.

La ferrite est présente en section sous la forme de brins aux formes complexes, distants approximativement de 40  $\mu\text{m}$  et de 10  $\mu\text{m}$  de largeur. On peut cependant distinguer des "paquets", à l'intérieur desquels ces brins ont une disposition sensiblement régulière et une orientation constante. Ces paquets de ferrite à orientation privilégiée ont fait donner par certains auteurs à cette microstructure le nom de "Widmanstätten" (cf [2-2] par exemple) ou encore de ferrite aciculaire. Il est difficile d'imaginer la morphologie des brins (baguettes, plaquettes etc...).

Pour en savoir plus nous avons réalisé des micrographies sur trois plans perpendiculaires jointifs. Le résultat est montré sur les Figures (2.4) (a) et (b). Dans les deux cas, on peut voir que la ferrite est connectée sur de longues distances (i.e. plusieurs centaines de microns). Compte tenu des intersections de ces brins sur deux plans jointifs, on peut voir que la ferrite a une forme proche de celle de plaquettes.

L'orientation de ces plaquettes n'est pas constante et varie d'un "paquet" à l'autre.

Les contours de ces plaquettes ne sont pas du tout réguliers; elles sont au contraire couvertes de protubérances et de fourches qui relient les plaquettes parallèles entre elles.

On note souvent un liseré austénitique de 50 à 75  $\mu\text{m}$ , qui borde un ensemble de "paquets", comme on le voit bien sur les Figures (2.3) (a) et (b).

#### 2-3.2.2. Austénite.

Le seul moyen que nous ayons trouvé pour révéler le grain austénitique est la coloration thermique (cf annexe n°6). Dans ce cas, la couche d'oxyde qui se forme en épitaxie à la surface de l'échantillon est plus ou moins épaisse selon l'orientation du grain qui émerge à la surface. Il en résulte une couleur par grain austénitique (la ferrite beaucoup moins oxydée apparaît de couleur claire).

Les Figures (2.5) (a) et (b) montrent des exemples de micrographies obtenues sur les deux alliages par ce procédé. On note sur ces clichés que *chaque grain austénitique correspond à un "paquet" de ferrite*, dont la taille est de l'ordre du mm. Les contours des grains d'austénite, souvent délimités par des brins de ferrite, sont très déchiquetés.

### 2-3.3. Proportion, taille et espacement de la ferrite.

Comme nous l'avons vu dans le chapitre 1, la proportion de ferrite dans la structure est un paramètre important dans la cinétique de fragilisation de ces aciers. Nous allons donc donner dans ce paragraphe, les résultats obtenus pour la mesure de la fraction de ferrite, de l'espacement moyen des brins de ferrite, ainsi que de la taille de ces brins en section.

#### 2-3.3.1. Proportion de ferrite.

##### a- Méthode.

Nous avons fait une mesure de la proportion de ferrite en utilisant une méthode de comptage de points, sur des micrographies.

Pour chaque alliage, une série de photos jointives couvrant un rectangle de 2,25 mm x 1,6 mm a été tirée au grandissement 400x (négatifs 200x agrandis 2 fois au tirage). Les échantillons avaient été attaqués au réactif de Murakami; dans ce cas, l'interface avait 0,4 mm d'épaisseur à 400x. Une grille au motif carré de côté 30 ou 15 mm était ensuite posée sur les photos, et les points tombant dans la ferrite étaient comptabilisés par rapport au nombre total de points de la grille. Les points tombant dans les interfaces ne comptaient que 1/2. Selon un théorème de stéréologie bien connu [2-3], la fraction volumique d'une phase est égale à la fraction surfacique dans un plan de section. La fraction volumique de ferrite peut donc être estimée par le

nombre de points tombant dans la ferrite divisé par le nombre total de points de la grille, c'est à dire par une estimation de la fraction surfacique. Les résultats sont donnés dans le tableau 2-4.

#### b-Commentaires.

Des mesures de taux de ferrite ont également été effectuées par Framatome à l'aide d'un sigmamètre, (appareil mesurant l'aimantation à saturation du matériau, et la corrélant à la teneur en ferrite, seule phase ferromagnétique).

Les valeurs ainsi trouvées sont les suivantes.:

-Y4331 : 20%

-Y3296 : 30,5%.

On note donc un parfait accord entre ces deux méthodes en ce qui concerne l'alliage Y4331. Le comptage de points donne des valeurs légèrement supérieures à celle du sigmamètre pour le Y3296 .

#### 2-3.3.2. Espacement et taille des brins de ferrite.

Parmi les paramètres stéréologiques simples qui peuvent compléter la description de la structure, nous avons mesuré  $N_l$  : nombre de brins de ferrite interceptés par une ligne droite, par unité de longueur; ainsi que la distribution de la largeur de la ferrite en section, dans une direction donnée.

##### a- Mesure de $N_l$ .

Pour la mesure de  $N_l$ , des micrographies jointives au grossissement 60x étaient réalisées sur une zone couvrant 3,8 mm x 5,2 mm. Les plans de section perpendiculaires au sens R et au sens T ont été utilisés. Nous avons alors tracé des lignes droites tous les 333  $\mu\text{m}$ , dans deux directions perpendiculaires (T et L dans le plan R, et R et L dans le plan T).

Dans un plan  $i$ , le nombre de fois qu'un brin de ferrite traverse un côté du trait de direction donnée  $j$ , rapporté à la longueur totale de trait dans cette direction, nous donne la valeur de  $N_{lij}$ .

Dans tous les cas, la longueur totale de trait analysée est de l'ordre de 55 mm. Les résultats sont donnés dans le Tableau 2-5.

Ces mesures montrent qu'il n'y a pas d'anisotropie prononcée dans la morphologie de la ferrite, car toutes les mesures obtenues sont assez proches les unes des autres.

D'autre part, on note que les deux alliages ont des valeurs moyennes de NI peu différentes.

#### b-Mesure de taille de ferrite.

L'histogramme des tailles de ferrite a été déterminé de la manière suivante : Des micrographies au grandissement 400x (négatifs à 200x agrandis 2 fois au tirage) ont été réalisées dans les deux plans, perpendiculaires aux axes R et L, et couvrant chacun une zone de 2,25 mm x 1,6 mm. Un échantillonnage de points est prélevé dans la ferrite à l'aide de la grille de pas 30 mm, déjà utilisée dans le paragraphe 2-3.3.1. En tout point de la grille tombant dans la ferrite, la largeur de la ferrite était mesurée dans la direction perpendiculaire au sens T, et fournissait un point de mesure.

Nous avons pu ainsi tracer l'histogramme des tailles de ferrite mesurées dans les plans R et L et dans les directions L et R respectivement. Ces histogrammes sont montrés sur les Figures (2.6) (a) à (d). Les valeurs moyennes de chacune de ces distributions sont données dans le Tableau 2-6, où  $d_{ij}$  est la taille de ferrite mesurée dans le plan i et dans la direction j. Elles varient de 14 à 19,5  $\mu\text{m}$  pour la coulée Y4331, et de 14 à 25  $\mu\text{m}$  pour l'alliage Y3296.

Dans ce tableau, nous rapportons également la valeur du rapport du taux de ferrite divisé par NI. Ce rapport a également la signification d'une "taille moyenne de ferrite". Dans les deux cas, on note une différence notable entre ce rapport et la valeur moyenne dérivée directement de la distribution de taille. A cela il peut y avoir deux raisons:

- La première est que dans la mesure de NI nous n'apportons pas de correction d'interface, (car l'interface n'est pas assez épaisse pour la résoudre au grandissement 60x). NI tend donc à être légèrement surestimé.

-La deuxième raison est que la zone qui sert à déterminer la distribution de taille est trop petite pour être représentative. A l'échelle du grain d'austénite (i.e. de l'ordre du mm), la ferrite présente une texture morphologique due à son mode de formation (réaction de Widmanstätten), qui perturbe les mesures trop locales.

#### 2-3.4. Cristallographie : Textures des phases $\delta$ et $\gamma$ , et relations d'orientation.

##### 2-3.4.1. Méthodes.

###### a- Ferrite.

Pour l'étude de la texture de la phase ferritique dans l'alliage Y4331, nous avons utilisé un goniomètre de texture Rigaku 4000, équipé d'une source de rayons X au cuivre, fonctionnant sous 150 mA et 50 kV.

Compte tenu de la taille très importante du grain primaire, il nous a fallu utiliser des échantillons de 4 cm<sup>2</sup>, de forme carrée. De plus, pour illuminer une grande surface sur l'échantillon, le collimateur n'était pas équipé de fente de Schultz. Nous utilisons en revanche une fente de divergence de 2°, une fente de dispersion de 4 mm, et de réception de 3mm. A 45° du faisceau incident, l'échantillon était complètement illuminé. Le temps de comptage était de 1 s, et le balayage des deux angles de rotation du berceau était fait par pas de 5°.

Trois types d'échantillons ont été analysés : un échantillon dont la normale est dans le sens R, un échantillon dont la normale est dans le sens L, et 8 échantillons ayant leur normale pointant à 45° des axes L et R. Dans tous les cas nous avons recherché la position du pic de diffraction des plans {200} de la ferrite. Dans le cas de l'échantillon de normale L, nous avons également recherché la position de l'axe {211} $\delta$ .

Les mesures de texture sur l'alliage Y3296 ont été effectuées dans des conditions similaires par Solignac [2-27] sur 10 échantillons dont la normale pointait également à 45° des axes R et L.

## b-Austénite.

Pour l'étude de la texture de l'austénite, cette méthode n'était pas bien adaptée. En effet la taille du faisceau incident était telle qu'il sortait partiellement de l'échantillon lors de la rotation. A la texture réelle se superpose donc une texture parasite de défocalisation. Cet effet de défocalisation est important dans un cône d'angle de  $30^\circ$  autour de la normale de l'échantillon, dans lequel l'intensité du faisceau semble plus importante.

Comme on le verra ( cf § 2-3.4.2), les taches  $\{200\}\delta$  sont hors de cette zone, et les résultats pour la ferrite sont peu affectés par cet effet parasite. Il n'en était pas de même de l'austénite. Pour cette phase, nous avons dû utiliser une autre méthode.

Celle-ci consiste à déclencher au moins trois systèmes de glissement à l'aide d'indentations de microdureté dans l'austénite sur une surface polie (cf Figure (2.7)). Le glissement, tout comme le maclage, dans l'austénite s'opère le long des plans  $\{111\}$ . La connaissance des angles des trois traces de plans  $\{111\}\gamma$  dans le plan de polissage, suffit dans la plupart des cas, à déterminer l'orientation du grain d'austénite dans le repère de l'échantillon, moyennant quelques hypothèses:

-Tout d'abord, il faut noter que deux positions du cristal symétriques par rapport au plan de polissage donnent des traces de plan  $\{111\}$  identiques. Cette méthode ne permet donc pas de différencier ces deux positions, mais tout axe du plan de polissage est orienté sans ambiguïté.

Comme nous serons particulièrement intéressés pour connaître précisément la position du plan R-T par rapport aux cristaux, nous prendrons donc R-T comme plan de polissage et nous ferons l'hypothèse que la texture d'austénite est symétrique par rapport à ce plan.

Cette hypothèse est raisonnable si on considère qu'il n'y a pas d'effet de bord en cours de solidification et de refroidissement, dû aux extrémités du moule.

Par cette symétrie, quand nous trouverons la position d'un pôle  $\{111\}\gamma$  dans la projection stéréographique dans le plan R-T, son symétrique par rapport au centre sera automatiquement tracé.

Nous avons donc poli une surface de normale L, et fait 90 indentations Knoop sous 50 g dans l'austénite, aux sommets d'une maille régulière de côté 5 mm. Les bords de chaque indentation, comportant 3 traces de glissement ont ensuite été micrographiés au grandissement 1000x en prenant soin de bien repérer la direction des axes R et T.

-Différentes méthodes permettant d'orienter un cristal d'après trois traces de plan {111} dans une section plane, sont données dans l'Annexe N°4. Nous avons utilisé pour cette étude la méthode semi-numérique basée sur des équations de trigonométrie sphérique. Elle permet notamment d'explorer tout le domaine de définition des solutions possibles, et donc d'exclure les cas ne donnant pas une solution unique (cf Annexe N°4).

Des 90 indentations initialement analysées, il ne restait plus que 52 cas à solution exploitables.

#### 2-3.4.2. Résultats.

##### a- Ferrite.

Les figures de pôle {200} de la ferrite obtenues par rayons X, sur les huit échantillons de normale à 45° de R et L étaient constituées de quelques taches. Afin de synthétiser les résultats, nous avons reporté la position des taches dont l'intensité dépassait 40% de l'intensité maximum. Le résultat est montré à la Figure (2.8) (a).

On note que les pôles sont proches des deux directions R et L. Ceci signifie qu'un troisième amas de pôles doit se trouver autour de la direction T, (hors de la zone sondée par l'appareil). Les deux échantillons de normale R et L ont confirmé la présence de pôles {200}δ autour de ces deux axes, et la figure de pôle {211}δ de ce dernier échantillon de normale Lg, confirme que les deux autres directions {200}δ sont bien proches des axes T et R.

La sommation des figures de pôle obtenues sur les 10 échantillons de l'alliage Y3296 est montrée à la Figure (2.8) (b). On peut clairement observer une tendance identique à celle vue plus haut pour la coulée Y4331: Les pôles

(100) sont situés près des axes R et L, avec probablement une troisième orientation proche de l'axe L.

b- Austénite.

La figure de pôle {200} de l'austénite obtenue point par point et symétrisée par rapport au centre est donnée à la Figure (2.9).

On ne note pas une texture très prononcée. Cependant il y a clairement un rassemblement des pôles dans une couronne à 45° du centre, avec quelques points proches du centre et le reste éparpillé en périphérie.

#### 2-3.4.3. Relations d'orientation.

Comme nous le verrons dans la discussion, des relations d'orientation ont souvent été observées entre la ferrite et l'austénite d'aciers inoxydables (cf [2-2] par exemple).

La recherche de telles relations a été faite en MET par Cozar [2-4], et Solignac [2-27], qui ont observé des relations d'orientation du type Kurdjumov-Sachs (K-S), (c'est à dire  $\{111\}\gamma // \{110\}\delta$ , et dans ce plan,  $\langle 110 \rangle \gamma // \langle 111 \rangle \delta$ ). Dans un cas, l'interface entre les deux phases était également parallèle au plan dense commun aux deux phases.

On sait que, dans un repère lié à la ferrite, il y a 24 manières de positionner le cristal d'austénite par rapport à celui de la ferrite, en respectant les relations K-S. En considérant que ces 24 variants sont tous équiprobables, et en supposant que la ferrite a une orientation unique avec ses axes  $\langle 100 \rangle$  dans le sens des axes du tube, on peut déduire des relations d'orientation les 72 positions possibles des axes  $\langle 001 \rangle$  de l'austénite dans le repère des axes du tube. La figure de pôles correspondante est donnée à la Figure (2.10).

On note que cette distribution présente les mêmes caractéristiques que la distribution réelle, avec notamment des pôles à 45° du centre, et un groupe de pôles près du centre de la projection.

*Compte tenu des relations d'orientation, les textures de la ferrite et de l'austénite, bien qu'obtenues avec des méthodes différentes, sont donc cohérentes entre elles.*

#### 2.4. Ségrégations et composition des phases.

Le partage des éléments d'alliage entre l'austénite et la ferrite, les microségrégations dans les espaces inter-ferritiques, et dans les brins de ferrite, sont des informations importantes sur le mode de formation de ces phases, (par solidification ou par transformation à l'état solide). Nous avons donc effectué des mesures de composition chimique de l'austénite et de la ferrite, ainsi que des profils de teneur en éléments d'alliage, en traversant des brins de ferrite et l'austénite qui les entoure.

##### 2-4.1. Méthode.

Les dosages des principaux éléments d'alliage (Cr, Ni, Mo, Mn, Si, Fe) ont été effectués avec une microsonde SX50 CAMECA, pour les deux alliages.

Les mesures ont été réalisées sous une tension d'accélération de 15 kV et un courant de 40 nA. Pour l'alliage Y4331, nous avons effectué 74 pointés dans la ferrite et 34 dans l'austénite, tandis que pour l'alliage Y3296, 50 pointés ont été effectués dans l'austénite comme dans la ferrite .

##### 2-4.2. Résultats.

L'erreur relative sur la concentration a été calculée selon les formules de Tixier [2-5]. Ces valeurs sont données dans le Tableau 2-7.

Les valeurs moyennes et les écarts-types des éléments d'alliage dosés sont montrés dans le tableau 2-8 (Le Fe est le complément à 100%) .

On note une partition importante des éléments d'alliage. Les éléments alphas (Cr, Mo, Si) sont plus concentrés dans la phase

ferritique, tandis que les éléments stabilisant la phase  $\gamma$  (comme le Ni), sont plus concentrés dans l'austénite.

Nous avons également étudié les gradients de composition à travers les brins de ferrite, pour les deux alliages. Dans les deux cas les résultats étaient tout à fait équivalents.

Pour le tube Y4331, un exemple de zone étudiée est donné à la Figure (2.11) (a). Les profils de teneur en Cr et Ni obtenus sont montrés sur la Figure (2.11) (b) et (c).

On note que les gradients de teneur vont dans le même sens dans l'austénite et dans la ferrite : le minimum de Cr est atteint au centre de la ferrite comme au centre de l'austénite. Cependant, les profils de Cr et de Ni sont inversés : Un minimum de Cr correspond à un maximum de Ni.

Des tendances identiques ont pu être observées sur le Y3296.

Nous verrons au paragraphe 2-7 comment on peut interpréter ces profils.

#### 2-5. Dureté de la ferrite et de l'austénite.

La microdureté Vickers sous 50g de la ferrite et de l'austénite a été mesurée à l'ambiante sur les deux alliages, sur un état "défragilisé", juste après trempe, représentatif de l'état initial, et sur l'état vieilli.

Le traitement de défragilisation consistait à remettre le matériau en solution à 1115° pendant 1 heure, puis à le tremper à l'eau. Compte tenu de la très faible "longueur d'onde" de la décomposition spinodale, cette courte mise en solution doit être suffisante pour réhomogénéiser la ferrite, et ramener le matériau dans un état proche de celui qu'il avait avant le vieillissement.

Chaque série de mesures comprenait une cinquantaine de valeurs. Les résultats sont donnés dans le tableau 2-9.

On note bien sûr, que le vieillissement a un effet très sensible sur la dureté de la ferrite, comme nous l'avons vu dans le chapitre 1, tandis que l'austénite ne semble pas affectée.

Compte tenu du vieillissement, si on se reporte aux données de la Figure (1.12), on note également que la dureté des ferrites de ces deux alliages est

assez élevée, proche des plus hautes valeurs (observées par Slama [1-24] sur un alliage au molybdène également).

## 2-6. Identification de quelques précipités.

Quelques précipités, clairement visibles en microscopie électronique à balayage, fonctionnant en électrons rétrodiffusés, ont pu être identifiés par dispersion d'énergie des rayons X (EDAX). Dans les deux alliages il s'agissait principalement de particules riches en Nb, présentes surtout dans la ferrite et à l'interface, dans les deux alliages. Une illustration est donnée à la Figure (2.12). Il s'agit probablement de carbures de Nb formés pendant la trempe.

Pour l'alliage Y4331 nous retrouverons ces précipités dans le fond de cupules dans l'austénite, après rupture à 20°C comme à 320°C. Mais pour l'alliage Y3296, nous ne leur avons pas trouvé de rôle dans les mécanismes de rupture. Nous ne reviendrons donc pas sur ce sujet.

## 2-7. Discussion.

Les caractéristiques microstructurales étudiées dans le paragraphe précédent ont toutes une influence sur les propriétés mécaniques des alliages à l'état vieilli. Il nous faut rechercher ce qui contrôle ces caractéristiques lors de l'élaboration.

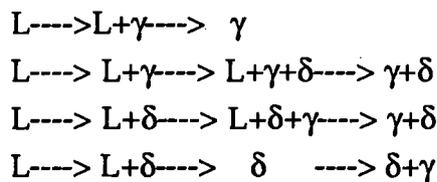
Le but n'est pas de chercher à maîtriser ces caractéristiques, mais de voir dans quelles limites celles que nous observons sur les deux tubes de l'étude, sont transposables à d'autres alliages de la même famille (avec plus ou moins de Cr et de Ni) élaborés différemment (en moulage statique ou centrifugé par exemple).

### 2-7.1. Solidification des aciers inoxydables austéno-ferritiques. Rappels bibliographiques.

Un point capital concernant la microstructure des aciers inoxydables austéno-ferritiques, est la manière dont ils se solidifient.

Pour comprendre la séquence de solidification et de transformation de ces aciers, il faut observer le diagramme d'équilibre de l'alliage. Un diagramme ternaire Fe-Ni-Cr est nécessaire (cf [2-1] par exemple). Cependant, nous n'en observerons par simplicité qu'une section verticale à teneur en Fe constante. Les renseignements que l'on en tire ne peuvent être que qualitatifs, car lorsque le solide est en équilibre avec le liquide, la ligne joignant les compositions du liquide, du solide, et la composition moyenne, (ligne appelée conode), est presque perpendiculaire à la direction des plans  $Fe\% = \text{constante}$  [2-2], et donc complètement en dehors du diagramme que nous utilisons.

Une section à 70% de Fe est montrée sur la Figure (2.13). On note sur ce diagramme qu'on peut avoir 4 séquences de solidification :



Pratiquement, en tenant compte des ségrégations des éléments d'alliage dans le liquide, des séquences plus complexes ont également été observées. Dans certains cas il est facile de différencier les microstructures issues de ces différentes séquences. Cependant la morphologie seule de la ferrite peut parfois prêter à confusion. Il faut avoir recours au profil de teneur en Cr et Ni à travers la ferrite et l'austénite pour savoir dans quelle classe se trouve l'alliage.

#### 2-7.1.1. Classement des morphologies de ferrite.

Deux facteurs interviennent sur la morphologie de la ferrite : la solidification proprement dite, et la transformation de phase à l'état solide  $\delta \rightarrow \gamma$  qui la suit.

Si la solidification se passe en  $\gamma$ , le liquide intercellulaire s'enrichit en Cr. De la ferrite se formera en fin de solidification par réaction eutectique, et

tapissera le bord des cellules austénitiques [2-6]. La ferrite a alors une morphologie dite cellulaire (cf Figure (2.14) (a)).

Lorsque la solidification commence en  $\delta$ , de l'austénite peut se former en fin de solidification par réaction péritectique. Les dendrites de ferrite se recouvrent alors d'austénite. Mais la ferrite va régresser au profit de l'austénite lors de la traversée du domaine  $\delta+\gamma$ , pour ne plus occuper que le cœur de la dendrite (cf [2-7], [2-2] et [2-8]). Ce type de ferrite porte généralement le nom de ferrite squelettique (ou vermiculaire); on peut en voir un exemple dans la Figure (2.14) (b).

Lorsqu'une portion plus importante de ferrite se forme lors de la solidification, la régression de la ferrite instable peut se faire soit par migration de l'interface  $\delta/\gamma$ , comme dans le cas précédent, soit par un processus de germination et croissance d'austénite dans la ferrite. Dans ce cas, l'aspect géométrique en "plaquette" de la ferrite résiduelle a fait appeler cette structure, ferrite "en latte", ou ferrite "en bloc". Des relations d'orientation ont été observées entre les deux phases par Brooks (cité dans [2-2] ) et Suutala [2-9]). Ce sont des relations de type Kurdjumov-Sachs (K-S) que nous avons déjà évoquées plus haut, ou encore de type Nishiyama-Wasserman (N-W), très proches des premières.

La distinction entre la ferrite squelettique et la ferrite en latte n'est pas toujours claire. Les deux structures peuvent coexister avec des zones de ferrite en latte au cœur des bras primaires de ferrite squelettique [2-2]. On peut voir un exemple de ferrite en latte à la Figure (2.14) (c).

Lorsque la solidification se fait totalement en ferrite, la transformation de la ferrite en austénite se fait par germination et croissance de l'austénite dans la ferrite instable. Brooks [2-2] nomme le type de microstructure qui en résulte, par analogie au mécanisme de décomposition de l'austénite dans les aciers au carbone, structure de "Widmanstätten". Suutala [2-9] a notamment montré qu'il n'y a pas de différence fondamentale dans les processus d'apparition de la ferrite en latte et de l'austénite Widmanstätten. Seule la présence d'austénite issue d'une solidification secondaire, dans la structure en latte semble les différencier.

On peut voir également un exemple "d'austénite de Widmanstätten" à la Figure (2.14) (d).

Dans le cas de soudures à haute densité d'énergie (par Laser ou faisceau d'électrons), Brooks [2-10] évoque également le cas de solidification complètement en ferrite, où toute la ferrite se transforme en austénite par une transformation massive sans diffusion. Mais ce phénomène semble être spécifique aux vitesses de refroidissement très rapides liées au procédé de soudage.

*En conclusion* il existe une variété importante de microstructures de la ferrite. Il n'est pas facile de différencier la ferrite cellulaire de la ferrite squelettique, ni la ferrite en latte et l'austénite de Windmanstätten. Selon toute apparence, la structure des deux alliages qui nous concernent, correspond à cette dernière catégorie. Les profils de composition que nous avons montrés au paragraphe 2-4 vont nous apporter quelques renseignements supplémentaires.

#### 2-7.1.2. Microségrégations. Rappels bibliographiques.

##### a- Cas général.

Lorsque la morphologie de la ferrite est difficile à définir, l'examen des ségrégations des éléments d'alliage permet de lever l'ambiguïté. Nous allons tout d'abord rappeler brièvement les profils de teneur en soluté obtenus lors de la solidification d'un barreau (cf [2-11]) dans le cas simple d'un alliage binaire. Nous nous placerons dans le cas des hypothèses de Scheil, c'est à dire que la diffusion dans le solide est limitée et ne permet pas d'homogénéiser le profil de concentration du solide qui se dépose.

Dans le liquide, le soluté, rejeté ou absorbé par le solide, crée une couche limite qui ne tend à disparaître que par diffusion dans le liquide. Si  $C_0$  est la composition du liquide, le premier solide qui se dépose a une composition  $kC_0$ , où  $k$  est le coefficient de partage de l'élément entre le liquide et le solide à une température donnée, ( $k < 1$  si le solide s'appauvrit en soluté, et  $k > 1$  dans le cas inverse). Prenons  $k < 1$ ; le soluté commence à

être rejeté et se concentre petit à petit dans le liquide à l'interface, jusqu'à ce que le gradient de concentration dans le liquide engendre un flux de soluté vers le reste du bain égal à celui rejeté par le solide.

Après un cours transitoire, on atteint alors un état stationnaire d'avancement du front de solidification, où le solide qui se dépose a la même composition  $C_0$  que le liquide loin en avant du front. En fin de solidification, lorsqu'il ne reste plus que la couche limite à solidifier, le soluté ne peut plus diffuser dans le liquide, et celui-ci va s'enrichir de plus en plus, de même que le solide qui se dépose : c'est le transitoire final.

Ce modèle convient également lorsque de la convection limitée contribue à l'homogénéisation du liquide. Le profil obtenu est montré à la Figure (2.15). On doit retrouver un profil semblable entre l'intérieur et l'extérieur d'une cellule de solidification (ou dendrite). Cependant, dans notre cas, le profil peut être altéré par :

- De la diffusion dans le solide, qui tend à aplatir le profil.
- L'apparition de nouvelles phases en cours de solidification, (notamment l'austénite péritectique).
- De la diffusion lors de transformation de phase à l'état solide.

#### b-Cas des aciers austéno-ferritiques.

- Solidification en austénite. (Ferrite cellulaire).

Brooks et al. [2-6] et Blanc et al. [2-8] ont étudié des alliages se solidifiant en austénite. Ils montrent que le liquide intercellulaire s'enrichit en Cr comme en Ni. On a donc  $k_{Cr}$  et  $k_{Ni} < 1$ . Le profil de Cr et Ni est donc minimum au centre de l'austénite et maximum en limite de la ferrite eutectique.

Ils ne relèvent pas de transitoire initial ni pour le Cr ni pour le Ni. Dans [2-6], un modèle de solidification en cellules de  $10 \mu\text{m}$  à  $300^\circ\text{C/s}$  tenant compte de la diffusion dans le solide, montre effectivement que celle-ci peut être responsable de la disparition du transitoire initial.

-Solidification en ferrite suivie d'austénite péritectique. (Ferrite squelettique).

Expérimentalement, Brooks et al. [2-7] trouvent que, dans une structure squelettique, les profils de Cr et de Ni dans l'austénite sont inversés, contrairement au cas précédent, avec un maximum de Ni et un minimum de Cr au centre de l'austénite.

La ferrite est très enrichie en Cr et très appauvrie en Ni. Ils notent également la présence d'un pic de Ni prononcé au centre de  $\gamma$ . Ce profil s'explique tout d'abord par le fait que les coefficients de partage de Ni et Cr sont de part et d'autre de 1,0 pour la solidification en ferrite [2-13]:  $k_{Ni} < 1$  et  $k_{Cr} > 1$ .

En s'éloignant du centre de la dendrite (ici la ferrite), il est donc normal de trouver plus de Ni et moins de Cr. Cependant, cet argument est faible car les coefficients de diffusion de Ni et Cr dans la ferrite sont cent fois supérieurs à ceux dans l'austénite. Le même modèle que celui évoqué plus haut [2-10], mais appliqué cette fois-ci à de la ferrite, montre qu'en fin de solidification la composition dans la ferrite est complètement homogénéisée. Le pic central de Ni dans l'austénite ne serait, selon les auteurs, que la marque du transitoire de fin de solidification en austénite péritectique.

Les gradients observés à l'interface  $\delta/\gamma$  seraient le résultat de la transformation  $\delta \rightarrow \gamma$  à l'état solide.

Comme la ferrite régresse, elle se concentre en Cr et s'appauvrit en Ni, et laisse derrière elle une austénite de plus en plus riche en Cr et pauvre en Ni, tandis que du côté de la ferrite, l'interface s'enrichit en Cr, qui tend à diffuser vers la ferrite, et s'appauvrit en Ni.

-Solidification complète en ferrite. (Ferrite en latte ou austénite de Widmanstätten).

Un seul profil dans la littérature étudiée traite de ce cas : La figure 13 de [2-7], montrée ici en Figure (2.16).

Ce profil est très semblable aux profils que nous avons obtenus sur nos deux alliages. On note en effet les mêmes tendances pour le partage du Cr et du Ni entre ferrite et austénite, et les mêmes tendances pour les gradients, inversés entre le Ni et le Cr, avec un maximum de Ni et un minimum de Cr aux centres de l'austénite et de la ferrite.

Selon les auteurs de [2-7] et [2-2], la solidification dans ce cas a lieu complètement en ferrite, mais comme nous l'avons vu plus haut la diffusion à l'état solide dans cette phase a gommé tous les gradients issus de la solidification. Les variations de composition observées sont uniquement dues à la transformation  $\delta \rightarrow \gamma$  à l'état solide comme nous les avons décrites également plus haut.

La croissance de l'austénite s'arrête lorsque la concentration en Cr dans  $\delta$  à l'interface, est suffisante pour stabiliser la ferrite.

Bien sûr, la vitesse de refroidissement aura une influence sur la redistribution du soluté : Plus le refroidissement est rapide, moins le Cr diffuse et plus la ferrite à l'interface sera stabilisée et donc plus il y aura de ferrite métastable prisonnière de l'austénite.

- Enfin, pour mémoire, on peut également citer le cas où la ferrite se transforme massivement en austénite. Ce type de transformation, intermédiaire entre la germination-croissance et la transformation martensitique, ayant lieu avec de la diffusion limitée à l'interface [2-12], les compositions des deux phases sont sensiblement identiques, ce qui n'est pas du tout notre cas.

### 2-7.1.3. Effets des traitements thermiques.

#### a- Hypertrempe.

Le but de l'hypertrempe à 1115°C est de remettre en solution les éventuels carbures de Cr qui se forment lors d'un passage prolongé à des températures de l'ordre de 700 à 900°C au refroidissement après solidification. Cette précipitation rend le matériau plus sensible à la corrosion intergranulaire [2-13].

De la même manière qu'après la solidification, la ferrite présente à la température de mise en solution, va tendre à régresser lors de la trempe, en laissant des profils de composition contrôlés par la diffusion (cf § 2-7.1.2.b).

#### b- Vieillissement à 400°C.

Comme nous l'avons vu dans le Chapitre 1, le traitement de vieillissement a essentiellement un effet sur la structure fine de la ferrite. On a vu dans le Chapitre 1 que pour des temps très longs pouvait apparaître de l'austénite de reversion [2-14].

Pendant des temps de quelques centaines d'heures, cet effet est très probablement négligeable.

### c- Conclusion.

Après avoir passé en revue les différents modes de solidification observés dans la littérature, il ressort que très probablement la solidification se passe totalement en ferrite, et que la diffusion dans le solide efface toute trace de microségrégation.

Lors de la traversée du domaine  $\delta+\gamma$ , de l'austénite apparaît par germination et croissance, contrôlée par la diffusion, donnant lieu à une structure d'austénite de Widmanstätten. *Les "paquets de ferrite" sont donc probablement des grains d'austénite ayant crû à l'intérieur d'un grain ferritique mère plus grand. Ceci explique la correspondance entre les "paquets de ferrite" et les grains d'austénite.*

Lors de la mise en solution, la ferrite se rééquilibre, puis régresse à nouveau lors de la trempe, en laissant les profils de composition déterminés en analyse à la microsonde.

Le vieillissement n'affecte que la structure fine de la ferrite, sans en modifier la morphologie.

### 2-7.2. Proportion de ferrite.

La proportion de ferrite dépend beaucoup de la proportion d'éléments alphas, (stabilisant la ferrite tels Cr, Mo, Si, Nb et Ti), et d'éléments gammas, (stabilisant l'austénite, tels le Ni, Mn, C, N, Cu). Généralement, des formules empiriques résument l'effet global des deux classes d'éléments, via le calcul d'un équivalent Cr et d'un équivalent Ni.

Nous donnons ici deux exemples de formules trouvées dans la littérature. Ackhurst [2-15], propose une formule pour évaluer la teneur en ferrite de coulées d'alliages de type CF3. Ces formules, proches de celles données par Schaefer [2-28] pour les joints soudés, sont les suivantes :

$$\begin{aligned} Cr_{eq} &= Cr + 1,4 Mo + 1,5 Si - 4,99 \\ Ni_{eq} &= Ni + 30 C + 0,5 Mn + 26 N + 2,25. \end{aligned}$$

La teneur en ferrite, mesurée au sigmamètre, est ajustée sur ces deux paramètres par la loi suivante :

$$\delta\% = 5,8 (Cr_{eq}/Ni_{eq})^2 - 87,9 (Cr_{eq}/Ni_{eq}) + 35,4 \quad (1)$$

Bonnet et al. [2-16] proposent également une formule de prédiction du taux de ferrite. Elle est ajustée sur un groupe de 182 coulées d'aciers du type CF8 et CF8M, dont viennent les deux alliages de notre étude :

$$\delta\% = (21,8 R^2 - 5,96 R + 3,39) \cdot 400 / (1500 - T^{\circ}C) \quad (2)$$

avec  $R = (Cr + Mo + 0,65 Si - 17,6) / (Ni + 20C + 8,3 N + 0,08 Mn - 5,18)$   
et  $T =$  Température de mise en solution.

Dans le cas de nos deux alliages, la teneur en ferrite calculée avec ces deux formules est donnée dans le tableau 2-10.

On note ainsi que ces deux formules, données par leurs auteurs pour avoir une précision de  $\pm 3\%$ , sont bien en accord avec les valeurs mesurées par dosage magnétique au sigmamètre, cf § 2-3.3.1.

### 2-7.3. Macrostructure.

L'interprétation des macrostructures est complexe car elle résulte de la superposition de deux phénomènes :

- La macrostructure de solidification proprement dite

- La structure résultant de la transformation de phase à l'état solide (cf [2-8] par exemple), qui vient se superposer à la première, et partiellement la masquer.

Selon Castro [2-17], des grains quasi-basaltiques, mais courbes, notamment dans les angles des pièces, sont caractéristiques de la structure issue de la transformation à l'état solide, les grains d'austénite s'allongeant dans le sens des gradients thermiques.

Dans notre cas, nous avons montré que la structure de grains primaires était une structure classique constituée d'une couche de grains fins équiaxes en périphérie du tube, suivie d'une couche de grains quasi-basaltiques, ou allongés dans le sens Radial.

Cette observation est en accord avec celles de Ackhurst [2-15] sur des lingots, qui se solidifient en ferrite (type A de sa dénomination).

Les grains austénitiques sont également allongés dans la direction radiale, (Les gradients thermiques étant probablement toujours radiaux après solidification). Leur taille est plus petite que celle du grain primaire, et leur forme est déchiquetée.

Tout ceci est en accord avec ce qu'on connaît de la formation de l'austénite par germination sur des plans cristallographiques dans les grains de ferrite.

*Un grain d'austénite ayant son orientation cristallographique liée à celle de la ferrite, doit être inclus dans le grain de ferrite, et doit donc être de taille plus petite.* La forme des grains d'austénite révélée par coloration thermique explique qu'on ne puisse pas distinguer de contours nets. Blanc et al. [2-8], ont également noté le flou des contours des grains  $\gamma$ , et Ackhurst [2-15] parle de grains "plumeux" (feathery).

#### 2-7.4. Texture.

Nous avons déjà vu que la texture que nous avons trouvée pour l'austénite dérivait de celle de la ferrite par des relations d'orientation K-S (cf § 2-2.4.). Il nous faut cependant trouver une explication à cette texture primaire.

Selon Flemings [2-11], l'axe de croissance des dendrites dans les cristaux cubiques est un axe  $\langle 100 \rangle$ . Cet axe primaire est orienté dans la direction du gradient thermique. Selon Vasseur et al. [2-18] l'extraction de la chaleur dans le procédé de centrifugation se fait essentiellement par le moule, c'est à dire par la surface extérieure du tube. Le gradient thermique est donc aligné dans le sens radial, et il paraît logique de trouver une direction  $\langle 001 \rangle$  de la ferrite dans le sens R. Mais pourquoi les autres directions  $\langle 001 \rangle$  sont elles alignées dans les directions T et L ?

Une hypothèse permettant d'expliquer ce phénomène doit faire intervenir le mouvement du liquide par rapport au moule après l'introduction du métal fondu. Certains effets de ce mouvement sur la macrostructure ont d'ailleurs déjà été observés en centrifugation, (orientation des basaltes dans le sens contraire de la rotation du moule (cf [2-19]), ou succession zones basaltique/équiaxe anormale (cf [2-18] et [2-20] par exemple).

Or Miksch [2-21] a montré pour des cristaux de glace croissant dans un liquide en mouvement, que le passage du liquide sur la dendrite s'accompagne de deux effets :

- Tout d'abord, l'axe primaire de la dendrite a tendance à s'écarter légèrement de sa direction cristallographique initiale.

- Il a noté ensuite, que les bras secondaires pointant à contre-courant, tendaient à croître avec une vitesse 1,5 fois plus grande que la vitesse de croissance du bras primaire dans le liquide au repos (cf Figure (2.17))

Ces deux phénomènes s'expliquent par le fait que le liquide à la pointe de la dendrite est chauffé par la chaleur latente libérée par la solidification. Mais la face amont de la dendrite est refroidie par le courant de liquide tandis que la face aval est à l'abri. La surfusion du liquide est donc plus importante du côté amont et suffit à faire dévier la dendrite de sa direction de croissance privilégiée  $\langle 001 \rangle$ . L'explication de la croissance à contre courant des bras secondaires est la même.

Sur des métaux la désorientation de l'axe primaire des dendrites a déjà été observée (cf [2-19] ou [2-22]). Bien que l'on décèle une inclinaison des grains primaires dans le même sens sur les deux macrographies, cet effet n'est pas très sensible dans notre cas.

En ce qui concerne la texture de la ferrite, nous nous trouvons sans doute devant une illustration de l'effet du mouvement du fluide sur la croissance des bras secondaires de dendrites : En effet, on peut imaginer que, à la sortie de la zone équiaxe, dans la couche limite du liquide les axes des dendrites (i.e. une de leur direction  $\langle 001 \rangle$ ) ont sensiblement l'orientation du gradient thermique, dans le sens R. Mais plus elles poussent vers l'intérieur du moule, plus elles trouvent un liquide en mouvement tangentiel. Les grains qui envahissent le plus vite l'espace sont alors ceux ayant des bras secondaires (i.e. une autre direction  $\langle 001 \rangle$ ) pointant dans la direction T.

## 2-8. Propriétés mécaniques conventionnelles.

Dans ce paragraphe, seront présentées les propriétés mécaniques conventionnelles (résilience, propriétés de traction et ténacité) des deux alliages étudiés, à l'état vieilli. L'effet du vieillissement sur ces deux alliages pourra être apprécié par comparaison avec les propriétés à l'état initial trempé.

### 2-8.1. Orientation et prélèvement des éprouvettes.

Les conventions de repérage des axes ont été données dans la Figure (2.1).

Pour la caractérisation conventionnelle, les éprouvettes de traction ont toutes été prélevées dans le sens T. Lors des essais d'éclatement évoqués en introduction, la sollicitation était essentiellement tangentielle. Ce sont donc, en premier lieu, des essais suivant cette direction que nous effectuerons. Cependant, des essais suivant d'autres axes du tube seront présentés dans le chapitre 3.

### 2-8.2. Résilience.

Une série d'essais de résilience KCU a été effectuée à la température ambiante sur l'alliage Y3296, sur une machine de 32 J de capacité. Les essais sur l'alliage Y4331 ont été réalisés par Framatome [2-24]. Les résultats sont donnés dans le Tableau 2-12.

Si on compare ces valeurs à celles qui sont rappelées au chapitre 1 ( cf Figure (1.14)), pour un état vieilli 10 000 h à 400°C, on note que les résiliences des deux coulées de notre étude, bien que vieilles moins longtemps, sont très faibles. Ce point est sans doute à mettre en parallèle avec la présence de Mo ainsi qu'à la dureté très élevée de la ferrite.

### 2-8.3. Propriétés de traction à 20°C et 320°C.

#### 2-8.3.1. Méthodes.

##### a- Alliage Y4331

Les éprouvettes utilisées ont un fût de 45 mm de long (cf Figure (2.18)). Elles étaient équipées d'un extensomètre à 20°C. A 320°C, seul le déplacement du verrin de la machine de traction était enregistré. Dans ce cas, les valeurs de déformation sont calculées en prenant une base de mesure de 50 mm.

A 320°C toujours, les éprouvettes étaient placées dans un four à radiation à deux lobes. La température du centre était de 320°C, et celle du congé le plus froid était de 307°C.

Dans tous les cas, la vitesse de déplacement du verrin était de 0,15 mm/s (soit sensiblement  $\dot{\epsilon} \approx 3,3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ).

##### b- Alliage Y3296

Les essais à 20°C étaient conduits de la même manière que pour l'alliage Y4331.

A 320°C, les éprouvettes étaient chauffées par un appareil à induction LEPEL et un inducteur hélicoïdal. L'homogénéité de la température était contrôlée à l'aide de 5 thermocouples. L'essai était lancé après stabilisation

de la température, lorsque la différence entre deux thermocouples n'excédait pas 18°C. La déformation était mesurée grâce à un extensomètre à cannes d'alumine, développé au MIT. Dans tous les cas, la vitesse de traction était la même que pour l'alliage Y4331.

### 2-8.3.2. Résultats.

Les propriétés de traction à 20 et 320°C dans le sens T sont rapportées dans les tableaux 2-13 et 2-14.

La description des facies de rupture sera donnée dans le chapitre 3, dans la partie concernant les observations des mécanismes de rupture.

Pour l'alliage Y4331, la striction des éprouvettes rompues à 320°C n'a pu être mesurée, étant donné la forme en biseau des surfaces de rupture.

Les courbes rationnelles de traction dans tous les cas vus ci-dessus sont montrées sur la Figure (A-1.2) de l'Annexe N°1.

La courbe de l'alliage Y4331 à 20°C peut assez précisément être décrite par une succession de lois, parabolique puis linéaire puis à nouveau parabolique:

- $\epsilon_p < 4,15 \cdot 10^{-2}$ :  $\sigma = K_1 \epsilon_p^{n_1}$  avec  $K_1=1012,83$  MPa, et  $n_1=0,177$ .
- $4,15 \cdot 10^{-2} < \epsilon_p < 7,69 \cdot 10^{-2}$ :  $\sigma = 576,49 + 2460,136 (\epsilon_p - 4,15)$  MPa
- $\epsilon_p > 7,69 \cdot 10^{-2}$ :  $\sigma = K_2 \epsilon_p^{n_2}$  avec  $K_2=1379,47$  MPa et  $n_2=0,285$

Pour l'alliage Y3296 à 320°C, on a pu distinguer deux régimes paraboliques :

- $\epsilon_p < 1,03 \cdot 10^{-2}$   $\sigma = K_1 \epsilon_p^{n_1}$  avec  $K_1=1733,32$  MPa et  $n_1=0,310$
- $\epsilon_p > 1,03 \cdot 10^{-2}$   $\sigma = K_2 \epsilon_p^{n_2}$  avec  $K_2=1150,55$  MPa et  $n_2=0,220$ .

### 2-8.4. Propriétés de ténacité à 20°C et à 320°C.

#### 2-8.4.1. Méthodes.

Dans le cadre de cette étude, la ténacité a été déterminée à 20°C pour l'alliage Y4331 et à 320°C pour l'alliage Y3296. Les courbes de résistance à la déchirure ont été déterminées sur des éprouvettes de type CT, dans

lesquelles des rainures latérales de 10% de l'épaisseur (et de rayon d'entaille 0,25 mm) sont usinées après la préfissuration. (cf Figure (2.18)). La procédure utilisée pour la préfissuration en fatigue, l'essai de déchirure et son dépouillement suit la norme EGF [2-25]. La longueur de la fissure de fatigue correspondait sensiblement dans tous les cas à  $a/w=0,55$ .

Les éprouvettes ont toutes été préfissurées à l'ambiante avec  $P_{max} < 0,32.P_I(a)$ , où la charge limite de l'éprouvette  $P_I$  est calculée en fonction de la longueur de la fissure  $a$ , selon la norme EGF [2-25]. La longueur de la fissure est mesurée sur les faces des éprouvettes, à l'aide d'un microscope.

Dans les deux cas la méthode utilisée est celle de l'éprouvette unique, avec des décharges partielles.

La complaisance de l'éprouvette permet de calculer la longueur de la fissure en cours d'essai selon le polynome  $a/W(y)$  (cf [2-28]) où :

$$y = \frac{1}{\sqrt{k C' + 1}}$$

où  $C'$  est la valeur de la complaisance de l'éprouvette. La valeur de  $k$ , théoriquement égale à  $B_e$ . E sera discutée ultérieurement. Dans certains cas, la longueur de la fissure de fatigue et de la fissure après déchirure a été mesurée après bleuissement thermique à 400°C.

La valeur de  $J$  est calculée selon la formule :

$$J = \frac{\eta_0 U}{B_n (W-a)}$$

Avec  $\eta_0 = 2,0 + 0,522(1 - a_0/W)$  et  $U$ , l'aire sous la courbe  $P-\delta$ , mesurée par la méthode des trapèzes. Le dépouillement ne prenait pas en compte la rotation des bras des éprouvettes, ni la croissance de la fissure en cours d'essai.

Dans les deux cas, le chargement se faisait en contrôle de déplacement, et la vitesse de déplacement de la traverse était de 1mm/mn.

Les particularités des essais sur les deux alliages sont rappelées ci-dessous :

- Alliage Y4331.

Les éprouvettes utilisées avaient un ligament  $W$  de 30 mm, et une épaisseur de 22,5 mm. Deux orientations de prélèvement ont été étudiées : le sens T-R et le sens R-T, où le premier indice donne la direction de traction et le deuxième la direction de propagation de la fissure.

L'ouverture  $\delta$  de la fissure est mesurée par un capteur à lames.

Le dépouillement était effectué comme on l'a rappelé ci-dessus avec  $k=B_e \times E$  où  $B_e=21,6$  mm et  $E=185\ 000$  MPa.  $E$  était ajusté pour retrouver par la formule la longueur de fissure initiale  $a_0$ , mesurée optiquement après bleuissement, lorsqu'elle était disponible.

- Alliage Y3296.

Pour cet alliage la largeur de l'éprouvette était de  $B=25$  mm et le ligament avait une longueur  $W=40$  mm.

La machine était équipée d'un four à résistance permettant le passage d'un extensomètre. Celui-ci mesurait l'ouverture de la fissure grâce à un capteur à lames placé à l'extérieur du four.

La mesure des gradients thermiques était conforme à ce que préconise la norme [2-25].

Le dépouillement a été effectué en ajustant  $k$  pour que la première lecture de complaisance permette de retrouver la longueur de fissure mesurée optiquement. On trouve alors,  $k=54.10^5$  pour l'éprouvette N° 2E et  $51.10^5$  pour l'éprouvette N° 2A.

#### 2-8.4.2. Résultats.

Les courbes de résistance à la déchirure sont données pour les deux alliages sur la Figure (2.19) (a) et (b).

Enfin, des exemples de profils de front de fissure sur chaque alliage sont montrés sur les Figures (2.20) et (2.21).

Compte tenu de la grande dispersion des résultats, nous n'avons pas calculé les valeurs conventionnelles de résistance à la déchirure.

#### 2-8.5. Discussion.

#### a- Commentaires.

Dans tous les cas à 20°C, la rupture en traction était de type fragile, avec très peu de striction. La surface de rupture est perpendiculaire à l'axe de traction, comme nous le verrons au chapitre 3.

Ces remarques sont identiques pour l'alliage Y3296 vieilli à 320°C.

En dépit de cela nous n'avons relevé aucune instabilité dans la propagation de la fissure lors de l'essai de déchirure, conformément à ce qui a été dit au chapitre 1.

Les mesures de  $\Delta a$  après bleuissement par la méthode optique, montrent que la mesure de l'avancée de fissure par complaisance sous-estime généralement la taille de la fissure. Ceci est probablement dû au facies très rugueux de la fissure de fatigue, qui induit un effet de fermeture importante.

Le profil du front de déchirure est généralement très déchiqueté, (cf Figure (2.20)).

Cette remarque, ainsi que la précédente concernant la mesure de  $\Delta a$ , font que les conditions de validité des essais selon la norme, ne sont généralement pas remplies. Cependant la forme du front, très irrégulière est un phénomène couramment observé sur ces matériaux. Meyzaud et al. [2-26] ont observé un front très irrégulier avec une avancée beaucoup plus importante dans une zone basaltique, par rapport à la partie de structure équiaxe de l'éprouvette.

Il est important également de noter que, dans de nombreux cas, la propagation était détectée pour des valeurs de  $J$  appliqué très faibles. Ces propagations ont notamment été confirmées par une section d'éprouvette déchargée après une faible prédéformation.

#### b-Effet du vieillissement.

Afin d'apprécier l'effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques des deux alliages de l'étude, nous avons reporté dans le tableau

2-15 les caractéristiques à l'état non-vieilli déterminées par Framatome ([2-1] et [2-24])

On observe des effets identiques à ceux qui ont été énoncés dans le cadre général du chapitre 1: La limite d'élasticité est légèrement augmentée, tandis que la ductilité, ( $A\%$  ou  $\Sigma\%$ ), est considérablement diminuée. L'écrouissage (qu'on peut apprécier par le rapport  $(R_m - R_{p0,2})/A\%$ ) est également augmenté par le vieillissement.

La résilience KCU à 20°C chute considérablement, passant de 187 à 7 J/cm<sup>2</sup> pour l'alliage Y3296, et de 172 à 30 J/cm<sup>2</sup> pour le Y4331. Cette propriété semble très sensible au vieillissement, probablement parce qu'il fait passer à 20°C du plateau "ductile" au plateau "fragile" de la courbe de transition.

Nous relevons le même paradoxe que celui que nous avons évoqué au chapitre 1 : La rupture semble fragile d'après les propriétés de traction et de résilience alors que, lors d'un essai de ténacité, la propagation de la fissure est stable et présente des caractéristiques ductiles.

## 2-9. Conclusions.

Dans ce chapitre, nous venons de présenter les deux matériaux faisant l'objet de l'étude. Nous avons d'abord étudié la microstructure des deux alliages, et nous avons commenté comment on peut trouver dans le procédé d'élaboration et dans la composition les raisons de leur formation.

- Dans les deux cas, la forte teneur en éléments alphas fait que la solidification se produit complètement en ferrite. Après la fin de la solidification, l'austénite apparaît par germination et croissance, formant une structure de Widmanstätten. Le traitement de mise en solution doit rééquilibrer la proportion de ferrite, mais celle-ci régresse à nouveau lors de la trempe, laissant derrière elle des profils de concentration caractéristiques de la transformation contrôlée par diffusion.

- La ferrite et l'austénite des deux alliages sont le siège d'une précipitation de carbures de Niobium, apparaissant probablement lors de la mise en solution et de la trempe.

-La ferrite possède une texture de solidification très marquée : ses axes cubiques sont orientés suivant les directions principales (L, R et T) du tube. L'austénite a également une texture qui dérive de celle de la ferrite par relation d'orientation de type Kurdjumov-Sachs. Des relations de ce type ont été observées en MET.

-L'alliage Y4331 a un taux de 20% de ferrite tandis que l'alliage Y3296 a entre 30 et 33% de ferrite (selon la méthode de mesure utilisée). L'espacement des brins de ferrite en section est cependant sensiblement le même dans les deux alliages, (de l'ordre de  $24 \text{ mm}^{-1}$ ).

-La dureté de la ferrite augmente considérablement par vieillissement. Elle atteint des valeurs de l'ordre de 524 HV50 pour le Y4331 et 711 HV50 pour le Y3296.

L'étude des propriétés mécaniques conventionnelles permet de faire ressortir deux traits caractéristiques :

-Les propriétés mécaniques les plus affectées par le vieillissement sont la résilience KCU et la ductilité. Après vieillissement, elles atteignent des valeurs assez basses, représentatives de matériaux fragiles.

- En dépit de faibles valeurs de ténacité relevées à l'amorçage, aucune instabilité n'a pu être détectée.

### CHAPITRE 3

#### ETUDE DES MECANISMES DE DEFORMATION ET DE RUPTURE : METHODES EXPERIMENTALES ET OBSERVATIONS QUALITATIVES.

##### 3-1. Introduction.

Ce chapitre est la première partie de l'étude des mécanismes de déformation et d'endommagement, qui en comporte deux.

Dans un premier temps, nous allons décrire les méthodes expérimentales, utilisées pour cette étude.

La deuxième partie de ce chapitre portera sur l'identification des modes de déformation et d'endommagement que nous avons pu observer sur les deux alliages et aux deux températures d'essai.

Le chapitre suivant portera l'attention plus particulièrement sur l'alliage Y4331, déformé à la température ambiante et sur l'étude quantitative des mécanismes de déformation et d'endommagement.

##### 3-2. Méthodes expérimentales.

###### 3-2.1. Essais à rupture.

###### 3-2.1.1. Alliage Y4331.

Sur cet alliage Y4331, nous avons effectué des essais à rupture sur des éprouvettes entaillées prélevées dans 4 directions différentes du tube : Les trois directions principales, R T et L, ainsi que dans la direction à 45° des axes R et T. Les dessins des éprouvettes entaillées orientées, suivant T, sont donnés à la Figure (3-1) (a). Dans tous les autres cas, les éprouvettes avaient une longueur de fût réduite, pour des raisons évidentes d'encombrement. Cependant, leur diamètre minimum était toujours de 10 mm. Leur

géométrie est montrée à la Figure (3.1) (b). Ces essais furent complétés par quelques essais avec les mêmes orientations, menés avec des éprouvettes lisses ayant un fût de diamètre réduit (Figure (3.1) (c)).

Afin d'étudier d'éventuels effets de taille, des éprouvettes de même géométrie que les AE10, mais homothétiques les unes des autres ont également été prélevées suivant l'axe L. Outre les éprouvettes AE10, deux autres tailles ont été utilisées:  $\Phi$  6mm et  $\Phi$  15mm, (cf Figure (3.1) (d)).

Tous ces essais ont été menés à la température ambiante, avec une vitesse de déformation de l'ordre de  $\dot{\epsilon} \approx 3.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

Toutes les éprouvettes étaient munies d'un extensomètre : longitudinal pour les éprouvettes lisses, et diamétral pour les éprouvettes entaillées, permettant de mesurer la variation de diamètre en cours d'essai (cf Figure (3.2)).

Les extensomètres étaient placés dans le sens R pour les essais de traction en sens T et L, dans le sens T dans le cas de traction suivant R, et dans le sens L, pour la traction à  $45^\circ$  de R et T.

Les courbes donnant la charge fonction de la contraction diamétrale sont données dans l'annexe N°1, pour la traction suivant T. Elles ne présentaient pas de changement de pente avant la rupture. Les dernières indications de l'extensomètre ont donc été utilisées pour mesurer la ductilité des éprouvettes entaillées:  $\epsilon_r = 2 \text{ Ln}(\phi_0/\phi_r)$ .

Pour les éprouvettes lisses, il y avait dans certains cas formation d'une striction. Dans ce cas nous indiquerons l'allongement  $\text{Ln}(l/l_0)$  au passage par le maximum de la charge et la valeur de la striction  $2 \text{ Ln}(\phi_0/\phi_r)$ ; sinon, nous reporterons l'allongement  $\text{Ln}(l/l_0)$  au moment de la rupture.

### 3-2.1.2. Alliage Y3296.

Une série d'essais a également été effectuée sur éprouvettes entaillées pour cet alliage. Toutes les éprouvettes ont été prélevées dans le sens T. Le

plan de ces éprouvettes est le même que pour l'alliage Y4331 dans le sens T (cf Figure (3.1)a).

Les essais étaient effectués à 320°C dans l'air. Les éprouvettes étaient chauffées par induction. L'inducteur hélicoïdal était séparé en deux et chauffait le fût droit de l'éprouvette de chaque côté de l'entaille. 5 thermocouples étaient disposés dans l'entaille selon le schéma de la Figure (3.3). L'essai n'était lancé qu'après stabilisation de la température. La différence de température entre deux thermocouples n'excédait pas 10°C.

Les vitesses de traction étaient les mêmes que pour l'alliage Y4331.

Un extensomètre diamétral était également utilisé pour mesurer les variations de diamètre dans le sens R.

Les courbes Force-Contraction diamétrale sont également montrées dans l'annexe N°1. La rupture dans tous les cas était brutale et, comme pour l'alliage Y4331, les dernières indications de l'extensomètre servaient à la détermination de la ductilité.

### 3-2.1.3. Analyse mécanique.

Parallèlement, nous avons effectué des calculs élastoplastiques par la méthode des éléments finis, simulant les éprouvettes entaillées, prélevées dans le sens T. Ces calculs sont détaillés dans l'Annexe N°1, où l'on peut notamment trouver le taux de triaxialité des contraintes au coeur de chaque éprouvette.

### 3-2.2. Essais interrompus.

#### 3-2.2.1. Essais interrompus sur éprouvettes entaillées.

Dans l'alliage Y4331, des éprouvettes entaillées ont été prédéformées à l'ambiante. Elles étaient prélevées dans le sens T du tube. Les conditions de prédéformation étaient les mêmes que lors des essais à rupture. En cours d'essai, la traction était interrompue, et les éprouvettes déchargées. Le niveau de déformation moyen à l'état déchargé, mesuré au projecteur de profil est donné dans le Tableau 3-1.

Chaque éprouvette a été coupée longitudinalement, perpendiculairement à la direction R, puis polie et attaquée ( au réactif de Murakami), pour révéler la ferrite. La zone de l'entaille a ensuite été photographiée au grandissement 60X en champs jointifs. L'examen à la loupe des clichés permet de relever la position des fissures de clivage par rapport au centre de l'entaille. Par symétrie, les points des quatre cadrans ont été reportés sur un seul quart de section.

Les résultats correspondants à des éprouvettes déformées à des taux voisins ont été superposés. Il en va ainsi des résultats relatifs aux éprouvettes AE10 1C et 5C, AE4 4D et 4E, et AE2 4C et 4A.

### 3-2.2.2. Essais interrompus sur éprouvettes lisses.

Toujours dans le but d'étudier la germination des fissures de clivage et son hétérogénéité avec la déformation, nous avons également réalisé des essais interrompus sur des éprouvettes lisses. Trois types d'essais ont été menés sur l'alliage Y4331:

#### a- Essais interrompus sur éprouvettes axisymétriques.

Des essais de traction sur diverses éprouvettes entaillées ont été interrompus à des niveaux de déformation différents. Les éprouvettes ont ensuite été observées en section. La méthodologie de ces essais est identique à celle des essais sur éprouvettes entaillées. Les niveaux de prédéformation sont indiqués dans le Tableau 3-2.

Les éprouvettes ont été coupées longitudinalement, dans le plan perpendiculaire au sens R. Le plan de section a ensuite été poli au diamant jusqu'à 1  $\mu\text{m}$ , puis attaqué au réactif de Murakami. La surface à analyser a ensuite été micrographiée en champs jointifs au grandissement 60X. Les coordonnées du centre de toutes les fissures du champ analysé étaient ensuite digitalisées à l'aide d'une table traçante HP 7470A, et stockées sur disquette.

Ces sections métallographiques ont servi d'une part à mesurer le nombre de fissures par unité de surface, et d'autre part à chercher des relations entre la présence de fissures et l'orientation cristalline locale de l'austénite.

b- Un essai "pas à pas" sur une éprouvette plate.

Toujours dans le but d'observer les fissures de clivage, nous avons réalisé un essai durant lequel l'éprouvette était déchargée, démontée, observée puis remontée sur la machine de traction pour un incrément de traction supplémentaire.

L'éprouvette (repère 9H<sub>1</sub>) avait un fût rectangulaire, (cf Figure (3.1) (e)). Une des grandes faces avait été préalablement polie et légèrement attaquée (Réactif à l'acide oxalique). Nous avons alors gravé au trusquin sur cette face, une grille de repérage avec des carreaux de 4 mm. Cette face a alors été micrographiée au grandissement 50X pour obtenir une carte permettant de localiser la position des fissures de clivage dans la suite de l'essai. La normale de cette face était orientée dans le sens R, i.e. dans le sens des grains colonnaires. La traction avait lieu dans le sens T.

Les niveaux de déformation plastique atteints après chaque pas sont donnés dans le Tableau 3-3.

Après chaque démontage, l'éprouvette était observée pour localiser les fissures de clivage sur la surface polie. Jusqu'au pas N° 2 les observations pouvaient être faites en microscopie optique. L'éprouvette était balayée au grandissement 100X, et chaque fissure rencontrée était localisée sur la carte de l'état initial.

Pour les deux derniers pas, la surface était devenue trop irrégulière, et l'observation a dû être réalisée en microscopie électronique à balayage (MEB), en dépit du contraste bien plus mauvais que l'on obtient entre la ferrite et l'austénite. Après rupture de l'éprouvette, les deux demi-éprouvettes ont été observées, et le trajet de la fissure a pu être reconstitué. Enfin, de la même manière que précédemment, les coordonnées des fissures sur la carte initiale après chaque incrément de traction ont été numérisées.

c- Essai interrompu sur éprouvette plate.

Afin d'étudier les modes de déformation, (glissement simple ou multiple), de l'austénite, nous avons mené un essai interrompu après 3,5% de déformation plastique. L'éprouvette (repère 9H2) était du même type que dans l'essai précédent. La face perpendiculaire au sens R avait été préparée de la manière suivante :

- Polissage mécanique au diamant jusqu'à 3  $\mu\text{m}$ , puis polissage à l'alumine jusqu'à 0,05  $\mu\text{m}$ .

- Polissage électrolytique (acide oxalique 10% à 20°C, 6 V pendant 30 s). Ce polissage a également pour effet de révéler la ferrite.

Après 3,5% de déformation plastique, l'éprouvette a été déchargée. Nous avons alors observé en microscopie optique la face préalablement polie. Nous pouvions y distinguer des zones où l'austénite était clairement en glissement simple, d'autres clairement en glissement double, et enfin des zones "mixtes", où la nature du glissement n'était pas bien déterminée, et variait d'une bande d'austénite à l'autre.

Seules les zones des deux premiers types ont été conservées pour cette étude.

En utilisant les lignes de glissement déjà présentes à la surface et, au besoin, en introduisant de nouvelles à l'aide d'indentations de microdureté, nous avons orienté le cristal d'austénite dans ces zones par rapport à l'éprouvette, avec la méthode manuelle décrite dans l'Annexe N°3. *De cette manière nous pouvons établir une corrélation entre l'orientation cristalline de l'austénite et le mode de glissement qu'elle prend après 3,5% de déformation.*

### 3-2.3. Etude de la densité des fissures de clivage.

Comme nous le verrons dans le paragraphe 3-3, la répartition de l'endommagement est très hétérogène. Sur une micrographie, il apparaît sous forme d'amas de fissures de clivage.

Il nous fallait mesurer l'intensité de l'endommagement, en déterminant la densité surfacique des fissures de clivage, c'est à dire le nombre de fissures par unité d'aire.

### 3-2.3.1. Mesures de densités surfaciques sur masques.

Une manière de mesurer ce paramètre est la méthode de la moyenne mobile. On déplace un masque d'aire donnée sur les micrographies, et on affecte au point central du masque, le rapport du nombre de fissures par l'aire du masque, en guise de valeur locale de la densité surfacique de fissures.

Dans un premier temps, comme la taille des amas est de l'ordre du mm, nous avons effectué une série de mesures avec un masque de  $1 \text{ mm}^2$ . Les micrographies utilisées étaient les mêmes que celles qui ont servi pour l'étude de l'apparition des fissures de clivage au cours d'essais sur éprouvettes entaillées (cf paragraphe 3-2.2.a). Les valeurs du nombre de fissures par unité d'aire étaient affectées au centre du masque, puis reportées sur un graphe en fonction de la déformation plastique cumulée, calculée par MEF au point de Gauss le plus proche de ce point.

Cependant, la distribution des valeurs locales dépend de la taille de masque utilisée. Cette dernière n'affecte pas la moyenne de la distribution, mais a un effet sur la dispersion (cf [3-1]).

Dans le cas extrême, si le masque est plus petit que les fissures elles mêmes, il ne pourra y avoir dans le masque que 0 ou 1 fissure, et la distribution de densité surfacique de fissures ne comportera que deux valeurs extrêmes 0, ou  $1/A$ , où  $A$  est l'aire du masque.

Le choix de la taille du masque est cependant arbitraire.

De plus la coalescence des fissures est un phénomène local qui ne concerne que quelques cavités. A l'intérieur des amas, les cavités sont séparées par des distances de l'ordre de l'espacement inter-ferrite (environ  $30 \mu\text{m}$ ). Mesurer une moyenne à l'échelle du mm va donc masquer les valeurs locales les plus élevées, à échelle plus basse. En revanche, en dehors des amas de fissures, pour la raison inverse, l'échelle de  $30 \mu\text{m}$  n'est plus adaptée à la mesure de dispersion de fissures distantes de plusieurs  $1/10$  mm. Cette méthode n'est donc pas entièrement satisfaisante.

### 3-2.3.2. Cellules de Voronoï.

La méthode utilisée pour pallier cette difficulté consiste à ne pas perdre d'information, en mesurant la position de toutes les fissures. Cette phase, assez fastidieuse, a été accomplie comme nous l'avons dit plus haut, en travaillant sur des micrographies en champs jointifs, couvrant des surfaces d'analyse importantes. Les coordonnées de toutes les fissures étaient ensuite numérisées en utilisant une table traçante HP 7470A , équipée d'un pointeur en fibre optique, (précision de l'ordre du 1/10mm), et d'un programme d'acquisition des coordonnées.

La taille des fissures ne peut pas être mesurée ainsi. Elle sera déterminée séparément.

La seconde étape consiste à tirer des données ainsi obtenues, les valeurs de densité surfacique de fissures recherchées. Nous avons alors tracé les cellules de Voronoï des centres des fissures :

On peut tracer autour de chaque fissure un polygone qui enveloppe les points du plan qui sont plus proches du centre de cette fissure que de toute autre fissure. Chaque polygone contient une seule fissure, et est le plus petit polygone délimité par les médatrices des segments joignant son centre au centre des autres fissures. Un programme informatique a été développé pour calculer ces cellules, avec pour données les positions des centres des fissures. Le principe en est brièvement expliqué dans l'annexe N°3.

On peut alors définir des grandeurs locales à l'intérieur de chaque cellule. Par exemple, le nombre de fissures par unité d'aire dans la cellule N° i devient alors  $1/A_i$ , où  $A_i$  est l'aire de cette cellule, puisque chaque cellule ne contient qu'une fissure. Cette méthode nous donne donc une distribution des  $N_{a_i} = 1/A_i$ , qui ne dépend pas d'un paramètre arbitraire comme la taille d'un masque de mesure.

### 3-2.4. Méthodes de mesure de la taille des fissures de clivage.

La taille des fissures de clivage était également un paramètre dont nous avons eu besoin. Nous avons utilisé deux méthodes pour tenter de la mesurer.

#### 3-2.4.1. Mesures en section de la longueur des fissures.

La première méthode consiste simplement à mesurer la taille des fissures dans un plan de section métallographique. Sur une éprouvette rompue, une zone d'endommagement dense (un "amas de fissures") était sélectionné puis cartographié. La méthode de mesure était identique à celle qui nous a servi au § 2-3.3.2 b pour la mesure de la taille de la ferrite, à la seule différence que l'échantillonnage ne pouvait plus être régulier. Toutes les fissures du champ des micrographies étaient mesurées, au niveau du plan de clivage qui lui a donné naissance (et non au niveau de l'émoussement dans l'austénite). Le traitement statistique des données est détaillé en Annexe N° 5. Comme nous le verrons alors, cette méthode ne donne pas entière satisfaction. Nous avons dû procéder à des mesures directes de l'aire des fissures.

#### 3-2.4.2. Mesure directe de l'aire des fissures.

Il est très difficile de déceler sur la surface de rupture d'une éprouvette rompue à l'ambiante, les limites des microfissures de clivage. Nous avons donc effectué une expérience originale sur l'alliage Y4331 pour bien les mettre en évidence:

L'expérience consiste à prédéformer une éprouvette de type AE10 à la température ambiante. Nous verrons un peu plus loin que la déformation entraîne la formation de fissures de clivage dans la ferrite. Cette éprouvette est alors soumise à un traitement thermique à 600°C pendant 1 heure (sous argon). Ce traitement a pour effet de restituer à la ferrite sa ductilité d'avant vieillissement. Puis l'éprouvette est finalement rompue.

Tout d'abord, une éprouvette témoin, n'ayant pas subi de prédéformation a été traitée puis rompue. Nous avons ainsi vérifié que le traitement thermique supprimait tout risque de clivage. (En fait nous avons trouvé 5 fissures de clivage sur toute la surface de l'éprouvette. Ce nombre

est extrêmement faible, comparé à celui que l'on trouve après prédéformation).

Enfin, deux éprouvettes ont été prédéformées à des niveaux de déformation différents, donnés dans le Tableau 3-4.

Après rupture, les fissures de clivage étaient clairement visible, "figées" à la taille atteinte lors de la prédéformation, et entourées de facies de type ductile (cf § 4-7.11).

De nombreuses fissures furent alors photographiées en microscopie électronique à balayage. (Afin de corriger d'éventuelles distorsions introduites par le microscope, des micro-grilles étalons furent également photographiées, et les facteurs correctifs du grandissement ont pu être calculés).

D'après les clichés, le contour de chaque fissure de clivage était soigneusement décalqué. Enfin, à l'aide d'un analyseur d'images, équipé d'un caméra vidéo, nous avons procédé à l'acquisition de ces images sous forme numérique, puis à un traitement informatique permettant de déduire l'aire de la silhouette, ainsi que les diamètres tangents dans deux directions.

### 3-2.5. Méthode d'orientation de l'austénite.

Un des paramètres microstructuraux que nous avons étudiés intervenant dans le processus d'endommagement est l'orientation cristalline de l'austénite par rapport à l'axe de traction.

Nous avons déjà évoqué une méthode numérique d'orientation de cristal au chapitre 2. Les expériences du chapitre 3 ayant été réalisées antérieurement, la méthode utilisée était alors manuelle. Il s'agit de celle décrite par Barrett et al. [3-2], qui est également rappelée dans l'Annexe N°3.

### 3-3. Mécanismes de déformation et de rupture : observations et identification.

Dans ce paragraphe, nous allons commencer par identifier les mécanismes de déformation et d'endommagement dans les deux matériaux

étudiés. Cette phase précède celle plus systématique, de l'étude de l'influence des paramètres mécaniques et microstructuraux sur ces mécanismes, exposée dans le chapitre suivant.

### 3-3.1. Alliage Y4331 à 20°C. Modes de déformation.

Les modes de déformation ont été étudiés en majeure partie sur l'alliage Y4331 à l'ambiante et à 320°C, en traction dans le sens T, essentiellement en ayant recours à des observations de surface, ainsi qu'à des sections métallographiques, à l'aide de réactifs révélant les lignes de glissement. Certaines conclusions importantes, concernant notamment le maclage, ont cependant été confirmées par quelques analyses en microscopie électronique en transmission, effectuées par Cozar [3-3].

#### 3-3.1.1 Ferrite.

Le mode de déformation le plus fréquemment rencontré dans la ferrite, est le *glissement sinueux*. Ce mode de glissement est facilement identifiable en observation de surface notamment, où il prend la forme du "pencil glide", ou glissement en crayon, comme on peut le voir sur la Figure (3.4). Comme nous l'avons signalé dans le chapitre 1, le glissement sinueux est un mécanisme fréquent dans les métaux de structure cubique centrée, qui a également été observé dans les aciers ferritiques riches en chrome, vieillis (cf § 1-2.2.3.).

Nous avons également observé un mode de glissement beaucoup plus plan. Un exemple est donné à la Figure (3.5). On pourrait confondre les bandes très droites qu'on observe à la surface de la ferrite, avec de fines macles. Cependant le décrochement important de l'interface  $\delta/\gamma$  causé par l'émergence de ces bandes rapporté à l'épaisseur de la bande, indique que le cristal a glissé de part et d'autre de la bande plutôt qu'il ne s'est déformé par maclage.

Après une opération de martelage à la température ambiante, déformant le matériau de 30%, on peut observer sur une surface polie et attaquée à l'acide oxalique, un grand nombre de ces glissements plans dans la ferrite, comme on peut le voir sur la Figure (3.6), (dans laquelle ce type de glissement plan

coexiste avec du glissement sinueux). De plus Cozar [3-5] a observé en MET un joint de faible désorientation dans la ferrite, causé par une intense déformation dans une bande formée le long de plans [110] (cf Figure (3.10)). Ces observations sont cohérentes avec certaines observations de la littérature que nous avons rappelées dans le chapitre 1, selon lesquelles le vieillissement des aciers ferritiques favorisait le glissement plan dans les plans {110}.

Enfin, le dernier mode de déformation de la ferrite mis en évidence à l'ambiante est *le maclage*. On peut l'observer sur une surface polie avant déformation, sous la forme de larges bandes parfois lenticulaires. (cf Figures (3.7) à (3.9)). Des observations en MET [3-5] ont permis de confirmer que ces bandes étaient bien des macles comme on le voit sur la Figure (3.10).

Comme nous l'avons dit dans le chapitre 1, le maclage est un phénomène qui a été fréquemment observé dans des aciers ferritiques riches en Cr, vieillis. Il a cependant été plus rarement identifié dans des aciers austéno-ferritiques. Magnin [3-14] l'observe dans un acier à 50% de ferrite non vieilli, en chargement cyclique. Cet auteur estime que le maclage est responsable de l'amorçage des fissures dans la phase  $\delta$  pour de fortes amplitudes de déformation. Comme nous le verrons plus loin, ce mécanisme joue, en effet, un rôle important dans l'amorçage de fissures de clivage dans la ferrite.

### 3-3.1.2. Austénite.

L'observation des modes de déformation dans l'austénite n'a pu être faite qu'en surface, par manque de réactif métallographique révélant les traces de déformation en section. La surface d'une éprouvette préalablement polie puis déformée, paraît au premier abord extrêmement confuse. On peut cependant distinguer différents phénomènes.

Tout d'abord, à l'échelle du mm, on peut distinguer des zones où le glissement est homogène, qu'il soit simple ou multiple. De telles zones sont représentées en Figure (3.11) et (3.12). Ces zones correspondent très certainement à des grains austénitiques. Comme on peut le voir sur la

Figure (3.4), certaines zones d'austénite peuvent rester en glissement simple jusqu'à la rupture de l'éprouvette (i.e.  $\epsilon \approx 20\%$ ).

Après seulement 3,5% de déformation le glissement apparaît sous forme de *lignes de glissement bien rectilignes, plus ou moins épaisses*. On note sur la Figure (3.13) le détail de ces lignes dans le cas d'une zone en glissement simple, et à la Figure (3.14) dans le cas où le glissement est multiple. On note souvent dans ce dernier cas, que les différents systèmes de lignes se coupent et se dévient mutuellement, ce qui signifie que les systèmes de glissement correspondants agissent simultanément sans se "gèner". On peut également observer des lignes de glissement en chevron (cf Figure (3.15)). Dans ce cas, il est clair que les deux systèmes interagissent l'un sur l'autre. Ce phénomène pourrait être interprété comme du glissement dévié. Cependant, ce serait contradictoire avec la présence de glissement parfaitement plan sur des distances de plusieurs dizaines de microns dans des zones voisines. De plus, comme nous le verrons un peu plus loin, l'austénite a certainement une énergie de faute d'empilement (EFE) relativement basse, de l'ordre de  $20 \text{ mJ/m}^2$ , et qui devrait donc s'opposer à la recombinaison des dislocations partielles, nécessaire au glissement dévié.

Enfin, un troisième mode de déformation observé dans l'austénite est le *maclage*. A la surface d'une éprouvette déformée, on peut observer la présence de fines lentilles, à travers lesquelles les lignes de glissement sont déviées (cf Figure (3.16)).

Ces macles de déformation ne doivent pas être confondues avec ce qui est très probablement des macles de recuit, qui apparaissent comme des bandes plus larges, à travers lesquelles les lignes de glissement sont également déviées, comme on le voit sur la Figure (3.17).

La présence de ces macles à l'état déformé a d'ailleurs été confirmée par les observations en MET [3-3], comme on peut le voir sur la Figure (3.18). Le maclage dans les cristaux CFC est un mode de déformation qui nécessite une basse énergie de faute d'empilement. Ce paramètre dépend principalement de la composition chimique de la phase, et de la température.

On peut trouver dans la littérature [3-5], des données concernant la valeur de l'EFE en fonction du Ni et du Cr (cf Figure (3.19)). On note que, pour les teneurs moyennes en Cr (19,7%) et en Ni (11,7%) mesurées à la microsonde dans cet alliage, l'austénite aurait bien une EFE faible de l'ordre de 20 mJ/m<sup>2</sup>. Selon Remy et al. [3.15], La déformation par maclage peut se produire pour des énergies de faute d'empilement aussi faibles. (Nous devons cependant rappeler que l'austénite contient sensiblement 2,3% de Mo et 1,18% de Si dont nous ne connaissons pas l'effet sur l'EFE).

La transformation martensitique induite par plasticité est également un mode de déformation ayant lieu pour des EFE encore plus basses [3.6]. Nous rappelons que, dans la littérature, un tel mode de déformation a également été mis en évidence [3-7] ( cf § 1-3.4); cependant nous ne l'avons jamais observé.

### 3-3.1.3 Interface.

A l'interface entre les deux phases, on a pu noter différents types de comportement. Dans de nombreux cas, les lignes de glissement finissent leur trajet contre l'interface, sans que rien n'apparaisse dans la ferrite de l'autre côté, comme on peut le voir par exemple sur la Figure (3.20) en A. La ferrite doit alors être soumise à une *contrainte due à l'incompatibilité de déformation avec l'austénite*. Nous avons observé trois manières de relaxer cette contrainte:

-La première consiste à déclencher au voisinage de l'austénite un glissement exactement "opposé" au premier, et qui va donc annuler la déformation de l'austénite au voisinage de l'interface. Dans ce cas, les lignes de glissement s'estompent avant d'atteindre l'interface, comme on peut bien le voir sur la Figure (3.20) en B. Dans ce cas la ferrite est entourée d'une coque d'austénite de quelques 8 à 10 microns non déformée. Une variante de ce mécanisme consiste à émettre un second système qui, sans l'annuler complètement, diminuera l'incompatibilité de déformation à l'interface. C'est ce qu'on peut voir dans la zone de glissement simple de la Figure (3.13) en A.

Cependant, il paraît raisonnable de penser que le glissement multiple que l'on voit s'étendre sur des surfaces plus grandes, pas nécessairement au voisinage de l'interface, est le résultat du même phénomène. En effet 3,5% de déformation n'est pas suffisant pour entraîner une rotation de réseau qui amènerait un second système de glissement à se déclencher dans presque tous les grains. La présence de ce glissement multiple ne s'expliquerait alors que par l'introduction d'une contrainte parasite, due à la différence de déformation plastique entre les deux phases. Si cette contrainte a une portée de l'ordre de la distance entre brin de ferrite, l'émission de lignes de glissement secondaire dans l'austénite ne se ferait alors pas nécessairement à partir de l'interface.

-Un second mode de relaxation de cette contrainte d'incompatibilité consiste à émettre des macles dans l'austénite, au voisinage de l'interface. Il a en effet été observé en MET [3-3], que l'interface  $\alpha/\gamma$  est la siège d'un maillage dense et très fin (cf Figure (3.21)). On peut l'expliquer en relation avec la remarque faite plus haut au sujet de l'EFE dans l'austénite, en notant que dans les profils de composition en Cr et Ni, que nous avons montrés au chapitre 2, la zone d'austénite près de l'interface était plus riche en Cr et plus pauvre en Ni que la moyenne. L'EFE près de l'interface serait donc plus faible encore que la moyenne. Cet effet, ajouté au fait que les empilements de dislocations contre l'interface, du système de glissement principal, produisent des contraintes très supérieures à la contrainte moyenne, fait que les conditions sont réunies pour produire du maillage.

-Un troisième mode de relaxation consiste à déclencher un glissement, dans la ferrite cette fois. Ce mécanisme est particulièrement net sur la Figure (3.22), où l'on voit des lignes de glissement de l'austénite transpercer la ferrite.

Cependant, bien des cas de ce type sont ambigus, car il est difficile de savoir quel est le glissement qui a déclenché l'autre. Dans le cas de la Figure (3.22), cependant, on note deux populations de lignes de glissement dans l'austénite. Certaines sont fines et serrées; les autres, celles qui prolongent le glissement de la ferrite, sont épaisses et plus hétérogènes. On peut alors imaginer que le glissement s'est d'abord effectué dans l'austénite formant la première famille de lignes. Puis la ferrite s'est déformée de manière

hétérogène, en formant à l'interface, des marches, comme celles que nous avons vues plus haut sur la Figure (3.5). L'adaptation de l'austénite aux marches ainsi formées s'est faite en déclenchant un glissement intense, dans le prolongement du glissement de la ferrite.

L'interprétation de la Figure (3.23) est la même. On note en plus, dans ce cas, que si les brins de ferrite sont suffisamment proches les uns des autres, le glissement intense dans l'austénite causé par celui de la ferrite, peut à son tour déclencher le glissement d'un brin de ferrite voisin, et ainsi de suite. La déformation semble alors se localiser dans des bandes larges et espacées. Il faut également faire une remarque sur ces deux derniers clichés : *La localisation de la déformation dans des bandes traversant l'austénite et la ferrite est facilitée dans ce cas par le fait que les plans de glissement dans les deux phases sont parallèles. Bien qu'il soit difficile de l'affirmer d'après une simple vue en section, ceci est rendu possible si les deux phases sont en relation de Kurdjumov et Sachs, comme nous l'avons vu dans le chapitre 2. Dans ce cas un des systèmes de glissement d'une phase est en coïncidence avec un système de glissement de l'autre phase. La transmission de la déformation d'une phase à l'autre dans ce système de glissement, doit s'accommoder uniquement de la différence de paramètre de maille, qui est très faible comme on l'a vu au chapitre 1, et bien sûr de la forte friction de réseau de la ferrite.*

*Pour résumer ce paragraphe, nous pouvons dire que lorsque l'incompatibilité de déformation entre les deux phases ne peut pas être relaxée par du glissement de la ferrite, alors apparaît un second mode de déformation dans l'austénite (maclage ou glissement secondaire). Ceci explique la mise en action de plusieurs systèmes de glissement pour de très faibles déformations plastiques.*

### 3-3.2. Mécanismes d'endommagement de l'alliage Y4331 à 20°C.

Un des moyens d'observation et d'identification des mécanismes d'endommagement et de rupture est la microfractographie, en microscopie électronique à balayage. Cette technique est très riche en informations.

Cependant il faut avoir à l'esprit qu'elle ne donne qu'une image en projection d'un faciès de rupture en trois dimensions. De plus elle ne dévoile que ce que la fissure finale a laissé sur son passage. Les mécanismes intermédiaires, ne peuvent être révélés que grâce à des coupes transversales, d'éprouvettes rompues ou d'éprouvettes prédéformées. C'est en combinant ces trois techniques, et celle des observations de surface déjà évoquée, que nous pouvons nous faire une idée qualitative de la succession des mécanismes menant à la rupture.

### 3-3.2.1. Microfractographie et observations sur sections.

La microfractographie sur l'alliage Y4331 rompu à 20°C, révèle que la surface de rupture comporte essentiellement du clivage de la ferrite, comme on peut le constater sur la Figure (3.24). L'austénite n'est présente que sous la forme de fines zones ductiles entre les plages clivées, n'occupant qu'une faible portion de la surface rompue. Cette vue est, en fait, un effet de perspective. Si l'on observe la surface de rupture presque perpendiculairement à l'axe de traction, comme c'est le cas à la Figure (3.25), on ne voit que de l'austénite rompue par cisaillement, joignant des marches horizontales de ferrite clivée, pratiquement invisibles sous cet angle.

En section, on confirme facilement cette interprétation : comme on le voit bien sur la Figure (3.26), la surface passe bien par de la ferrite clivée, occupant le fond de cupules, ou formant les plans horizontaux de "marches d'escalier". L'austénite joint ces marches en formant les parois verticales qui les séparent. Sur des micrographies au grandissement 200X de la totalité de la section de l'éprouvette N° 2G, nous avons mesuré, avec un curvimètre, la fraction de longueur occupée par de l'austénite. Nous avons trouvé que 73 % de la ligne de rupture traversait de l'austénite. *Cette mesure, bien qu'elle soit imprécise, montre bien que le trajet de la fissure ne passe pas préférentiellement dans la phase ferritique.*

Un examen attentif de la surface de rupture, montre que les plans de clivage sont parcourus par de nombreuses stries très géométriques (cf Figure (3.27)(a)). Plusieurs auteurs ([3-8] et [3-9]) attribuent ces décrochements au

maclage de la ferrite. De fait, on peut trouver sur les plans de clivage, des illustrations de déviations des plans de clivage par des macles, également appelées languettes, comme on peut le voir sur la Figure (3.27). Les stries sont sans doute la manifestation du même phénomène. Les orientations de ces stries sont en effet parallèles aux traces de la languette dont nous venons de parler. Lorsque deux familles de stries sont présentes, elles font un angle de  $90^\circ$  entre elles. Compte tenu de l'orientation générale de ces traces par rapport aux directions de l'échantillon, à  $45^\circ$  des axes R et L par exemple, il s'agit sans doute de directions  $\langle 011 \rangle$ . Les plans de maclage de type  $\{112\}$  peuvent couper les plans de clivage le long de telles directions (cf Annexe N°2).

### 3-3.2.2 Amorçage des fissures de clivage à l'intersection de macles.

Il est difficile de dire, d'après la seule information fractographique, si le maclage joue un rôle d'initiateur du clivage, ou s'il accompagne la propagation de la fissure. Levasseur [3-10] donne les conditions géométriques pour que le croisement de deux macles puisse amorcer un clivage. Il faut notamment, que l'intersection des deux plans de maclage soit une droite de type  $\langle 110 \rangle$ , contenue dans le plan de clivage. Cependant, Priestner [3-11], montre que les contraintes nécessaires pour faire propager une macle, ou une fissure de clivage sont du même ordre. Il est difficile de savoir quel est celui qui accompagne l'autre.

Dans notre cas, nous avons cependant observé directement l'amorçage de fissures de clivage à partir de l'intersection de macles. La Figure (3.9) déjà évoquée plus haut, en est un bon exemple. De plus cette figure révèle la présence de nombreuses traces de plans cristallins que nous avons pu orienter avec la méthode de Barrett (cf Annexe N°4). Le résultat est montré sur la figure (3.9) (b).

L'orientation correspond bien à la condition posée par Levasseur et, de plus, est en bon accord avec la texture de la ferrite. L'intersection d'une macle avec une interface  $\alpha/\gamma$ , peut semble-t-il, donner naissance à un embryon de fissure comme on le voit sur la Figure (3.8). La fissure ne semble cependant pas être localisée dans un plan cristallin.

En règle générale, les fissures de clivage se propagent jusqu'à l'interface. Dans de nombreux cas cependant, les embryons de fissures étaient stables. On note par exemple un embryon de fissure stable à l'intersection de deux macles sur la Figure (3.28) (a), après 3,2% de déformation, lors de l'essai pas à pas. La même fissure a pu être observée au pas suivant (cf Figure (3.28) (b)), où elle n'avait toujours pas atteint l'interface. Le glissement émis en pointe de fissure, ainsi que dans l'austénite proche, contribue à stabiliser la fissure.

Toutes ces observations ne sont pas sans nous rappeler celles de Lagneborg, évoquées au § 1-2.2.3, selon lesquelles des embryons de clivage stables, créés à l'intersection de macles, avaient été trouvés dans un acier ferritique vieilli.

### 3-3.2.3 Amas de fissures.

Un point essentiel à souligner à propos de ces fissures est que leur distribution n'est pas homogène. Elles forment des amas. En effet, comme on peut le voir sur la Figure (3.29), dans une éprouvette de traction simple où l'état de contrainte et de déformation est homogène, un amas de fissures s'est formé dans une zone de l'ordre du mm, tandis que les zones adjacentes sont sans endommagement.

Etant donné l'importance de cette agrégation dans le processus de coalescence et d'amorçage d'une macrofissure, nous reviendrons sur ce phénomène, en lui consacrant une étude particulière.

### 3-3.2.4 Croissance des fissures.

Les fissures traversant la ferrite vont s'ouvrir par déformation plastique de l'austénite.

On note sur la Figure (3.30) que la croissance se fait également par émission d'un faible nombre de systèmes de glissement. C'est sans doute la raison pour laquelle les cavités ainsi formées ont souvent une forme géométrique avec des points anguleux, (cf Figure (3.31) en A).

*L'état de contrainte microscopique a probablement une grande importance sur la croissance latérale des cavités.* La cavité de la Figure (3.31)

provenait du coeur d'une éprouvette lisse rompue. La Figure (3.32) montre la surface d'une éprouvette du même type. On note que la croissance latérale des cavités dans ce dernier cas y est beaucoup moins forte. On peut imaginer que, pour résister à la forte contraction latérale de l'austénite lorsqu'elle se plastifie, le réseau ferritique plus dur va développer des contraintes latérales, qui vont favoriser la croissance de fissures. Ces contraintes latérales sont évidemment beaucoup moins fortes à la surface libre.

### 3-3.2.5. Amorçage d'une fissure macroscopique.

La coalescence des cavités se fait parfois par striction des ligaments entre clivage (cf Figure (3.31) en B). Nous n'avons vu ce mécanisme que lorsque les fissures de clivage étaient très proches les unes des autres. Autrement, la déformation se localise dans de très fines bandes d'austénite, pour former les parois cisillées.

Un exemple de cette localisation dans l'austénite est donné à la Figure (3.33).

Elle s'accompagne alors d'une croissance "hypertrophique" des quelques cavités ainsi reliées. On peut alors parler d'amorçage d'une fissure macroscopique comme on peut le voir dans une éprouvette AE4, sur la Figure (3.34).

Partout où nous avons pu l'observer, l'amorçage avait eu lieu dans un de ces amas de fissures dont nous avons parlé plus haut. Cependant, il est important de remarquer à ce sujet que l'amorçage montré sur la Figure (3.34) est apparu à 1,6 mm de la surface de l'entaille. Le site d'amorçage dans le cas de la rupture ductile "classique", contrôlé par la croissance de cavités est généralement au centre de l'entaille, où le taux de croissance des cavités est maximum, comme nous l'avons vu dans le paragraphe 3-3, (cf [3-12] et [3-13] par exemple). Nous reviendrons sur ce point important dans le chapitre 4.

L'austénite contient peu de cupules. Une analyse par dispersion de rayons X (EDAX) a révélé que ces petites cupules (<1  $\mu\text{m}$ ), étaient souvent formées sur des précipités riches en Nb (cf [3-14]).

La propagation d'un défaut ainsi amorcé n'a pas pu être observée, étant donné sa nature brutale. On note cependant que, une fois sortie de l'amas de clivages qui lui a donné naissance, la macro-fissure se propage en laissant un sillage d'endommagement très étroit, de l'ordre de 50  $\mu\text{m}$ . (cf Figure (3.26)).

### 3-3.2.6 Aspect macroscopique des surfaces de rupture.

L'aspect macroscopique des facies peut nous renseigner sur les mécanismes qui ont lieu à l'échelle du mm.

En règle générale la fissure principale est perpendiculaire à l'axe de traction. Dans les éprouvettes entaillées elle ne traverse pas forcément la section minimale, et n'est généralement pas plane (cf Figure (3.35) et (3.36)).

Le point le plus intéressant concerne le grain ferritique, dont on peut voir les facettes de clivage briller. Sa taille est importante, sa forme et son orientation, allongées dans le sens R, est conforme à la macrographie du chapitre 2 (voir Figure (3.36)).

La rupture est sans striction pour l'éprouvette lisse et, dans tous les cas, sans formation de "cône et cratère" ni "double cône", ce qui la différencie de la rupture ductile, contrôlée par de la croissance de cavités .

### 3-3.3. Alliage Y4331 à 320°C: Déformation et endommagement.

A 320°C les observations de surface sont rendues beaucoup plus difficiles à cause d'une couche d'oxyde, couvrant toute la surface. Nous n'avons donc utilisé que la microfractographie et les coupes pour identifier les mécanismes. Quelques observations en MET ont également été effectuées par Cozar [3-3]. Cependant les mécanismes de déformation n'ont pas pu être étudiés autant dans le détail que pour la température ambiante.

#### 3-3.3.1. Austénite.

La MET a révélé que le maillage était toujours un mécanisme de déformation de l'austénite, actif à 320°C. On sait que dans les aciers

inoxydables, l'EFE est une fonction croissante de la température. On trouve notamment dans [3-6] que pour un système Fe-19Cr-12Ni, (ce qui est proche Fe-19Cr-12Ni des teneurs en Cr (19,7%) et Ni (11,7%) mesurées dans l'austénite de l'alliage Y4331), le taux de variation de l'EFE avec la température est de l'ordre de 0,1 mJ/m<sup>2</sup>K. Entre l'ambiante et 320°C, l'EFE pourrait donc augmenter de 20 à 50 mJ/m<sup>2</sup>. Toujours selon Remy [3-15], 50 mJ/m<sup>2</sup> est la valeur limite au-dessus de laquelle le maclage n'est plus un mécanisme de déformation. Cependant, compte tenu de l'effet inconnu du Mo et du Si, il n'est pas impossible d'en trouver à cette température limite.

### 3-3.3.2. Ferrite.

En microscopie optique, nous avons noté que la déformation de la ferrite conserve qualitativement les mêmes caractères qu'à la température ambiante : mélange de glissement plan et de glissement sinueux. Le glissement plan semble cependant plus intense, car les marches observées à l'interface peuvent être très importantes. Il y a deux conséquences à cela :

- D'une part il peut y avoir cavitation à l'interface, comme on le voit sur la Figure (3.37).

- D'autre part, la déformation dans les bandes de glissement plan de la ferrite peut être tellement intense que la ferrite se fragmente le long de ces bandes de glissement, comme on le note sur les Figures (3.37) et (3.38).

### 3-3.3.3. Aspect microscopique des surfaces de ruptures.

La surface de rupture reflète bien ces mécanismes observés en section. La ferrite ne clive pas du tout à cette température. Elle présente un faciès de type ductile, avec de très fines cupules, alignées (cf Figure (3.39)). On note que la ferrite est légèrement en relief dans le fond de la cupule, à cause de la décohésion de l'interface  $\alpha/\gamma$ , qu'on a observée en coupe. L'austénite se déchire de manière ductile comme à l'ambiante en formant quelques cupules contenant des particules de petites tailles (<1  $\mu\text{m}$ ), également riches en Nb.

### 3-3.3.4. Aspects macroscopiques des surfaces de ruptures.

Enfin, l'aspect macroscopique du facies de rupture est également totalement différent de celui obtenu à la température ambiante : comme on le voit sur la Figure (3.40)), la rupture a eu lieu dans un plan sensiblement à 45° de l'axe de traction.

Il y a lieu de penser qu'une instabilité plastique en a été la cause. On peut penser qu'elle est déclenchée quand la déformation se localise dans la ferrite. Le durcissement de l'ensemble du matériau doit brusquement chuter le long du plan de cisaillement de la ferrite et causer ainsi une localisation de la déformation (similaire à celle qu'on a pu observer à 20°C, au paragraphe 3-3.1.3.. Mais dans ce cas, la ferrite ne se rompait pas en cisaillement.)

### 3-3.4. Alliage Y3296 à 320°C: Déformation et endommagement.

Pour les mêmes raisons que pour l'alliage Y4331, les observations de surface ont été rendues impossibles. Nous aurons donc très peu d'information concernant l'austénite.

#### 3-3.4.1. Mécanismes d'endommagement dans la ferrite.

Comme dans le cas de l'alliage Y4331, la ferrite de la coulée Y3296 se déforme par glissement sinueux et par glissement plan. A la différence du premier alliage étudié, les deux mécanismes de rupture de la ferrite, clivage et cisaillement, déjà rencontrés sur le Y4331 à des températures différentes, coexistent sur le Y3296 à 320°C :

*a- Le clivage est le mode de rupture de la ferrite largement dominant.*

Comme nous pouvons l'observer en microfractographie (cf Figure (3.41)), le plan de clivage est également parcouru de stries qui évoquent, comme c'est le cas pour l'alliage Y4331 à 20°C, que le maclage opère dans la ferrite même à cette température.

On observe cependant beaucoup moins d'endommagement en section que pour l'autre alliage. Quand on peut en observer, il a le même caractère hétérogène, formant des amas de fissures de clivage comme on peut le voir sur la Figure (3.42). Dans tous les cas, l'ouverture des fissures est très faible.

*b- La rupture ductile de la ferrite, le long de plans de glissement:*

Dans la suite nous appellerons ce mode de rupture de la ferrite, la rupture en "cisaillement".

Ce mécanisme est bien mis en évidence sur la Figure (3.43) où l'on observe une fissure qui se forme exactement le long d'une ligne de glissement. Dans la ferrite, on sait que les plans de clivage usuellement observés dans les ferrites vieilles sont des plans {001} (cf [3-16]), et qu'ils ne correspondent à aucun plan de glissement ({011}, {112} ou {123}). Cette fissure ne peut donc pas être un clivage. Enfin, en microfractographie, les plans de ferrite cisailée apparaissent, comme dans l'alliage Y4331 à 320°C, avec de très fines cupules alignées (comme on le voit sur la Figure (3.44)), probablement dans la direction du glissement. Sur la Figure (3.45) on voit le même brin de ferrite rompu à la fois en clivage sur deux plans perpendiculaires, et en cisaillement. Le plan de cisaillement ne correspond à aucun des plans de clivage.

Enfin, il est important de noter que l'on a observé ce mécanisme sur tous les types d'éprouvettes (y-compris les éprouvettes CT). Cependant il ne prenait de l'importance (en terme de surface occupée), que dans le cas des éprouvettes lisses et AE10. Dans le cas de l'éprouvette lisse N° 2FE et de l'éprouvette AE10 N° 1CI, des plages de l'ordre du mm<sup>2</sup> voyaient la totalité de la ferrite qui l'occupait rompue selon ce mode. Seules des observations isolées de rupture en cisaillement ont été faites sur les autres géométries. Il est cependant important de rappeler que Duval [3-18] a également observé ce phénomène sur le même alliage, mais moins vieilli, également testé à 320°C. Selon lui, à cet état de vieillissement, ce serait ce mécanisme, et non le clivage, qui contrôle la ductilité macroscopique.

Le facies de rupture est beaucoup plus plat que celui du Y4331 (cf Figure (3.46)). On note en section que la fissure traverse l'austénite dans le prolongement des fissures de clivage, en ne laissant comme relief qu'une

petite trace de striction, qu'on peut également observer en microfractographie (Figure (3.47)). On peut relever à ce sujet, que l'austénite ne présente que très peu de cupules, contrairement à celle de l'alliage Y4331.

On remarque également que les fissures de ferrite restent dans un même plan cristallin sur des distances importantes ( $>200 \mu\text{m}$ ). Les fissures de clivage qu'on observe en section peuvent donc appartenir au même plan de clivage du même brin de ferrite.

### 3-3.4. Aspect macroscopique de la rupture.

Les observations de macrofractographie présentent la même dualité que les phénomènes microscopiques. Les éprouvettes entaillées ont les mêmes caractéristiques que les éprouvettes de l'alliage Y4331 rompues à l'ambiante : fissure plane sans lèvres de cisaillement, sur laquelle on voit le clivage dans les grains colonnaires de ferrite. (cf Figure (3.48)). En revanche si trois éprouvettes lisses présentaient un faciès équivalent à celui-là, dans le cas de l'éprouvette 2FI, la surface de rupture était inclinée par rapport à l'axe de traction, ce qui évoque, comme on l'a dit plus haut une rupture par instabilité plastique. (cf Figure (3.49)).

## 3-4. Conclusions.

### A- Mécanismes de déformation.

Il ressort de l'observation des modes de déformation que :

- La ferrite se déforme par glissement plan et sinueux dans les deux alliages, à la température ambiante, comme à  $320^\circ\text{C}$ .

- Du maclage dans la ferrite a été observé dans l'alliage Y4331 à  $20^\circ\text{C}$ .

- A  $320^\circ\text{C}$ , dans les deux alliages, le glissement de la ferrite peut entraîner une décohésion le long des plans de glissement. Ce phénomène serait à l'origine d'instabilité macroscopique par localisation de la

déformation, et produisant des surfaces de rupture inclinées par rapport à l'axe de traction.

-L'austénite de l'alliage Y4331 se déforme à 20°C par glissement plan, et par maclage. Le maclage de l'austénite a également été observé à 320°C.

-L'incompatibilité de déformation entre les deux phases peut s'accommoder, soit par glissement dans la ferrite, soit par maclage de l'austénite à l'interface, soit par excitation de systèmes secondaires dans l'austénite.

### B. Mécanismes d'endommagement.

-Dans les deux alliages (Y4331-20°C, et Y3296-320°C) le mode d'endommagement prépondérant est le clivage de la ferrite. Dans les deux cas, il apparaît sous forme d'amas de fissures de clivage.

- Dans l'alliage Y4331 à 20°C, il a été montré que l'intersection des macles, entre elles ou avec une interface  $\delta/\gamma$ , sert de site d'amorçage à ces fissures de clivage.

- La rupture finale dans l'alliage Y4331 à 20°C est amorcée dans un amas, par localisation de la déformation dans l'austénite entre les cavités.

-La propagation de la fissure se fait en laissant très peu d'endommagement sous la surface de rupture.

- La surface de rupture est globalement perpendiculaire à l'axe de traction pour l'alliage Y4331 rompu à 20°C et pour l'alliage Y3296 rompu à 320°C.

- La surface de rupture est inclinée à 45° de l'axe de traction pour l'alliage Y4331 rompu à 320°C. Un seul cas identique a été observé pour l'alliage Y3296 à 320°C. On peut imaginer qu'à l'origine de ce phénomène il y a une instabilité déclenchée par une localisation de la déformation dans la ferrite.

Compte tenu de la superposition de deux mécanismes d'endommagement dans l'alliage Y3296 à 320°C, dont un (le cisaillement de la ferrite) est encore mal compris, notre attention se portera par la suite essentiellement sur l'alliage Y4331 à 20°C.

Dans ce cas, les mécanismes d'endommagement sont semblables à ceux observés en rupture ductile (germination de cavités, croissance et coalescence).



CHAPITRE 4  
ETUDE QUANTITATIVE, MECANIQUE ET  
MICROSTRUCTURALE DE L'ENDOMMAGEMENT ET DE LA  
RUPTURE DE L'ALLIAGE Y4331 A 20°C.

4-1. Introduction.

Afin d'établir une loi d'endommagement, c'est à dire de savoir comment une microstructure donnée s'altère sous une sollicitation donnée, il faut expérimentalement faire varier indépendamment les uns des autres, les paramètres définissant la sollicitation mécanique, et la microstructure.

Dans le problème final qui nous intéresse, celui de la fissure longue en chargement monotone, la sollicitation est monotone, radiale, mais ce qui la différencie du chargement de traction simple des essais conventionnels, c'est sa forte composante de tension hydrostatique. L'influence de ce paramètre va être étudiée grâce à des éprouvettes axisymétriques comportant des entailles de différents rayons. L'état de contrainte au sein des entailles sera déterminé à l'aide des calculs par la méthode des éléments finis (MEF).

Tout d'abord, nous allons étudier l'effet de la triaxialité des contraintes *sur la ductilité* d'éléments de volume de taille moyenne (de l'ordre du cm<sup>3</sup>), grâce aux essais à rupture.

Puis l'effet des paramètres mécaniques (niveau de triaxialité des contraintes et déformation plastique) *sur les mécanismes d'endommagement* est également étudié à échelle moyenne : Dans des sections des éprouvettes entaillées, nous établissons une corrélation entre l'endommagement et les données mécaniques déduites des calculs MEF.

Les paramètres microstructuraux à prendre en compte ont été déterminés de la manière suivante : à orientation de ferrite constante et

pour une sollicitation mécanique homogène, les hétérogénéités d'endommagement sont mises en relation avec l'orientation cristalline de la phase austénitique. L'effet de l'orientation cristalline de la ferrite est étudié, en référence à la texture obtenue au Chapitre 2, en menant des essais de traction à rupture suivant différents axes du tube.

Compte tenu de la nature aléatoire de l'endommagement, et de la grande dispersion des résultats de ductilité, nous avons également effectué des essais mécaniques sur des éprouvettes de géométrie unique, mais avec des dimensions homothétiques les unes des autres, pour pouvoir mettre en évidence un éventuel effet de taille d'éprouvette sur la ductilité.

Enfin, avec pour objectif la modélisation de la rupture des éprouvettes entaillées, nous allons effectuer une série de mesures quantitatives de l'endommagement, comprenant des mesures directes de la surface des fissures de clivage, ainsi que de la densité surfacique de fissures en section.

La plupart des essais de ce chapitre concernent l'alliage Y4331, déformé à la température ambiante. Cependant, il sera fait référence quelques fois à l'alliage Y3296.

## 4-2. Résultats des essais à rupture sur éprouvettes entaillées.

### 4-2.1. Introduction.

Le but des essais à rupture sur éprouvettes entaillées est d'étudier l'effet, intégré sur tous les stades de l'endommagement, de la triaxialité des contraintes, ou de la contrainte principale maximum sur la ductilité. L'analyse porte essentiellement sur l'alliage Y4331 à 20°C, pour lequel nous avons réalisé les calculs par MEF. Comme nous savons que la rupture présente des caractères fragiles, (clivage de la ferrite), nous avons cherché à corréler la ductilité avec la plus grande contrainte principale calculée par MEF.

Une seconde analyse consiste à dépouiller les résultats en termes de rupture ductile, mécanisme pour lequel intervient uniquement de la croissance de cavités.

Nous verrons alors les limites de ces deux approches, et nous comparerons les ductilités obtenues suivant les différents axes du tube.

#### 4-2.2. Alliage Y4331 à 20°C. Traction suivant différents axes du tube.

Les ductilités obtenues sur éprouvettes lisses et entaillées dans les différents axes d'essai sont données dans les Tableaux 4-1 à 4-4.

L'ensemble de ces résultats sont rassemblés sur la Figure (4.1). On note ainsi de faibles différences de ductilité entre le sens T, R et L. En revanche, dans le sens 45°, on peut atteindre des ductilités bien plus élevées que dans les trois directions précédentes.

A l'échelle macroscopique, la surface de rupture des éprouvettes présentant une forte ductilité est inclinée à environ 45° de l'axe de traction. En revanche, la surface de rupture d'éprouvettes ayant donné une faible ductilité est perpendiculaire à cet axe. (cf Figure (4.2)).

Nous rappelons que, selon les résultats de texture obtenus dans le chapitre 2, les axes principaux du tube, T R et L sont cristallographiquement équivalents, ce qui n'est pas le cas de la direction à 45°.

Nous avons donc de bonnes raisons de penser que la ductilité dépend de l'orientation cristalline des phases. On voit notamment que *si on réalise un essai de traction suivant un axe qui n'est pas normal aux plans de clivage de la ferrite, la ductilité est augmentée*. Nous reviendrons sur ce résultat important plus loin.

#### 4-2.3. Alliage Y4331 à 20°C. Traction suivant le sens long; effets de la taille des éprouvettes.

Nous avons évoqué dans le Chapitre 2, les résultats des essais menés sur des éprouvettes de géométrie identique à celle des éprouvettes AE10, mais avec un diamètre minimum de 6 et de 15 mm. Les ductilités mesurées sur ces deux types d'éprouvettes, pour des tractions suivant l'axe long du tube sont données dans le Tableau 4-5.

On peut voir sur la Figure (4.3) l'évolution de la ductilité moyenne obtenue dans le sens L, pour les éprouvettes de diamètre 6, 10 et 15 mm. On observe une nette décroissance de la ductilité, lorsque le diamètre de l'éprouvette augmente. Nous interpréterons cet effet dans le chapitre 5, lors de la simulation numérique de la ductilité et de sa dispersion. *Cependant on peut déjà retenir qu'il existe un effet de taille sensible sur la ductilité.*

#### 4-2.4. Alliage Y3296 à 320°C.

Les résultats des mesures de ductilité sur éprouvettes lisses et entaillées sont présentés dans le Tableau 4-6.

Ces résultats sont reportés sur la Figure (4.4) en fonction de la triaxialité des contraintes, calculée au centre de l'éprouvette. Un problème important apparaît alors immédiatement. On note que la ductilité des éprouvettes lisses est inférieure à la ductilité des éprouvettes AE10.

Des observations analogues ont déjà été faites par Duval [4-15], concernant des éprouvettes de géométries semblables testées également à 320°C, provenant de la même coulée, mais vieillie moins longtemps (1000hr à 400°C).

A moins d'invoquer un changement de mécanisme dépendant de l'état de contrainte, cette chute de ductilité ne peut être expliquée que comme une manifestation d'un fort effet d'échelle. Le volume sollicité dans une éprouvette lisse  $\Phi$  10 mm est nettement plus important que celui des éprouvettes entaillées. Nous avons vu dans le paragraphe précédent que l'alliage Y4331 présente également un effet d'échelle assez marqué.

#### 4-2.5. Premières interprétations des mécanismes

Dans un premier temps, afin de situer ces résultats par rapport à des données connues sur des matériaux monophasés, nous allons les analyser en terme de rupture purement fragile par clivage, ou de rupture "purement ductile" par croissance de cavités.

Nous savons que la rupture par clivage est contrôlée par la plus grande contrainte principale. Sur un acier ferritique 16MND5, Mudry [4-1] fait une première analyse des résultats sur éprouvettes entaillées rompues en clivage à basse température, en reportant la ductilité obtenue sur différentes géométries d'entaille, en fonction du maximum de la plus

grande contrainte principale. Il montre ainsi que, abstraction faite d'effets de taille importants, qu'il analyse par la suite, la plus grande contrainte principale au moment de la rupture est sensiblement constante. Dans ce cas on peut soupçonner que le mécanisme de rupture est contrôlé par ce paramètre mécanique.

Dans le Tableau 4-7, nous donnons dans le cas des essais réalisés dans le sens T, le maximum de la plus grande contrainte principale, (calculée par MEF), en fonction de la ductilité des éprouvettes entaillées.

Dans tous les cas, le maximum était atteint au centre de l'éprouvette. Ces résultats sont reportés sur la Figure (4.5). La corrélation est très mauvaise. La contrainte maximum principale varie de 835 à 1137 MPa. La dispersion ne peut pas être attribuée à un effet de taille car les contraintes obtenues sur les éprouvettes du type AE2 (ayant le volume le plus faible) sont inférieures à celles obtenues sur les éprouvettes AE4.

*Ce type d'analyse montre bien qu'un simple critère de rupture fragile, n'est pas adapté pour ce matériau.*

Nous pouvons faire une autre analyse de ces données macroscopiques, cette fois-ci en terme de rupture par croissance de cavités dans un milieu plastique. Comme nous le verrons plus en détail dans la chapitre 5, la croissance d'une cavité dans un milieu plastique dépend de manière exponentielle de la triaxialité des contraintes, et linéairement de la déformation. De nombreuses lois de croissance, obtenues avec des méthodes différentes, et traitant de géométries de cavités différentes ont ce caractère en commun. Il peut donc paraître judicieux de reporter la ductilité en fonction de la triaxialité des contraintes calculée au centre des éprouvettes, où elle atteint son maximum. Ce résultat déjà présenté à la Figure (4.1) est montré à la Figure (4.6), pour l'alliage Y4331 testé à 20°C dans le sens T uniquement.

On note sur cette figure une tendance beaucoup plus naturelle, semblable à celle obtenue par Lautridou [4-2], sur un l'acier ferritique 16MND5 de plaque à tubes tiré en Travers-Court à la température ambiante. Cette analogie ne nous dit cependant rien du mécanisme, mais nous indique que le critère de rupture doit pouvoir s'exprimer sous la forme d'une combinaison de la déformation et de la triaxialité des contraintes.

En poursuivant formellement l'analyse faite par Mudry et Lautridou de la rupture ductile d'aciers ferritiques, nous allons supposer que des cavités se développent dans le matériau, dès le début de la déformation plastique, et que le critère de rupture correspond à une croissance critique de ces cavités. (Ces hypothèses heuristiques seront discutées plus amplement dans le chapitre 5). En adoptant une loi de croissance des cavités du type de celle de Rice et Tracey [4-3] (cf chapitre 5), on trouve alors que l'expression  $0,283 \cdot \varepsilon_T \cdot \exp(3/2 \cdot \sigma_m / \sigma_{eq})$  doit être une constante, égale au Logarithme du taux de croissance des cavités à rupture :  $\ln(R/R_0)$ , (où  $R_0$  et  $R$  sont respectivement le rayon initial et le rayon final des cavités). Le paramètre  $(R/R_0)_c$  a été calculé au centre des éprouvettes, là où il est maximum. Le Tableau 4-8 résume les résultats obtenus. Ces résultats sont également représentés sur la Figure (4.7).

Les valeurs obtenues sont à nouveau très dispersées. Une valeur moyenne de  $1,095 = (R/R_0)_c$  semble peu dépendante de la triaxialité des contraintes dans le domaine étudié.

Cette valeur est très faible, (comparée aux valeurs obtenues sur aciers ferritiques par Lautridou : 1,2 dans le cas le plus défavorable du travers court, et 1,9 pour le travers long d'une virole), sachant que les variations de ce paramètre sont à apprécier sur  $(R/R_0)_c - 1$  plutôt que sur  $(R/R_0)_c$  lui-même. Le taux de croissance serait donc de deux à neuf fois plus faible que ceux mesurés par Lautridou sur un acier 16MND5. D'autre part, les deux auteurs déjà cités [4-1] [4-2], ont observé une tendance décroissante du taux de croissance, avec la triaxialité des contraintes. Cette tendance n'est pas observée dans notre cas, où  $(R/R_0)_c$  tend à passer par un maximum.

#### 4-2.6. Récapitulation.

Une première analyse des résultats, basée sur des hypothèses heuristiques portant sur les mécanismes de rupture a été effectuée.

*- Les résultats de ductilité sur l'alliage Y4331 à 20°C supportent très mal l'hypothèse d'une rupture contrôlée par la plus grande contrainte principale.*

- L'hypothèse de la rupture contrôlée par une croissance critique de cavités semble plus acceptable. Cependant, même si le critère de rupture s'exprime sous la forme d'une combinaison de la déformation plastique et de la triaxialité des contraintes, la forme exacte de ce critère reste à déterminer avec plus de précision.

- Un effet d'orientation de l'axe de traction est net pour l'alliage Y4331. Nous obtenons des ductilités sensiblement comparables dans les sens T et R, et L. La ductilité à 45° des directions T et R est largement supérieure. Cet effet est probablement dû à la texture cristallographique des phases.

- Un effet de taille d'éprouvette sur la ductilité a été mis en évidence sur l'alliage Y4331. La ductilité moyenne chute de 30% lorsque le diamètre de l'éprouvette est augmenté de 6 à 15mm.

- L'alliage Y3296 à 320°C a une ductilité moyenne mesurée sur les éprouvettes lisses inférieure à celle mesurée sur les éprouvettes entaillées.

Dans tous les cas, la compréhension de ces résultats obtenus à échelle macroscopique, passe par une analyse plus approfondie des mécanismes d'endommagement.

#### 4-3. Effet de la déformation et de la contrainte sur la germination des fissures de clivage, dans l'alliage Y4331 à 20°C.

Le but de ce paragraphe est de montrer l'influence relative de la contrainte et de la déformation sur la germination des premières fissures de clivage. Comme on l'a vu au chapitre 1, le critère pour faire se propager une fissure de clivage de taille donnée est une contrainte critique. Or, dans un matériau hétérogène, la contrainte locale est différente de la contrainte moyenne.

Bien que la ferrite ait une morphologie très complexe, nous allons aborder le problème à l'aide de résultats de la théorie des inclusions ellipsoïdales, pour nous guider dans le choix des paramètres à étudier.

Lorsqu'une inclusion ellipsoïdale élastique est entourée d'une matrice qui se déforme plastiquement, il est montré que la contrainte locale dans l'inclusion est la somme de deux contributions : La contribution de la contrainte macroscopique, et celle de la contrainte qui se développe localement dans la matrice pour maintenir le contact avec l'inclusion.

Le calcul de l'inclusion ellipsoïdale élastique dans une matrice élastique a été fait par Eshelby [4-4]. Le cas où la matrice se déforme plastiquement n'est pas différent, si l'on considère la matrice comme élastique non linéaire, sauf que la contrainte d'incompatibilité entre l'inclusion et la matrice peut être partiellement relaxée plastiquement. Berveiller et Zaoui [4-5] donnent le tenseur complet des contraintes dans l'inclusion en fonction du module d'écroutissage de la matrice. Mudry [4-1] reprend cette expression et calcule la plus grande contrainte dans l'inclusion indéformable ( $\sigma_i$ ), qu'il met sous la forme :

$$\sigma_i = \Sigma + \lambda E_p \varepsilon_{eq}^p \quad (1)$$

où  $\lambda$  dépend de la forme de l'inclusion,  $E_p$  est le module d'écroutissage moyen de la matrice, et  $\Sigma$  est la contrainte macroscopique.

Cette formule met bien en évidence le phénomène de "localisation" (i.e. passage à l'échelle inférieure) de la contrainte : le deuxième terme a son origine dans l'incompatibilité entre la matrice et l'inclusion à l'échelle microscopique. Le premier terme est la contribution macroscopique de la contrainte.

Comme le clivage est contrôlé par la plus grande contrainte principale (dans un matériau polycristallin), les premières fissures doivent apparaître dans les inclusions quand  $\sigma_i$  atteint une valeur critique. Au seuil de germination des fissures, la contrainte macroscopique et la déformation plastique  $\varepsilon_{eq}^p$  doivent être liées linéairement :

$$\sigma_i = \Sigma + \alpha \varepsilon_{eq}^p = \sigma_c \quad (2)$$

#### 4-3.1. Essais interrompus sur les éprouvettes entaillées.

La méthodologie pour déterminer ce seuil a été introduite par Argon et al. [4-6], puis utilisée avec succès par Mudry [4-1] et Lautridou [4-2].

Elle consiste à interrompre un essai sur une éprouvette entaillée, à la sectionner et à localiser la courbe limite de la zone endommagée dans l'entaille. En différents points de cette courbe la contrainte macroscopique et la déformation ne sont pas les mêmes; on obtient ainsi différents points du critère exprimé par (2).

Les conditions de prédéformation des éprouvettes entaillées ont été rapportées dans le paragraphe 3-2.2.1. La position de toutes les fissures observées dans les entailles est montrée sur les Figures (4.8) (a) à (d). Les conditions mécaniques aux différents points des courbes limites, calculées par MEF, sont données dans le Tableau 4-9. Ces points sont représentés dans le diagramme  $\Sigma$  fonction de  $\epsilon_{eq}^P$  sur la Figure (4.9). Plusieurs commentaires peuvent être faits à ce sujet.

Tout d'abord, on note une dispersion importante des résultats. Elle est en partie due à l'aspect hétérogène du clivage. Les conditions mécaniques seules ne contrôlent pas l'endommagement à l'échelle du mm, et le tracé du contour de la zone endommagée est très imprécis.

La contrainte qui contrôle le clivage à l'échelle du cristal, est la contrainte normale au plan de clivage. Or nous considérons la contrainte principale maximum, orientée dans l'axe T. La contrainte normale au plan de clivage peut donc varier de grain à grain, avec l'orientation du cristal de ferrite. Cependant pour des faibles désorientations, de quelques 10 à 15 °, par rapport à l'orientation générale établie au chapitre 2, la variation de la contrainte normale macroscopique est inférieure à 10%.

Une tendance se dégage : L'intervalle de contrainte dans lequel apparaissent les fissures couvre près 300 MPa. En terme de déformation, le critère de germination s'étend de  $\epsilon_{eq}^P=2,5\%$  à 4,5%.

*On peut donc considérer que la germination des fissures de clivage débute pour une valeur critique de la déformation macroscopique faible, de l'ordre de 2,5%, quelque soit la contrainte macroscopique, dans le domaine étudié.*

#### 4-3.2. Expérience complémentaire : Essais de compression.

L'état de contrainte dans une éprouvette cylindrique de compression offre un cas intéressant pour vérifier cette dernière proposition : Une facette dont la normale est perpendiculaire à l'axe de compression, n'est soumise à aucune contrainte macroscopique normale (à cause de la surface libre). En revanche, l'allongement dans cette direction vaut la moitié de la déformation axiale.

Si la proposition ci-dessus est juste, on doit pouvoir provoquer du clivage en compression, uniquement sous l'action de cette déformation.

Ce phénomène a effectivement été observé. La Figure (4.10) en est une illustration, sur une éprouvette ayant subi un écrasement axial de 49,1% (ce qui correspond à un allongement radial de 24,5%). De tels clivages n'ont cependant pas été observés pour des déformations moins importantes.

*Cette expérience est la preuve que le clivage ne nécessite pas de contrainte normale macroscopique. Une déformation macroscopique de traction, peut induire suffisamment de contrainte locale pour le déclencher.*

Compte tenu des résultats de ce paragraphe, nous considérerons par la suite, que le paramètre mécanique macroscopique qui contrôle la germination des fissures de clivage, dans le domaine de triaxialité des contraintes étudié, est la déformation plastique. Par souci de simplicité, la plupart des expériences sur la germination seront menées sur des éprouvettes de traction simple.

#### 4-4. Mise en évidence de la dispersion des fissures de clivage. Cinétique de germination pour l'alliage Y4331 20°C.

Comme nous l'avons montré au paragraphe 3-2.3., les fissures apparaissent en amas dont la taille est de l'ordre du mm. La distance entre ces amas est encore plus grande. Il est donc difficile de visualiser ce phénomène, car à l'échelle où l'on voit les amas, il est impossible de distinguer les fissures. Ce problème est résolu en utilisant les cellules de Voronoï qui, en plus de leur rôle dans la mesure quantitative de la densité surfacique de fissures, permettent de visualiser les dispersions de points, et

leurs hétérogénéités. Dans un premier temps cependant, nous allons poser le problème de l'évolution de la densité de fissures avec la déformation.

#### 4-4.1. Relation densité de fissures/déformation. Mesures sur masques.

Les mesures sur masques ont été effectuées selon le principe exposé dans le § 3-2.3.a. Les points où les mesures ont été faites n'étaient pas choisis de manière aléatoire, ni régulière. Comme nous nous intéressions surtout aux valeurs extrêmes de la densité de fissures, l'échantillonnage n'est pas représentatif, et ne concerne que les zones les plus endommagées dans les entailles des 7 éprouvettes utilisées (cf paragraphe 3-2.2.1.). Nous avons ajouté à ces points, les valeurs mesurées par la même méthode dans des zones fortement endommagées, situées sous la surface de rupture de l'éprouvette lisse N° 2G. Nous leur avons attribué 30% de déformation (i.e. la striction moyenne mesurée sur éprouvette lisse). Les résultats de ces mesures sont donnés sur la Figure (4.11).

Tout d'abord on note que, pour une déformation donnée, la densité de fissures est très dispersée. Comme nous le verrons par la suite, la microstructure pourra être rendue responsable de telles hétérogénéités d'endommagement.

Cependant, le maximum de la densité de fissures augmente avec la déformation. L'enveloppe du nuage de points de la Figure (4.11) peut raisonnablement être approchée par une droite de pente  $650\text{mm}^{-2}$ , (i.e. 650 fissures par  $\text{mm}^2$  pour 100% de déformation). *La distribution de fissures semble donc se densifier avec la déformation.*

#### 4-4.2. Cellules de Voronoï.

##### 4-4.2.1. Mise en évidence des amas à grande échelle.

Un des moyens de visualiser les amas de fissures est de tracer les cellules de Voronoï, qui nous serviront plus tard dans la mesure quantitative de la densité de fissures. Les essais interrompus ayant servi pour tracer ces cellules sont décrits dans le paragraphe 3-2.2.2. Les graphes obtenus sont donnés dans l'annexe N°3.

On peut noter le rassemblement des fissures en amas pour tous les niveaux de déformation étudiés. Les amas de fissures ont une taille millimétrique, et sont séparés par plusieurs millimètres.

De plus il est clair que les distributions obtenues sur deux champs de la même éprouvette 2G peuvent être très différentes. Ceci montre bien qu'une surface de 60 à 80 mm<sup>2</sup>, n'est pas représentative du matériau. Ceci ne nous surprend pas, quand on observe la dispersion de ductilité (de 15,8% à 23%) obtenue sur des éprouvettes lisses dont la section longitudinale est 450 mm<sup>2</sup>. Même des surfaces de cette taille ne contiennent donc pas avec une probabilité proche de 1, toutes les valeurs d'endommagement possibles.

On voit enfin, que le nombre de fissures par unité de surface augmente avec la déformation. Cependant, ces essais menés sur des éprouvettes différentes ne nous indiquent pas de quelle manière se densifie la distribution de fissures : Est-ce qu'un amas de fissures, apparaît dès le début, et continue à créer de nouvelles fissures tout au long de la déformation ? Ou bien y-a t'il apparition de nouveaux amas en cours de déformation ?

Compte tenu de la dispersion importante qu'on observe d'une éprouvette à l'autre, ce point ne pouvait être vérifié que par un essai "pas à pas" réalisé sur une seule éprouvette.

#### 4-4.2.2. Mise en évidence de la densification progressive des amas.

L'essai pas à pas a été décrit dans le paragraphe 3-2.2.2. Les cartes des distributions de fissures sont reportées à la Figure (4.12) (a) à (d). Plusieurs remarques peuvent être faites à leur sujet :

La carte de la Figure (4.12) (d) contient toutes les fissures des deux moitiés d'éprouvette après rupture. La déformation n'était donc plus homogène et l'endommagement s'est concentré sur le passage de la fissure. En certains points de son trajet la fissure n'a pas laissé de sillage d'endommagement. Il a suffi de la rupture d'un seul brin de ferrite pour faire avancer la fissure d'un espace inter-ferritique : C'est le cas du point A de la Figure (4.12) (d). En revanche, aux points B, il semble que des foyers d'endommagement très intenses se soient activés, soit lors du dernier incrément de déformation, soit lors du passage de la fissure.

Une deuxième remarque peut être faite : dès 3,6% de déformation, les seuls clivages qui apparaissent, sont situés dans la zone où passera la fissure principale, (en C sur la Figure (4.12) (a)). On ne peut pas affirmer que la fissure s'est amorcée à cet endroit, car elle ne s'est sans doute pas formée en surface. Nous rappelons cependant que la macrostructure est constituée de grains allongés dans le sens perpendiculaire à l'éprouvette. On peut s'attendre à avoir dans le plan d'observation, une image de l'endommagement dans l'épaisseur.

A 10,7% de déformation, tous les amas de fissures sont déjà présents. On peut conclure qu'il y a une période de déformation pendant laquelle les amas s'activent. Mais tous les amas ne se mettent pas en activité en même temps : Les amas, notés D sur la figure, ne s'activent qu'entre 7 et 10% de déformation plastique.

La densité de fissures augmente principalement par densification des amas existants, ainsi que par apparition de quelques fissures isolées. *Il y a donc germination progressive des fissures tout au long de la déformation*, comme nous l'avons montré dans le paragraphe 4-4.1, en utilisant les mesures sur masque.

#### 4-4.3. Mesures quantitatives du taux de germination surfacique moyen dans les amas de fissures.

##### 4-4.3.1. Détermination des amas de points.

Nous nous proposons dans ce paragraphe de mesurer le nombre de fissures par unité d'aire dans les différents amas mis en évidence dans le paragraphe 4-4.2, plus précisément qu'avec la méthode de la moyenne mobile. La définition d'un "amas de points" est quelque peu subjective. Aussi, pour rendre la mesure objective, reproductible et "automatisable", nous avons développé un critère définissant un amas d'après la distance entre un centre de cellule et le plus éloigné de ses voisins de Voronoi. Les résultats de ce filtrage sont montrés dans l'annexe N°3.

##### 4-4.3.2. Résultats et discussion.

La surface occupée par les amas, et le nombre de points qu'ils contiennent sont donnés pour toutes les distributions de fissures étudiées, dans le Tableau 4-10. Seuls les amas n'ayant aucun point primaire en contact avec les bords du cadre ont été utilisés par la suite.

*L'aire moyenne des amas est donc de 0,50 mm<sup>2</sup>.*

Un autre paramètre important des distributions de points est le nombre moyen d'amas, par unité d'aire. On l'obtient en divisant le nombre total d'amas, (les amas touchant les bords des cadres comptant cette fois pour 1/2), par la somme des aires analysées.

*On trouve alors qu'il y a en moyenne 5,7 amas de fissures par cm<sup>2</sup>.*

On donne également dans le Tableau 4-10, le taux de germination moyen pour chaque amas. Il est obtenu en faisant le rapport du nombre de fissures qu'il contient par le produit de sa surface et de la déformation macroscopique.

Compte tenu du nombre insuffisant d'interruptions, lors de l'essai pas à pas, il n'est pas possible de vérifier l'hypothèse selon laquelle la germination est linéaire en fonction de la déformation à l'intérieur de chaque amas. Le résultat global, présenté sous la forme de la fonction de répartition  $F$  du taux de germination dans les amas est montré sur la Figure (4.13). (Si  $N(\tau)$  est le nombre d'amas ayant un taux de germination inférieur à  $\tau$  et  $N_{\text{total}}$  le nombre total d'amas étudiés, alors  $F(\tau) = N(\tau)/N_{\text{total}}$ ).

On note que la valeur de 650 mm<sup>-2</sup>, trouvée précédemment par des mesures sur masque de 1mm<sup>2</sup>, constitue un bon ordre de grandeur. Mais elle n'est pas représentative des valeurs extrêmes que l'on peut mesurer dans des amas de taille plus petite.

Toutes ces valeurs nous seront très utiles lors de la modélisation présentée dans le chapitre 5.

#### 4-5. Etude des effets de ségrégation chimique et de dureté de la ferrite sur la formation d'amas de fissures.

Nous avons montré l'importance de la formation d'amas de fissures dans le processus d'amorçage de la rupture. Nous savons que la taille de ces amas est de l'ordre du  $\text{mm}^2$ . Cette taille peut correspondre, soit à la taille de grain ferritique, soit à celle du grain austénitique. Comme nous l'avons dit plus haut, la ferrite est très texturée; les amas ne sont donc pas à mettre au compte de l'orientation cristalline de la ferrite, qui est sensiblement homogène dans les échantillons.

Dans un premier temps, nous allons étudier si certains facteurs, tels que des ségrégations chimiques, auraient pu affecter la dureté initiale de la ferrite.

#### 4-5.1. Recherche de ségrégations chimiques dans la ferrite.

Comme le matériau est un matériau moulé, nous pouvons nous attendre à des ségrégations sur des distances très supérieures à l'espace interdendritique. Comme nous l'avons vu dans le chapitre 1, le vieillissement de la ferrite est très sensible aux teneurs en éléments tels que le Cr, le Mo, le Si, et le Ni, éléments intervenant dans les mécanismes de durcissement.

Nous avons donc procédé à des dosages de ces éléments dans 5 zones endommagées et 2 zones peu endommagées, dans l'éprouvette 2G1. Ces zones sont localisées sur la Figure (4.14). Les dosages ont été réalisés à l'aide d'une microsonde SX50 du constructeur CAMECA. Les conditions expérimentales et l'erreur relative sur les compositions sont les mêmes que celles données au chapitre 2 pour les mesures de composition des phases et des microségrégations. Dans chaque zone endommagée (numérotées 1,2,3,4, et 6), nous avons fait 7 pointés dans la ferrite et 3 dans l'austénite, et dans les deux zones non endommagées, nous avons au total 39 pointés dans la ferrite et 19 dans l'austénite. Les courbes regroupant les résultats sont données à la Figure (4.15).

Pour chaque élément dosé dans la ferrite, nous disposons de deux échantillons, un de 35 valeurs correspondant aux amas de fissures, et l'autre de 39 valeurs, correspondant aux zones non endommagées. Nous voulons savoir s'ils appartiennent à la même population, ce qui serait le cas si la formation de fissures n'était pas dûe à des ségrégations chimiques. Nous

avons donc testé cette hypothèse, à l'aide de tests statistiques de type Fischer et Student.

La conclusion générale est qu'on ne peut pas différencier les deux échantillons du point de vue de la teneur dans les éléments dosés.

Seule la zone 1 présentait une anomalie dans les teneurs en Si et en Fe, dans la ferrite comme dans l'austénite. Ces deux éléments avaient des teneurs plus basses que la moyenne, en différents points d'un même brin de ferrite, ainsi que dans l'austénite située à plus de 200  $\mu\text{m}$  de ces derniers. (Ces résultats ont été confirmés par une seconde analyse aux mêmes points). Comme on ne relève aucune compensation sur les autres éléments, il y a lieu de penser que des éléments non dosés soient en excès dans cette zone. Cependant une telle anomalie n'a été révélée que dans la zone 1.

#### 4-5.2. Effet de la dureté de la ferrite.

Comme nous l'avons indiqué dans le chapitre 1, la conséquence principale du vieillissement de la ferrite, est son durcissement. Si des ségrégations chimiques en éléments non dosés dans le § 4-5.1, avaient eu lieu, la dureté de la ferrite aurait été affectée.

Nous avons donc mené l'expérience suivante : Des mesures de microdureté Vickers sous 25 g ont été réalisées dans l'échantillon N° 2G1; 30 mesures ont été faites dans la ferrite des amas de clivages, et 30 mesures dans la ferrite de zones non-endommagées. Les valeurs moyennes et écarts type des échantillons sont donnés dans le Tableau 4-11. *On note que la ferrite des zones clivées semble nettement plus dure que la ferrite des zones non-endommagées.* On trouve dans les tables statistiques (test de Student), que si les deux échantillons provenaient de la même population de brins de ferrite, la probabilité qu'ils présentent une telle différence sur leur valeur moyenne de dureté serait inférieure à 1%.

Les empreintes de dureté dans la ferrite sous 25 g ont une taille de 8 à 10  $\mu\text{m}$ , qui est difficile à mesurer. Une deuxième série de mesures a donc été effectuée, cette fois sous 50 g. Ces essais ont été faits sur la deuxième moitié de l'éprouvette N° 2G rompue. (Elle n'est pas cartographiée mais présentait également des amas de fissures bien nets).

Les résultats sont donnés dans le Tableau 4-10. On note la même tendance que pour les mesures sous 25g.

*On peut donc affirmer que la ferrite des zones endommagées est plus dure que celle des zones non endommagées.*

La question se pose de savoir si cette différence de dureté existe avant la déformation, ou si elle apparaît pendant la déformation, par écrouissage préférentiel. A cet effet nous avons effectué une troisième série de mesures sous 50 g dans la tête (non déformée) de l'éprouvette N° 2G. La valeur moyenne est 524 HV et l'écart type 126 HV. L'histogramme, qui est donné à la Figure (4.16), a la particularité de présenter deux pics. Des observations analogues ont également été faites sur le même matériau à l'état vieilli uniquement, et sur l'alliage Y3296 à l'état d'origine et à l'état vieilli [4-7].

Une première interprétation consisterait à dire que le durcissement lors du vieillissement n'est pas homogène. Il y aurait ainsi des zones à ferrite dure dans lesquelles se forment les fissures de clivage. Cependant, en l'absence de ségrégations chimiques, il est difficile d'expliquer de telles variations dans la dureté de la ferrite. De plus, comme une telle bimodalité de la distribution de dureté peut exister aussi à l'état non vieilli, on peut mettre en cause la mesure de la dureté elle-même. En effet, si le brin de ferrite où est réalisée l'empreinte, n'est pas assez épais, le poinçon va le traverser et mesurer la dureté de l'austénite sous-jacente. C'est sans doute l'origine des valeurs basses. Dans ce cas, il ne faudrait considérer que les valeurs les plus élevées.

On remarque alors que les valeurs de dureté les plus élevées sont également plus fortes dans la ferrite des zones endommagées, (HV≈667), que dans la ferrite des zones sans fissures (HV≈586). On peut sans doute interpréter ce résultat comme l'effet d'un écrouissage préférentiel de la ferrite, dans les zones où apparaissent les fissures.

Pour évaluer l'écrouissage moyen des deux phases, une série de mesures de microdureté a été faite sur des éprouvettes de traction de compression et de martelage, pour des déformations allant jusqu'à 64%. La courbe moyenne de dureté pour la ferrite et l'austénite, est montrée à la Figure (4.17). On note un léger durcissement de la ferrite avec la déformation jusqu'à 20%, où la dureté moyenne atteint des valeurs

supérieures à 600 HV, identiques à celles observées dans les zones endommagées. Au delà, on note une saturation, voire un adoucissement. (Le durcissement de l'austénite est beaucoup plus fort).

*En conclusion, la dispersion des mesures de dureté dans la ferrite à l'état initial ne permet pas d'affirmer clairement si il y a deux familles de ferrite : une dure et une plus douce; en l'absence de ségrégations chimiques, il paraît difficile d'étayer cette hypothèse.*

*En supposant la dureté initiale uniforme, la valeur supérieure qu'elle prend à l'état déformé dans les amas de fissures peut s'interpréter comme un écrouissage préférentiel de la ferrite des zones de clivage.*

Nous allons analyser dans les paragraphes suivants, l'origine possible de ce sur-écrouissage.

#### 4-6. Effet de l'orientation cristalline de l'austénite, sur la formation d'amas de fissures de clivage dans la ferrite.

Nous avons examiné au paragraphe 3-3, les différents modes de relaxation des contraintes liées à l'incompatibilité de déformation entre les deux phases.

*Le clivage de la ferrite peut-il également faire partie de ces mécanismes de relaxation?*

Compte tenu de la présence des amas de fissures, et de l'impossibilité de les expliquer par l'orientation, ou la dureté de la ferrite, nous nous sommes tournés vers une interprétation mettant en jeu l'orientation de l'austénite. C'est ce que nous allons présenter.

##### 4-6.1. Corrélation entre l'orientation de l'austénite et les amas de fissures de clivage dans la ferrite dans l'alliage Y4331 à 20°C.

Nous avons réalisé une étude similaire à celle entreprise au paragraphe précédent, consistant à trouver l'orientation des zones endommagées et non endommagées, afin de corrélérer la position de l'axe de

traction dans le triangle fondamental du cristal d'austénite avec la présence d'endommagement par clivage.

#### 4-6.1.1. Expérience.

Deux techniques d'orientation ont été mises en oeuvre : la première consistait à utiliser un appareil d'analyse de texture par RX. Ces expériences ont été faites par Cozar [4-8]. Les positions de l'échantillon et du collimateur étaient réglées pour que le point d'impact des rayons X sur l'échantillon soit confondu avec la croisée des axes de rotation du berceau. La taille de la zone irradiée variait de 0,8 à 2 mm<sup>2</sup>, selon l'inclinaison du berceau. La position des axes <001> et <011> de l'austénite a ainsi été trouvée pour les différentes zones étudiées, sur l'éprouvette N° 2G1. Ces zones sont localisées sur la Figure (4.18) (a). L'orientation correspondante est donnée sur la Figure (4.19)(a).

La deuxième méthode utilisée, est la méthode manuelle décrite en annexe N°3, basée sur trois lignes de glissement produites par des indentations de microdureté. La méthode a également été appliquée à l'éprouvette N° 6E, prédéformée de 11,7% seulement. La position des points où ont été faites les indentations de microdureté servant à l'orientation est indiquée sur la Figure (4.18)(b). Les orientations ainsi obtenues sont montrées sur les Figures (4.19)(b) et (4.20). La synthèse des résultats obtenus sur 2 éprouvettes est faite sur la Figure (4.21).

Dans le cas de l'éprouvette 6E, autour de chaque indentation servant à la méthode d'orientation (à moins de 100 µm du point orienté), 4 indentations de microdureté Vickers sous 50g, ont été faites. La Figure (4.22) est la même que la Figure (4.20) sur laquelle nous avons reporté la dureté de l'austénite en chaque point orienté. Chaque valeur est la moyenne des quatre mesures.

#### 4-6.1.2. Commentaires.

Tout d'abord, on remarque sur la Figure (4.19) que la méthode d'orientation par analyse de texture ne nous donne pas une orientation cristalline unique. Cela est sans doute dû à la taille importante que le faisceau peut prendre par rapport à la taille du grain austénitique (cf

Chapitre 2). Sous l'incidence la plus faible, il est très probable que le faisceau déborde sur plusieurs grains. Cependant, quand on compare les Figures (4.19)(a) et (b), on note que, dans tous les cas, une des orientations trouvées en rayons X est proche de l'orientation obtenue par l'analyse des lignes de glissement.

Sur les deux éprouvettes (Figure (4.21)), on note que *les fissures de clivage ne sont pas apparues là où le cristal d'austénite voit sa zone  $\langle 001 \rangle \langle 111 \rangle$  proche de l'axe de traction. En revanche, l'austénite dans les zones de clivage a son axe  $\langle 011 \rangle$  proche de l'axe de traction.*

On peut objecter que dans les différents grains analysés, on ne connaît pas l'orientation de la ferrite et que les zones où apparaissent les fissures peuvent être celles où la ferrite a un axe cubique dans le sens de la traction. Cependant, on a vu dans le chapitre 2 que la ferrite est très texturée. Son orientation ne doit pas beaucoup varier de grain à grain. La majorité des grains ont déjà un axe cubique proche de l'axe T (de traction). Ainsi, une désorientation par rapport à cette position aurait plutôt tendance à la renforcer.

Les mesures de microdureté de l'austénite montrent que *celle-ci est plus écrouie dans les grains où l'axe de traction est également proche de la zone  $\langle 100 \rangle \langle 111 \rangle$ . Quand l'axe de traction est proche de l'axe  $\langle 110 \rangle$ , on observe les duretés les plus faibles (216 à 247 HV). En revanche, dans une bande proche de la zone  $\langle 001 \rangle \langle 111 \rangle$ , on relève les duretés les plus élevées, de l'ordre de 280- 307 HV.*

#### 4-6.2. Effet de l'orientation cristalline de l'austénite sur ses modes de glissement dans l'alliage Y4331 à 20°C.

On sait que, lorsqu'un cristal se déforme plastiquement, il lui faut au moins 5 systèmes de glissement indépendants, pour accommoder une déformation plastique quelconque. Lorsque, au début de la déformation, l'austénite ne glisse que sur un seul système, sa déformation est alors incompatible avec celle de la ferrite. La compatibilité est d'abord assurée par une déformation élastique, qui génère des contraintes "de compatibilité". Celles-ci peuvent être relaxées par du glissement secondaire de l'austénite.

Dans ce paragraphe, nous allons examiner si ce type de relaxation dépend de l'orientation cristallographique de cette phase.

Sur l'éprouvette 9H2 (cf § 3-2.2.2.c), nous avons choisi des zones assez larges (plusieurs 1/10 mm) où le glissement était homogène, qu'il soit simple ou multiple et nous avons orienté ces grains par rapport à l'axe de traction, à l'aide de la méthode précédente.

Sur la Figure (4.23), nous avons reporté la position de l'axe de traction dans le triangle standard d'austénite, pour les grains en glissement simple ou multiple. On note une séparation entre ces deux familles de points : quand l'axe de traction est proche de la zone  $\langle 001 \rangle \langle -111 \rangle$ , il y a glissement multiple, et quand il est proche de  $\langle 011 \rangle$ , il y a glissement simple.

#### 4-6.3. Discussion.

Nous allons tenter de trouver une explication permettant de faire la synthèse de l'ensemble des observations que nous avons effectuées, concernant:

- La formation des amas de fissures de clivage,
- Le durcissement de la ferrite dans ces amas,
- L'orientation particulière de l'austénite dans ces zones de clivage,
- Le nombre de systèmes de glissement en fonction de l'orientation de l'austénite.

##### 4-6.3.1- Relaxation de l'incompatibilité par un glissement secondaire de l'austénite.

Considérons d'abord ce dernier point. On trouve dans la littérature de nombreux exemples de corrélation identiques à celle que nous avons établie, mais pour des monocristaux. Jaoul [4-9] par exemple, sur des monocristaux d'aluminium raffiné, trouve une zone de glissement simple dans le triangle standard, proche de celle que nous avons obtenue.

Honeycombe [4-10] montre que, dans une zone identique, des monocristaux de cuivre restent en stade 1 de l'érouissage beaucoup plus longtemps que si l'axe de traction est proche de  $\langle 001 \rangle \langle 111 \rangle$ . L'interprétation qu'il donne est la même : Le stade 1 correspond à du glissement simple. Selon

Honeycombe, ce résultat est acquis également sur de nombreux métaux CFC tels l'argent, le cuivre et l'aluminium.

L'interprétation qui en est donnée (cf [4-9] et [4-10]), met toujours en jeu la rotation de l'axe de traction par rapport au cristal.

Dans l'Annexe N°2, nous avons effectué des calculs qui permettent de comprendre pourquoi la rotation du cristal est nécessaire pour rendre compte de ce phénomène.

Lorsque le cristal glisse sur son système primaire, sa déformation n'est pas compatible avec l'allongement qui lui est imposé. Pour combler cette différence, il faut ajouter à sa déformation de glissement une déformation de compatibilité, de nature élastique dans un premier temps, qui génère donc des contraintes. Ces contraintes "de compatibilité", proportionnelles à la déformation, se superposent à la contrainte macroscopique.

Il s'avère que, sans la rotation, cette contrainte serait vite relaxée par du glissement secondaire. Cependant, on montre que, grâce à la rotation, si l'axe de traction est proche de  $\langle 011 \rangle$ , la cission de cette contrainte de compatibilité, va diminuer progressivement pour s'annuler puis s'opposer à la contrainte macroscopique, sur tous les systèmes secondaires, sauf sur le système conjugué du système principal. Pour ce dernier, si l'axe de traction est proche de  $\langle 001 \rangle \langle -111 \rangle$ , dès le début de la déformation, les cissions de la contrainte macroscopique et de la contrainte de compatibilité agissent dans le même sens et augmentent avec la rotation. La relaxation de la contrainte de compatibilité peut alors être très rapide.

*Une orientation de l'axe de traction proche de  $\langle 011 \rangle$  est donc favorable à un glissement simple stable. La contrainte de compatibilité augmente, mais ne se relaxe pas sur un glissement secondaire, car sa cission diminue puis s'oppose à la cission appliquée.*

*Une orientation de l'axe de traction proche de  $\langle 001 \rangle \langle -111 \rangle$  va, en revanche, provoquer une relaxation rapide de la contrainte de compatibilité sur le système conjugué du système principal.*

Ce premier raisonnement permet d'expliquer l'effet de l'orientation de l'axe de traction sur le nombre de systèmes de glissement d'une part, et d'autre part, l'écrouissage apparemment moins important de l'austénite lorsque l'axe de traction est proche de  $\langle 011 \rangle$ .

#### 4-6.3.2. Effet de l'incompatibilité de déformation sur le clivage de la ferrite.

La corrélation entre la direction de traction dans l'austénite et le clivage de la ferrite s'explique aussi comme un effet de la contrainte de compatibilité. En effet, selon le même raisonnement, on peut dire que si l'axe de traction est proche de la zone  $\langle 001 \rangle \langle -111 \rangle$  de l'austénite, la contrainte de compatibilité se relaxe rapidement, et donc sollicite peu la ferrite.

En revanche, si l'axe est proche de  $\langle 011 \rangle \gamma$ , c'est dans la ferrite que va se déclencher le mécanisme de relaxation de l'incompatibilité.

Selon les calculs de l'Annexe N°2, il est difficile de prouver que dans ce cas, la contrainte d'incompatibilité favorise l'ouverture des fissures de clivage.

Cependant, il est important de rappeler ici quelques observations faites au Chapitre 3 : Tout d'abord, nous avons vu que les fissures de clivage apparaissent souvent à l'intersection de macles mécaniques. D'autre part, les embryons de fissures ainsi créés sont souvent stables, car nous avons pu en observer.

La littérature concernant l'amorçage des fissures de clivage par des intersections de macles est controversée. Il en ressort cependant que des intersections de macles sont souvent des sites d'amorçage de clivage (cf Hull [4-11]). Priestner [4-12] pose comme condition que les deux macles se croisent dans le plan de clivage. Cependant, selon Sleeswyk [4-13], qui s'appuie sur la théorie de la propagation des macles par dislocations émissaires, l'incorporation des dislocations d'une macle incidente dans un joint de macle obstacle, peut créer une réaction de dislocations formant une dislocation de Cottrell de type  $a[001]$ , et donc une amorce de fissure de clivage. Enfin, Levasseur [4-14] poursuit ce raisonnement et montre que, parmi les couples de systèmes de macles se coupant dans un plan de clivage, seuls ceux qui le font selon une direction  $\langle 011 \rangle$  ont leur dislocation de Cottrell dans le plan de clivage sollicité en traction.

Dans l'annexe N°2, nous avons calculé la cission résolue de la contrainte de compatibilité sur les différents systèmes de macles, pour une traction selon un axe cubique de la ferrite. On observe alors, que, selon le

variant de la relation K-S suivant lequel l'austénite est liée à la ferrite, on peut avoir 1 ou 2 couples de macles vérifiant la condition de Levasseur. De plus, seulement deux directions cubiques de  $\delta$  sur trois sont proches d'un axe  $\langle 011 \rangle_\gamma$ .

On peut alors expliquer la grande variété des taux de germination que nous avons observée dans la ferrite (cf § 4-4), par un effet d'orientation d'austénite:

*Lors d'une traction dans le sens T du tube, et pour un grain de ferrite ayant ses axes cubiques parfaitement orientés suivant les directions R, T et L, en supposant équiprobables tous les variants K-S donnant les grains d'austénite associés,, seulement deux grains sur trois voient la direction de sollicitation proche de leur axe  $\langle 011 \rangle$ . Parmi ces deux grains, un a deux fois plus de systèmes de maclage sollicités par l'incompatibilité de déformation entre l'austénite et la ferrite, que l'autre.*

#### 4-7. Effet de l'orientation cristalline de la ferrite sur la ductilité de l'alliage Y4331 à 20°C.

Dans le paragraphe précédent, nous venons d'étudier l'effet de l'orientation de l'austénite, en supposant que la ferrite a une orientation constante, par rapport à la direction de sollicitation comme nous l'indique la texture de la ferrite étudiée au chapitre 2. Si nous voulons faire varier ce dernier paramètre, il faut changer l'orientation de l'axe de traction, par rapport au tube, en essayant de garder l'orientation de l'austénite constante.

##### 4-7.1. Expérience.

La Figure (4.24) (a) à (c) montre la position des axes T, R et de l'axe à 45° de T et R, dans le triangle standard d'austénite. La courbe, déterminée dans le paragraphe précédent, séparant les orientations de traction favorables au clivage de celles défavorables au clivage a également été superposée à ces figures.

On note que les directions de traction T et à 45° sont sensiblement équivalentes du point de vue de l'austénite (Dans le premier cas, 58% des grains sont dans la zone non favorable au clivage, et 63% dans le second cas). L'axe R présente un excès de grains favorisant l'apparition du clivage (74%).

Vis-à-vis du cristal de ferrite, les axes T, R et L sont équivalents avec, dans chaque cas, l'axe de traction perpendiculaire au plan de clivage, tandis que dans le dernier cas, l'axe de traction est à  $45^\circ$  des plans de clivage. Ces différentes expériences permettent donc de mettre en évidence l'effet de l'orientation de la ferrite, à orientation d'austénite sensiblement constante. De plus, les mesures de ductilité sur les éprouvettes que nous utilisons mettent en jeu un nombre de grains important. Tant qu'il existe une fraction non négligeable de grains d'austénite favorisant le clivage, la déformation à rupture d'un élément de volume sera celle des grains les moins ductiles, et elle ne doit pas être très affectée par une légère texture de l'austénite.

Les résultats des essais de traction ont été donnés dans le paragraphe 4-2.2.

#### 4-7.2. Commentaires.

Le fait de trouver des ductilités très similaires dans les sens T, R, et L, n'est pas pour nous surprendre. Nous avons vu que ces trois directions étaient cristallographiquement équivalentes.

En revanche, on note que lorsque l'axe de traction est à  $45^\circ$  des plans cubiques de la ferrite, la ductilité est beaucoup plus élevée.

Une étude microfractographique des facettes de clivage nous permet de vérifier que la ferrite de ces éprouvettes à une orientation proche de celle que connaissons d'après la texture. On peut voir sur les Figures (4.25) à (4.27), des microfractographies des éprouvettes rompues respectivement suivant R, L et à  $45^\circ$ . Grâce aux fissures secondaires, on a une représentation simple de la position des axes cubiques de la ferrite par rapport aux axes du tube. On note alors un bon accord entre l'orientation donnée par la texture et celle qu'on observe d'après les fissures de clivage.

Dans ce cas, le clivage est rendu beaucoup plus difficile car, à allongement de l'éprouvette égal, la contrainte macroscopique dans la direction des normales aux plans cubiques, vaut, dans le cas de la traction à  $45^\circ$ , deux fois moins que dans les autres cas. La déformation d'allongement dans la direction normale aux plans de clivage est quatre fois plus faible. Et enfin, les microfissures sont probablement moins endommageantes car

leurs surfaces projetées perpendiculairement à l'axe de traction sont deux fois plus faibles.

L'effet de l'orientation de la ferrite est donc clairement montré.

#### 4-8. Mesures quantitatives de la taille des fissures de clivage.

Parmi tous les mécanismes d'endommagement que nous avons pu observer par des procédés métallographiques, nous avons parlé bien entendu de la croissance des cavités par plasticité. Cependant, nous ne nous sommes pas encore interrogés sur la croissance de la fissure dans la ferrite.

*La croissance des fissures de clivage est elle brutale ou bien progressive au cours de la déformation ?*

Cette question peut paraître surprenante, étant donnée la nature souvent instable du clivage. Cependant, comme nous l'avons rappelé au paragraphe précédent, nous avons souvent noté des fissures arrêtées dans la ferrite, et nous avons pu observer la croissance d'une fissure dans la ferrite lors de l'essai réalisé pas à pas (cf Chapitre 3). Nous avons donc tenté de mesurer la taille des fissures de clivage (aire et diamètre tangent) pour deux déformations différentes.

##### 4-8.1. Expérience.

L'expérience consistait à mesurer la taille des fissures sur des échantillons ayant subi des déformations différentes, afin d'étudier si la taille des fissures évoluait avec celle-ci.

Deux éprouvettes de type AE10 ont été prédéformées à cet effet (cf § 3-2.4.2.), une à  $\epsilon=7\%$  et l'autre à 12% de déformation moyenne dans l'entaille.

##### 4-8.1.1. Mesures en section.

Les méthodes de mesure de taille des fissures de clivage ont été évoquées dans le § 3-2.4. La première méthode qui vient à l'esprit est celle des mesures d'intercept dans un plan de section métallographique. Cependant, comme on n'a qu'une information bidimensionnelle sur des objets dans l'espace, nous sommes obligés d'émettre une hypothèse sur leur

forme. Nous avons choisi de considérer les fissures comme des rectangles, tous dans des plans parallèles, d'éclatement et de taille unique, mais dont l'orientation autour de la normale à leur plan, serait aléatoire. Les calculs relatifs à ce problème sont donnés dans l'annexe N°4. On montre alors que, si l'on connaît l'histogramme de la taille des fissures en section, on peut remonter à leur taille réelle. Des histogrammes d'intercepts, obtenus sur des éprouvettes rompues, sont donnés dans cette annexe. Malheureusement, nous montrons que l'ajustement, optimum d'un point de vue statistique, ne permet pas d'obtenir un histogramme théorique proche de l'histogramme réel. La raison vient de la trop grande simplicité de nos hypothèses de base (cf Annexe 4). Pour pallier cette difficulté, nous avons eu recours à une méthode de mesure directe des aires.

#### 4-8.1.2. Mesure directe de l'aire des fissures.

La méthode de mesure directe des aires des fissures, décrite précisément au § 3-2.4.2, consiste à prédéformer le matériau dans son état vieilli, puis à lui faire subir un traitement thermique à 600°C, qui permet d'homogénéiser la solution Fe-Cr de la ferrite, supprimant ainsi sa fragilité. Après traitement, l'éprouvette subit un nouvel allongement, jusqu'à rupture. On peut alors observer en microfractographie les plages de clivage formées pendant la prédéformation à l'état fragile, comme on le voit bien à la Figure (4.28), et mesurer leurs aires directement (cf § 3-2.4.). Nous avons également mesuré les diamètres tangents de chaque fissure dans les directions R et L. Ces grandeurs nous seront utiles dans la modélisation proposée au chapitre 5.

#### 4-8.2. Résultats.

Les histogrammes des aires de fissures, pour les deux niveaux de prédéformation sont donnés à la Figure (4.29) (a) et (b). Les grandeurs caractéristiques de ces distributions sont consignées dans le Tableau 4-12. Comme nous l'avons dit précédemment, la taille réelle des fissures est loin d'être unique. La forme des fissures est également très éloignée de la forme rectangulaire à laquelle nous pensions initialement. On peut voir à titre d'exemple quelques silhouettes de fissures, à la Figure (4.30). On remarque cependant un fait important. Dans le domaine de déformation étudié, on ne note pas d'évolution sensible de la distribution

des aires de clivage. On peut en conclure que la plupart des fissures se propagent rapidement jusqu'à leur taille maximum, puis s'arrêtent. Les fissures ont en moyenne la même taille quelque soit le niveau de déformation auquel elles sont apparues.

#### 4-9 . Conclusions.

Dans cette partie, nous avons tenté d'établir des corrélations entre des paramètres microstructuraux comme la composition chimique et la dureté de la ferrite, l'orientation de l'austénite et de la ferrite, et la formation de fissures de clivage dans la ferrite de certains amas. Nous en avons tiré les conclusions suivantes :

- Les fissures de clivage forment clairement des regroupements denses que nous avons appelés *des amas de fissures*.

- Compte tenu de la forte texture de la ferrite, *ces amas ne peuvent pas être attribués à une orientation locale préférentielle de la ferrite*.

- *Aucune différence de teneur en Cr, Ni, Mo, et Si n'a pu être décelée entre la ferrite des amas endommagés et celle des zones saines*. Des ségrégations ne semblent donc pas la raison d'une éventuelle fragilité locale de la ferrite.

- Une corrélation a été établie en traction simple entre l'orientation de l'axe de traction par rapport au cristal d'austénite, et le nombre de systèmes de glissement dans l'austénite au début de la plastification. *Lorsque l'axe de traction est proche de la zone  $\langle 001 \rangle \langle -111 \rangle$ , deux systèmes de glissement peuvent se déclencher. Lorsque l'axe de traction est proche de  $\langle 011 \rangle$ , seul un système se déclenche*. La rotation de réseau est probablement responsable de ce phénomène. Dans le cas où elle permet à un système de glissement supplémentaire de s'activer dans l'austénite, celle-ci s'en trouve plus écrouie.

- La même corrélation a été établie entre l'orientation de l'axe de traction par rapport au cristal d'austénite, et la présence de fissures de

clivage dans la ferrite. *L'axe de traction est proche de l'axe  $\langle 011 \rangle_\gamma$  dans les zones endommagées.* Dans ce cas l'incompatibilité de déformation entre  $\gamma$  et  $\delta$  n'est pas relaxée par un second système de glissement. Nous pensons donc que *le maclage de la ferrite est un moyen de relaxer ces contraintes d'incompatibilité, et qu'il favorise la formation des fissures de clivage.*

- On a pu relever une différence de dureté à l'état déformé entre la ferrite des zones endommagées et celle des zones non-endommagées. *La ferrite des zones endommagées est plus dure que celle des zones saines.* Contrairement à l'austénite, la ferrite des zones clivées semble donc se déformer et s'écrouir davantage. Ces zones favorisent donc l'apparition de fissures de clivage pour deux raisons :

- a- Cette déformation plastique génère des sites d'amorçage du clivage (par maclage notamment).
- b- La contrainte locale, plus élevée, car non relaxée par l'austénite (mal orientée), favorise l'amorçage de fissures de clivage par le mécanisme de Cottrell.

- Enfin, *la ductilité en traction dépend également très nettement de l'orientation de la ferrite.* La ductilité est plus faible quand l'axe de traction est orienté dans la direction d'un axe cubique de la ferrite, que lorsqu'elle est à  $45^\circ$  de deux axes cubiques. Nous attribuons cette augmentation de la ductilité lors d'un essai mené à  $45^\circ$  des axes principaux, à trois facteurs:

- a- La composante macroscopique de la contrainte normale qui s'exerce sur les embryons de clivage est deux fois plus faible.
- b- La composante macroscopique de l'allongement plastique perpendiculaire aux plans de clivage est également plus faible.
- c- Les microfissures formées sont moins nocives, car leur surface "portante" est réduite.

- A l'échelle moyenne, *la déformation plastique contrôle la germination des fissures de clivage.*

- Nous avons développé un outil basé sur les cellules de Voronoi, pour analyser la dispersion des fissures dans un plan de section, et étudier leur regroupement en amas.

-Nous avons effectué une analyse quantitative de la surface et de la taille des fissures, sans avoir recours à une quelconque hypothèse de forme. La distribution de taille des fissures est constante, quelque soit la déformation à laquelle on la mesure.

CHAPITRE 5:  
MECANISMES DE RUPTURE; SIMULATION  
NUMERIQUE APPLIQUEE A LA RUPTURE  
D'EPROUVETTES ENTAILLEES.

5-1. Introduction.

Dans ce chapitre nous allons tenter de modéliser les différentes étapes de la rupture de *l'alliage Y4331 vieilli 700 heures à 400°C*. Nous nous intéresserons plus spécialement à reproduire les mesures de ductilité effectuées lors d'essais suivant l'axe *T*, à 20°C, puisque c'est dans ces conditions que nous avons mesuré l'endommagement (taux de germination et surfaces de fissures de clivage).

Nous avons observé trois étapes dans les mécanismes de rupture : la germination de fissures de clivage, leur croissance et leur coalescence. Dans le chapitre 4, nous avons étudié essentiellement la phase de germination des fissures, qui semble très spécifique au type de matériau étudié. Dans le chapitre 5, nous allons utiliser des modèles de la littérature pour rendre compte des étapes de croissance des cavités et de leur coalescence, car ces étapes sont couramment rencontrées dans d'autres matériaux.

La première partie du chapitre est une revue des modèles de croissance et de coalescence de cavités dans des milieux plastiques. Dans la seconde partie, nous exposerons le modèle que nous avons retenu, les modifications qu'il a fallu lui apporter pour rendre compte de la germination continue et de sa dispersion, et enfin les résultats des simulations de rupture des éprouvettes entaillées.

5-2. Revue bibliographique des modèles de croissance et de coalescence de cavités dans des matériaux plastiques.

Dans cette étude bibliographique nous nous sommes penché sur la modélisation de trois phénomènes: la croissance de cavités, l'amorçage de la rupture ductile (i.e. la coalescence des cavités), et les phénomènes aléatoires induisant un traitement statistique de la rupture ductile.

### 5-2.1. Les modèles de croissance de cavités.

Il a été publié récemment quelques très bons articles passant en revue ces phénomènes, par Suquet [5-1], François [5-2], le plus complet étant celui de Licht et Suquet [5-3], dont nous nous sommes inspirés pour rédiger ce paragraphe.

Dans le domaine de la croissance de cavités dans des milieux plastiques, il y a trois grandes classes de problèmes:

- la croissance de cavités isolées;
- le comportement macroscopique d'un matériau plastique poreux;
- la prise en compte des interactions entre cavités.

#### 5-2.1.1. Croissance de cavités isolées.

a) Le modèle de Berg: cavité elliptique cylindrique, dans un matériau viscoplastique newtonien en déformation plane.

Berg [5-4] étudie l'évolution de la forme d'une cavité dans un matériau visqueux régi par la loi suivante:

$$\sigma_{eq} = \mu \dot{\epsilon}_{eq}$$

$$\frac{3}{2} \frac{s_{ij}}{\sigma_{eq}} = \frac{\dot{\epsilon}_{ij}}{\dot{\epsilon}_{eq}}$$

La cavité qu'il étudie est un cylindre à base elliptique en déformation plane, caractérisé par son demi-grand axe  $a$ , incliné d'un angle  $\Phi$  par rapport à la plus grande contrainte principale, et son demi petit axe  $b$  (cf Figure (5.1)). La linéarité de la loi de comportement lui permet d'utiliser les méthodes de l'élasticité (méthode de Mushkelishvili) pour trouver la solution exacte du problème. La forme de la cavité est caractérisée par le nombre complexe  $m$ , dont le module est l'excentricité de la cavité et l'argument la moitié de  $\Phi$ :

$$|m| = \left( \frac{a-b}{a+b} \right)$$

$$\Phi = \frac{1}{2} \arg(m)$$

Il trouve finalement que le rayon moyen, le nombre  $m$ , et le volume de la cavité suivent les lois suivantes:

$$\frac{\dot{R}}{R} = \frac{3}{2} \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}} \cdot \dot{\epsilon}_{eq} \text{ où } R = \frac{a+b}{2}$$

$$\dot{m} = \sqrt{3} \left( \chi - \sqrt{3} m \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}} \right) \cdot \dot{\epsilon}_{eq} \text{ où } \chi=1 \text{ si } \sigma_1 > \sigma_2 \text{ et } \chi=-1 \text{ sinon.}$$

$$\frac{\dot{V}}{V} = 2 \left( \frac{\dot{R}}{R} - \frac{|m| |\dot{m}|}{1 - |m|^2} \right) \text{ où } V \text{ est le volume de la cavité}$$

où  $\sigma_m$  est la tension hydrostatique et  $\sigma_{eq}$  la contrainte équivalente:

$$\sigma_m = \frac{\sigma_1 + \sigma_2}{2}$$

$$\sigma_{eq} = \frac{\sigma_1 - \sigma_2}{2}$$

et  $\epsilon_{eq}$  est la déformation appliquée à l'infini.

Il est important de noter que *le rayon moyen est une fonction linéaire de la triaxialité des contraintes.*

b) Le modèle de Mc Clintock: cavité cylindrique (circulaire ou elliptique) dans un matériau rigide plastique en déformation plane généralisée.

La loi de comportement viscoplastique newtonienne ne convient pas pour les métaux à basse température. Aussi McClintock [5-5] a t'il recherché une solution approchée pour la croissance d'une cavité elliptique dans un matériau rigide plastique avec un écrouissage en "loi puissance", en déformation plane généralisée. Son calcul comporte plusieurs étapes:

- Tout d'abord, il donne une solution exacte au problème de la cavité cylindrique circulaire sous chargement axisymétrique, en plasticité parfaite. Il trouve alors que la vitesse de croissance du rayon de la cavité s'exprime de la manière suivante:

$$\frac{db}{b} = \left[ \frac{\sqrt{3}}{2} \sinh \left( \sqrt{3} \frac{\sigma_r^\infty}{\sigma_0} \right) - \frac{1}{2} \right] d\varepsilon_{eq}$$

où  $b$  est le rayon de la cavité cylindrique.

Lorsqu'il n'y a pas de contrainte latérale, la cavité se contracte. Mais si la contrainte latérale augmente, le terme exponentiel l'emporte rapidement, provoquant une expansion de la cavité. McClintock [5-5] dérive de ce premier calcul une solution exacte du même problème, avec un matériau viscoplastique newtonien.

- Il aborde le problème de l'érouissage de la manière suivante: La loi de comportement newtonienne peut être assimilée à une loi d'érouissage linéaire en plasticité, en posant l'équation aux dimensions suivante, reliant le temps  $t$ , la viscosité  $\mu$ , la contrainte équivalente  $\sigma_{eq}$  et la déformation équivalente  $\varepsilon_{eq}$ :

$$\frac{t}{\mu} = 3 \frac{\varepsilon_{eq}}{\sigma_{eq}}$$

McClintock [5-5] dispose alors d'une solution pour un matériau parfaitement plastique et d'une solution pour un matériau à érouissage linéaire, ce qui correspond respectivement à  $n=0$  et  $n=1$  pour un matériau plastique suivant un érouissage en loi puissance du type:

$$\sigma_{eq} = \sigma_1 \cdot \varepsilon_{eq}^n$$

Il utilise alors  $n$  comme un simple coefficient d'interpolation pour trouver une solution intermédiaire.

- Le calcul de Berg [5-4] donnait une solution exacte dans le cas newtonien pour la cavité cylindrique elliptique, avec son axe perpendiculaire à la plus grande contrainte principale. McClintock [5-5] extrapole alors sa solution approchée pour le cylindre circulaire, à la solution de Berg et trouve une solution approchée pour la cavité elliptique

sous une traction perpendiculaire à son axe. Avec les mêmes définitions que précédemment pour R et m, il propose:

$$\frac{dR}{R} = \frac{\sqrt{3}}{2(1-n)} \sinh\left(\frac{\sqrt{3}}{2} (1-n) \frac{\sigma_a + \sigma_b}{\bar{\sigma}}\right) + \frac{d\varepsilon_a + d\varepsilon_b}{2}$$

$$m = \left(\frac{\sigma_a - \sigma_b}{\sigma_a + \sigma_b}\right) + m_0 - \left(\frac{\sigma_a - \sigma_b}{\sigma_a + \sigma_b}\right) \cdot \exp\left(-\frac{\sqrt{3} \bar{\varepsilon}}{(1-n)} \sinh\left(\frac{\sqrt{3}}{2} (1-n) \frac{\sigma_a + \sigma_b}{\bar{\sigma}}\right)\right)$$

où  $\sigma_a$ ,  $\sigma_b$ ,  $d\varepsilon_a$  et  $d\varepsilon_b$  sont les contraintes et les incréments de déformation respectivement selon l'axe a et l'axe b de la cavité elliptique.

On note clairement qu'un fort écrouissage (n élevé) tend à ralentir la croissance des cavités. De plus, si l'écrouissage n'est pas linéaire, le taux de croissance des cavités dépend exponentiellement de la triaxialité des contraintes.

c) Encadrement de la solution du cylindre circulaire avec écrouissage.

La solution proposée par McClintock [5-5] pour un matériau avec écrouissage est approchée. Tracey [5-6] utilise un principe variationnel pour encadrer la solution de la cavité cylindrique circulaire avec écrouissage. Il montre alors que, quelque soit la déformation, la croissance de la cavité est inférieure à celle obtenue par la formule exacte de McClintock en plasticité parfaite. Lorsque la déformation augmente, le taux de croissance tend asymptotiquement vers cette solution. De plus, Tracey [5-6] montre que la solution exacte donne toujours un taux de croissance inférieur à la solution approchée de McClintock au début de la déformation.

d) Le cas des cavités sphériques en plasticité parfaite.

Rice et Tracey [5-7] proposent une solution approchée au problème de la cavité sphérique dans un matériau rigide parfaitement plastique à l'aide d'un principe variationnel. Ils postulent que le champ de vitesse est égal au champ de vitesse lointain, perturbé au voisinage de la cavité. Le champ de la perturbation est la somme d'une contribution de pure dilatation et d'un champ non dilatant traduisant le changement de forme de la cavité:

$$\dot{u}_{ij} = \dot{E}_{ij} X_j + \dot{u}_i^* \text{ avec } \dot{u}_i^* = D \dot{u}_i^D + F \dot{u}_i^F \text{ o } \dot{u}$$

$u_i^D = \dot{\epsilon}_{eq} R^3 \left(\frac{x_i}{r}\right)$  représente le champ de dilatation.

La minimisation de la fonctionnelle porte sur les coefficients D et F. Rice et Tracey [5-7] testent différents champs de distorsion, et montrent que le minimum dépend peu du champ choisi, mais essentiellement du facteur de dilatation D. Ils montrent alors que ce coefficient peut être raisonnablement ajusté par une loi du type :

$$D = \frac{1}{R} \frac{dR}{d\epsilon_{eq}} = 0,283 \cdot \exp\left(\frac{3}{2} \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}}\right)$$

En terme de croissance de la porosité, ceci est équivalent à :

$$\frac{dV}{V d\epsilon_{eq}} = \frac{3 dR}{R d\epsilon_{eq}} = 0,850 \exp\left(\frac{3}{2} \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}}\right)$$

Plus tard, Huang [5-8] reprendra un calcul analogue, avec les mêmes hypothèses, mais en décomposant le champ perturbé au voisinage de la cavité en des séries d'harmoniques sphériques contenant des termes de degré beaucoup plus élevé. La minimisation porte sur 51 paramètres et fournit une solution plus précise que celle donnée précédemment. Huang [5-8] ajuste le taux de croissance obtenu numériquement par l'expression suivante:

$$\frac{dV}{V d\epsilon_{eq}} = 1,28 \exp\left(\frac{3}{2} \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}}\right) \text{ pour une forte triaxialité}$$

$$\frac{dV}{V d\epsilon_{eq}} = 1,28 \left(\frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}}\right)^{\frac{1}{4}} \exp\left(\frac{3}{2} \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}}\right) \text{ pour une triaxialité inférieure à 1.}$$

On note que le taux de croissance obtenu, pour de fortes triaxialités des contraintes est 1,5 fois plus fort que celui trouvé par Rice et Tracey [5-7]. Ces solutions ressemblent fortement à la solution pour la cavité cylindrique donnée par McClintock, avec un effet exponentiel du taux de triaxialité.

e) Croissance de fissures dans un matériau plastique écrouissable.

He et Hutchinson [5-9] traitent également à l'aide d'un principe variationnel la croissance de fissures en "pièce de monnaie" (penny-shaped cracks) et en déformation plane. Ils donnent l'ouverture des fissures, l'accroissement de volume, et l'intégrale J dans les deux cas, en fonction de l'écroutissage et de la triaxialité des contraintes.

#### f) Conclusions.

On a pu observer que les lois de croissance de cavités sphériques ou cylindriques comportaient de fortes ressemblances, notamment dans l'effet exponentiel de la triaxialité des contraintes. Il y a cependant parfois désaccord quant aux facteurs multiplicatifs à utiliser.

Expérimentalement, McClintock [5-5] a mené des expériences sur de la plasticine et trouve un bon accord entre les croissances mesurées et celles données par son modèle. Cependant, sur un acier faiblement allié fritté, contenant des inclusions d'alumine faiblement liées à la matrice, Marini [5-10] trouve que, bien que le facteur  $3/2$  de l'exponentielle soit bien vérifié, le facteur multiplicatif du taux de croissance de la porosité  $dV/V$  est une fonction croissante de la porosité initiale  $f_0$ . Il varie de 0,6 pour  $f_0=3 \cdot 10^{-4}$ , à 1,64 pour  $f_0=2 \cdot 10^{-2}$ . Selon Rice et Tracey il vaut 0,85, tandis que Huang propose 1,28. La solution de Huang est donc la plus proche des valeurs mesurées, mais ne permet pas de prendre en compte l'effet de la fraction volumique de porosité sur ce terme.

#### 5-2.1.2. Croissance de cavités non isolées, et comportement macroscopique de matériaux poreux.

Pour rendre compte de l'effet de la porosité, on trouve trois types d'approche dans la littérature:

- La première consiste à mener des calculs équivalents aux précédents, mais dans le cas où le massif entourant la cavité est de dimension finie. C'est le cas du modèle de Gurson [5-11].

- La seconde, consiste à déduire de calculs d'une cellule élémentaire le comportement d'un matériau contenant des cavités périodiquement réparties. Ce type d'approche prend en compte non seulement l'effet de la porosité mais aussi l'effet des interactions entre cavités voisines.

- La troisième approche est de nature phénoménologique. Elle consiste à postuler la forme du critère macroscopique, sans se baser sur des calculs micromécaniques.

a) Le critère de Gurson.

On sait que, pour un matériau viscoplastique, il existe deux potentiels dont dérivent les contraintes et les déformations : le potentiel de dissipation et le potentiel de force [5-3] :

$$s_{ij} = \frac{\partial \phi}{\partial \dot{\epsilon}_{ij}}(\dot{\epsilon})$$

$$\dot{\epsilon}_{ij} = \frac{\partial \psi}{\partial s_{ij}}(s)$$

Connaissant les potentiels de la matrice, on peut en déduire les potentiels macroscopiques par un processus de moyenne, et les contraintes macroscopiques  $\Sigma_{ij}$  sur la frontière d'écoulement se déduisent par dérivation de ce potentiel macroscopique par rapport à la vitesse de déformation macroscopique  $\dot{E}$  [5-3]:

$$\Sigma_{ij} = \frac{\partial \Phi}{\partial \dot{E}_{ij}}(\dot{E})$$

Si l'on se donne un champ de vitesse de déformation dans la cellule élémentaire, on a une approximation par excès du potentiel macroscopique (par application des théorèmes variationnels de la plasticité). C'est l'approche utilisée par Gurson [5-11].

A l'intérieur de la cellule élémentaire, il postule un champ de déplacement, dépendant de paramètres, qu'il choisit de manière à minimiser la dissipation  $\dot{W}$  définie par :

$$\dot{W}(\dot{E}) = \text{Inf}_{\dot{u}} \langle \dot{w}(e(\dot{u})) \rangle$$

Puis il estime  $\dot{W}$  pour différentes conditions aux limites macroscopiques, et en déduit les états de contrainte correspondants sur la frontière d'écoulement d'après l'équation:

$$\Sigma_{ij} = \frac{\partial \dot{W}}{\partial \dot{E}_{ij}} = \frac{1}{V} \int_V s_d(\dot{\epsilon}) \cdot \frac{\partial \dot{\epsilon}_{kl}}{\partial \dot{E}_{ij}} dv$$

Comme nous l'avons dit plus haut, la frontière d'écoulement ainsi trouvée est une approximation par l'extérieur de la frontière réelle.

Gurson [5-11] étudie deux géométries de cavités: une cavité cylindrique dans une enveloppe cylindrique, et une cavité sphérique dans une coquille sphérique. Dans le cas sphérique, il envisage deux types de champ de déplacement : un cas où la coquille est complètement plastique et un cas où la plasticité est localisée le long d'une surface conique séparant des blocs rigides.

Les résultats principaux de cette approche sont les suivants:

- Pour des cavités cylindriques sous chargement axisymétrique, Gurson arrive à une expression analytique et exacte de la frontière d'écoulement en plasticité généralisée qui s'écrit:

$$\Phi = \frac{\Sigma_{eq}^2}{\sigma_0^2} + 2f \cosh\left(\frac{\sqrt{3}}{2} \frac{\Sigma_{rr}}{\sigma_0}\right) - 1 - f^2 = 0$$

où  $\sigma_0$  est la contrainte d'écoulement de la matrice et  $f$  la fraction volumique de porosité.

Dans le cas des porosités sphériques, la frontière d'écoulement approchée peut être ajustée par l'expression suivante:

$$\Phi = \frac{\Sigma_{eq}^2}{\sigma_0^2} + 2f \cosh\left(\frac{3}{2} \frac{\Sigma_m}{\sigma_0}\right) - 1 - f^2 = 0$$

- Le critère de plasticité dépend donc de la fraction de porosité  $f$ , et de la tension hydrostatique  $\Sigma_m$ . En négligeant l'élasticité, la règle de normalité restant valable à l'échelle macroscopique ( cf [5-11] et [5-12]) la déformation plastique dérive du potentiel plastique  $\Phi$ . Il y a alors une dilatation plastique macroscopique qui vaut:

$$\frac{\dot{V}}{VE} = \frac{\text{tr } \dot{E}^P}{\dot{E} f} = \frac{3}{2} \frac{\sigma_0}{\Sigma_{eq}} \sinh\left(\frac{3}{2} \frac{\Sigma_m}{\sigma_0}\right)$$

$$\text{car } \dot{\epsilon}_{ij}^p = \lambda \frac{\partial \Phi}{\partial \Sigma_{ij}}$$

Le terme préexponentiel dépend alors de la fraction de porosité  $f$  par l'intermédiaire du rapport  $\frac{\sigma_0}{\Sigma_{eq}}$  ; il augmente avec la porosité, ce qui est conforme à l'observation faite par Marini [5-9]. Pour une faible porosité et une triaxialité des contraintes élevée, il vaut sensiblement 3/4, ce qui est inférieur à l'estimation faite par Huang [5-8], ou par Rice et Tracey [5-7].

- Les frontières d'écoulement obtenues par Gurson [5-11] avec les champs de déformation localisée sont à l'intérieur des frontières précédentes, ce qui devrait constituer de meilleures approximations. Elles ne sont pourtant jamais utilisées. Peut être parce que dans le cas où la matrice s'écrouit une telle localisation est improbable. De plus, le champs de vitesse avec blocs rigides est sans doute inapproprié au cas d'un matériau contenant des cavités périodiquement réparties.

Dans tout le reste du mémoire nous ne ferons usage que des contraintes et des déformations "macroscopiques", c'est à dire définie sur des volumes contenant au moins une cavité; par simplicité nous les noterons en minuscule,  $\sigma$  et  $\epsilon$ , et non plus  $\Sigma$  et  $E$ .

b) Modifications apportées au critère de Gurson.

- Écrouissage de la matrice.

La première modification concerne la prise en compte de l'écrouissage de la matrice. L'écrouissage isotrope est introduit dans ce modèle en remplaçant simplement  $\sigma_0$  par  $\sigma_y$ , qui représente la contrainte d'écoulement de la matrice (cf Tvergaard [5-15] par exemple). La déformation plastique équivalente "moyenne" de la matrice, dont dépend  $\sigma_y$ , est définie de la manière suivante:

$$\sigma_{ij} d\epsilon_{ij}^p = (1 - f) \sigma_y d\epsilon_{eq}^p$$

Leblond et Perrin [5-14] introduiront plus tard un autre modèle d'écroutissage à deux paramètres. Ce modèle peut également rendre compte d'effets cinématique ou isotrope de l'écroutissage de la matrice.

- Introduction de trois paramètres  $q_1$ ,  $q_2$  et  $q_3$ .

Les calculs de Gurson [5-10] ont été repris par Tvergaard [5-15], par la méthode des éléments finis, pour un réseau périodique de cavités cylindriques. Cet auteur compare le comportement macroscopique avec le comportement donné par la loi de Gurson. Tvergaard [5-15] estime alors que la meilleure représentation est obtenue si on introduit dans le critère de Gurson trois paramètres  $q_1$ ,  $q_2$  et  $q_3$ , tels que :

$$\frac{\sigma_{eq}^2}{\sigma_0^2} + 2 f q_1 \cosh\left(q_2 \frac{3}{2} \frac{\sigma_m}{\sigma_0}\right) - (1 + q_3 f^2) = 0 \quad (1)$$

Sur la base du calcul par éléments finis, il estime que les paramètres doivent prendre les valeurs suivantes:

$$q_1 = 1,5; \quad q_2 = 1,0; \quad q_3 = q_1^2$$

Plus tard, Perrin et Leblond [5-16] montrent que le paramètre  $q_1$  est en fait une fonction  $q(f)$ , qui dépend de la porosité  $f$ . Sur la base d'un calcul analytique d'une sphère creuse entourée d'une coquille de matériau poreux, ils déduisent la fonction  $q(f)$  de la condition d'auto-cohérence du modèle. Notamment, pour  $f$  petit, ils trouvent  $q(0) = 4/e \approx 1,47$  ce qui est très proche de la valeur trouvée numériquement par Tvergaard [5-16].

- Prise en compte de la germination des cavités simultanément avec la croissance.

Pendant un incrément de déformation, l'accroissement de porosité est la somme de deux contributions :

1-Un incrément de porosité dû à la croissance plastique des cavités existantes. Nous avons vu plus haut qu'on pouvait l'écrire sous la forme:

$$df_c = (1-f) de_{kk}^p$$

2-Un incrément de porosité dû à la germination de nouvelles cavités  $df_g$ . La loi que l'on donne pour  $df_g$  dépend du matériau. On adopte généralement deux types de germination: contrôlée par la déformation ou par la contrainte (cf chapitre 4). Au total on a donc :

$$df = df_g + df_c$$

Cette expression additive est largement utilisée dans la littérature ( cf [5-17] par exemple).

#### c) Vérifications expérimentales du critère de Gurson.

Il y a malheureusement assez peu de vérifications expérimentales du critère de Gurson, dans la littérature.

Spitzig et al. [5-18] ont réalisé des essais de traction simple sur des éprouvettes de fer fritté, contenant une porosité initiale  $f_0$  telle que  $3.10^{-3} < f_0 < 11.10^{-2}$ . Leur vérification ne porte que sur la croissance de la porosité. Le modèle de Gurson (sans la correction de Tvergaard [5-15]) semble donner une bonne estimation (légèrement sous-évaluée) de la porosité après déformation. Cependant, l'effet adoucissant de la porosité, ainsi que l'effet de la triaxialité des contraintes sur la vitesse de croissance ne sont pas abordés.

Becker et al. [5-19] abordent ce dernier point en menant des essais de traction sur des éprouvettes entaillées avec différents rayons d'entaille. Ils utilisent un calcul par la méthode des éléments finis avec la loi de comportement de Gurson modifiée ( avec  $q_1=1,25$ ) pour calculer le champ de porosité dans les éprouvettes. La comparaison est faite avec la porosité mesurée métallographiquement le long de l'axe des éprouvettes. L'accord semble bon, à tous les niveaux de triaxialité.

Les courbes de chargement simulées semblent cependant légèrement différentes des données expérimentales. Les auteurs ne précisent pas si l'effet adoucissant de la porosité est bien reproduit par le modèle.

#### d) Autres modèles de matériaux poreux.

Il existe dans la littérature de nombreux autres modèles, moins utilisés que le modèle de Gurson. On peut les séparer en deux classes:

Les modèles basés sur des calculs micromécaniques: Il s'agit essentiellement de calculs d'homogénéisation périodique de matériaux perforés. On peut citer à cet égard les calculs de Guennouni et François [5-20], selon lesquels le critère s'exprime sous une forme proche de la deuxième expression de Gurson:

$$\left(\frac{\sigma_{eq}}{B \sigma_y}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_m}{A \sigma_y}\right)^2 - 1 = 0$$

Enfin Licht et Suquet [5-3], toujours avec le même type de calculs mettent en évidence l'effet d'interaction entre cavités voisines, qui augmente encore la vitesse de croissance, pour de fortes porosités ( $f > 10^{-1}$ ).

Une seconde approche est purement phénoménologique. Un bon exemple est le modèle de Rousselier [5-21], développé dans le cadre général de l'approche thermodynamique de l'endommagement [5-22]. Il a été utilisé avec succès pour la prévision de la ductilité d'éprouvettes entaillées en acier faiblement allié [5-23]. Mais il ne semble pas bien adapté dans les cas où la germination est progressive.

#### 5-2.2. Les modèles de coalescence de cavités ou de rupture.

La phase ultime du processus d'endommagement est la coalescence des cavités. C'est probablement la phase la moins connue, car c'est la plus difficile à observer.

Dans certains matériaux, les cavités croissent jusqu'à se toucher. Puttick [5-24] a observé ce type de coalescence dans du cuivre par exemple, et nous l'avons nous-même mis en évidence au chapitre 3 (cf Figure (3.31)).

Cependant, le plus souvent, la croissance est interrompue par une localisation de la déformation dans le ligament entre les cavités, par formation d'une bande de cavités ("void sheet" cf [5-25]). Ce phénomène est d'autant plus marqué que la matrice contient des précipités plus petits que les cavités principales, mais susceptibles de former une seconde population de vides. Une des difficultés associées à ce mode de rupture est liée au fait que nous ne savons pas si l'apparition de la bande de cavités est à l'origine de la coalescence, ou si elle en est la conséquence.

### 5-2.2.1. Les critères "géométriques".

Le modèle le plus simple a été imaginé par McClintock [5-5] pour le premier mécanisme. Il consiste à calculer la déformation nécessaire pour que le diamètre des cavités soit égal à la distance qui les sépare. Tracey [5-6] a cependant montré que ce modèle simple surestimait considérablement la ductilité. D'autres modèles basés sur des considérations géométriques, dérivés du précédent ont été formulés. Brown et Embury [5-26] par exemple estiment que la coalescence a lieu lorsque la hauteur des cavités est égale à la distance qui les sépare. Il semble cependant que leur modèle surestime également la ductilité.

Une idée simple, reprenant celle de McClintock [5-5], a été proposée par d'Escatha et Devaux [5-27]. Elle consiste à supposer que le taux de croissance des cavités au moment de la rupture est une constante  $(R/R_0)_c$ , indépendante du taux de triaxialité des contraintes. Cette idée a été poursuivie plus tard par Lautridou [5-28] et par Mudry [5-29], qui l'ont appliquée avec succès à des aciers faiblement alliés 15 MND6, dans lesquels la coalescence a lieu par cisaillement entre des cavités formées sur des inclusions de sulfure de manganèse. La souplesse de cette approche réside dans le fait que  $(R/R_0)_c$  est un paramètre qui peut être ajusté sur certaines géométries d'éprouvettes puis appliqué à d'autres, telles des éprouvettes fissurées.

Cependant, elle comporte certains inconvénients. Le premier est que  $(R/R_0)_c$  semble ne pas être une constante. Mudry [5-29] observe une décroissance de ce paramètre avec la triaxialité. Il la justifie en partie en utilisant une théorie d'instabilité, que nous verrons plus loin.

Le second est que ce paramètre n'a plus de sens lorsqu'une part importante de la porosité à rupture est apparue par germination progressive. La croissance des cavités n'est plus le mécanisme qui contrôle la rupture.

Dans ce cas on peut trouver dans la littérature un critère très voisin de  $(R/R_0)_c$ ; on suppose que la rupture correspond à une fraction critique de porosité  $f_c$ . Tvergaard et Needleman [5-30] ont introduit les premiers ce critère dans un calcul mené avec une loi de Gurson. Ces auteurs postulent que la rupture a lieu lorsque la "charge portante" du matériau s'annule. Or, si on introduit une contrainte nulle dans le critère de Gurson (1), on trouve la condition suivante sur la porosité  $f$ :

$$2 f q_1 - (1 + (q_1 f)^2) = 0 \text{ (avec } q_3 = q_1^2 \text{)}$$

soit  $f = 1/q_1$ , avec  $q_1 = 1,5$ , ce qui donne  $f = 0,666$

Cette valeur est bien trop élevée, et les auteurs de [5-30], imposent à  $f$  un coefficient "d'amplification", à partir d'une valeur critique  $f_c$ , jusqu'à une valeur à rupture  $f_f$ :

$$\frac{\sigma_{eq}^2}{\sigma_0^2} + 2 f^* q_1 \cosh\left(q_2 \frac{3}{2} \frac{\sigma_m}{\sigma_0}\right) - (1 + q_1^2 f^{*2}) = 0$$

où  $f^*$  dépend de  $f$  de la manière suivante:

$$f^* = f \text{ si } f < f_c ;$$

$$f^* = f_c + \left(\frac{1}{q_1} - f_c\right) \cdot (f - f_c) \text{ si } f > f_c.$$

Selon Koplik et Needleman [5-31], des calculs aux éléments finis sur une cellule élémentaire cylindrique contenant une cavité sphérique montrent que l'état de déformation, bifurque vers un état d'élongation simple, pour une valeur de porosité indépendante de la triaxialité macroscopique, mais dépendant de la géométrie de la cellule élémentaire. Cette striction du ligament serait, selon [5-31] le début de la coalescence. La remarque précédente s'applique également à ce calcul. Seule la croissance de la population initiale de cavités est prise en compte. On ne sait pas si ce critère en  $f_c$ , qui est exactement analogue à celui d'un taux de croissance critique  $(R/R_0)_c$ , s'applique lorsqu'une fraction importante de la porosité à rupture apparaît par germination en cours de chargement.

#### 5-2.2.2. Les critères d'instabilité.

Une deuxième approche consiste à voir dans la coalescence de cavités, un phénomène *d'instabilité de comportement*. Cette explication, clairement ne s'adresse pas au cas où les cavités croissent jusqu'à se toucher, mais bien plus à celui où la déformation se localise dans une bande joignant de

nombreuses cavités distantes les unes des autres. Ce type de phénomène peut s'appliquer à plusieurs échelles:

- A une échelle moyenne, où les cavités considérées sont les plus grosses. On peut considérer par exemple que la bande de cavités vue à la Figure (3.34) en est un exemple.

- A l'échelle de la matrice, où la localisation a lieu dans une bande contenant des cavités plus petites (cf Figure (3.33)): Il s'agit du mécanisme de formation de la bande de cavités ("void sheet") qui apparaît dans le ligament entre les cavités primaires.

On ne sait malheureusement pas lequel de ces deux phénomènes apparaît avant l'autre.

#### a) Rappels sur les instabilités de comportement.

Mandel [5-32], le premier, établit la liaison entre l'instabilité du comportement et l'existence de surfaces caractéristiques des équations de la mécanique.

En effet, les caractéristiques, sont des surfaces à travers lesquelles certaines dérivées des contraintes, pour les caractéristiques des contraintes, ou certaines dérivées du champ de vitesse, pour les caractéristiques du champ de vitesse, peuvent être discontinues, *sans que les conditions d'équilibre ou de compatibilité des déformations ne soient violées*. De telles surfaces représentent donc de bonnes situations pour la formation de bandes de localisation de la déformation.

Lorsque de telles surfaces existent, (le problème est qualifié d'hyperbolique), les conditions aux limites se "propagent" le long de ces surfaces, comme c'est le cas en plasticité parfaite, le long des lignes de glissement (cf les équations de Hencky et de Geiringer [5-33]). Dans ce cas, *le champ perturbé au voisinage d'un défaut (une cavité ou une microfissure) se propage instantanément le long des caractéristiques qui passent par lui*. Il y a alors localisation.

En revanche, lorsque ces surfaces n'existent pas, (le problème est dit elliptique, comme c'est le cas en élasticité par exemple), le champ perturbé s'estompe et ne concerne que le voisinage du défaut; (un exemple est donné par le principe de Saint Venant en élasticité).

La première condition pour qu'il y ait formation d'une bande de localisation, est une condition cinématique de compatibilité entre les deux faces de la surface de discontinuité (cf Figure (5.2)); dans la bande, la vitesse ne doit varier que selon  $z$ , et la vitesse doit être égale des deux côtés de l'interface (sinon il y a formation d'une "fissure"). Cette condition est exprimée par Rice [5-34] par :

$$u_{i,j} = u_{i,j}^0 + q_i n_j$$

$$\text{soit : } \varepsilon_{ij} = \varepsilon_{ij}^0 + \frac{1}{2}(q_i n_j + q_j n_i) \quad (2)$$

où  $u^0$  est la vitesse en dehors de la bande,  $n$  est la normale à la bande, et où  $q_i$  caractérise la direction et l'amplitude du saut de déformation.

On peut également noter que, dans le cas d'un matériau rigide plastique, le plan de localisation doit contenir deux directions d'extension nulle (cf Berg [5-12]).

*Pour un état de déformation donné, cette condition impose la direction de localisation.*

La seconde condition porte sur l'équilibre [5-34]. On sait que l'équilibre impose la continuité du vecteur contrainte à travers une surface:

$$n_i \sigma_{ij} = n_i \sigma_{ij}^0 \quad (3)$$

où  $\sigma^0$  est la contrainte à l'extérieur de la bande.

*Si le matériau s'écroute, une discontinuité de déformation entrainera alors une discontinuité du vecteur contrainte, qui viole l'équilibre. La matrice d'écroutissage doit donc être telle que la variation du vecteur contrainte à travers la surface est nulle. Rice [5-34] écrit cette condition de la manière suivante. Soit la matrice d'écroutissage  $H$  telle que :*

$$\dot{\sigma}_{ij}^0 = H_{ijkl} \dot{\varepsilon}_{kl}^0 \text{ avec le même comportement dans la bande } \dot{\sigma}_{ij} = H_{ijkl} \dot{\varepsilon}_{kl}$$

En introduisant (2) et (3) dans cette dernière équation, on trouve que, l'orientation de la bande  $n_i$ , et l'écroutissage  $H$  doivent vérifier la relation suivante :

$$(n_i H_{ijkl} n_l) q_k = 0$$

qui n'a de solution non nulle pour  $q$  que si

$$\det |n_i H_{ijkl} n_l| = 0$$

Nous allons montrer quelques exemples d'application dans le cas de matériaux poreux.

b) Utilisation de la théorie de la localisation pour les matériaux dilatants et sensibles à la pression hydrostatique.

Hill [5-33], le premier, cherche la direction des caractéristiques de contrainte en déformation plane pour un matériau dont l'écoulement suit un critère de Tresca "généralisé", dépendant de la tension hydrostatique  $E(\tau_m, p)$ , où  $p$  est la contrainte moyenne et  $\tau_m$  le cisaillement maximum.

Dans le diagramme de Mohr (cf Figure (5.3)), les cercles de Mohr sur la frontière d'écoulement ont une enveloppe  $E(\tau, \sigma)$ . Hill [5-34] montre alors que la direction des caractéristiques est la direction donnée par le point de contact du cercle de Mohr avec son enveloppe (il y a deux directions symétriques). La normale à la caractéristique fait alors un angle  $-\pi/4 \pm \psi/2$  (cf Figure (5.3)) avec la direction de la plus grande contrainte principale.

Pour de fortes tensions hydrostatiques, le cercle de Mohr ne touche plus l'enveloppe. Il n'y a alors plus de localisation possible, (l'état de contrainte est elliptique). Au cas limite, on a  $\psi = \pi/2$  la caractéristique est perpendiculaire à la plus grande contrainte principale.

Berg [5-12] montre que les caractéristiques de vitesse sont confondues avec celles des contraintes lorsque l'écoulement est normal au critère de plasticité. Il envisage le cas d'un matériau poreux dont le critère s'exprime par:

$$\frac{2}{3} \sigma_{eq}^2 - g(p) = \sigma_y^2$$

ce qui est très proche de la forme du critère de Gurson (cf Figure (5.3)), avec une loi d'écoulement associée:

$$d\epsilon_{ij}^p = d\lambda \left( 2s_{ij} + \frac{g'(p)}{3} \delta_{ij} \right)$$

Il cherche alors à l'aide du cercle de Mohr des déformations, l'orientation des bandes de localisation potentielles, en utilisant la propriété rappelée plus haut selon laquelle les caractéristiques de vitesse contiennent deux directions d'extension nulle. Il trouve alors que le plan de localisation est tel que, dans ce plan on a:

$$\frac{\sigma'_{11} - \sigma'_{22}}{2} = \frac{g'}{4} \quad (\text{cf Figure (5.4)})$$

La direction de localisation peut être située entre 45° et 90° de la plus grande contrainte principale.

Dans le cas extrême, si  $g'/4$  est supérieur à  $\tau_m$ , les trois directions principales se dilatent, et il devient impossible de trouver un plan vérifiant la condition cinématique. Il ne peut pas y avoir localisation, et la rupture doit avoir lieu par croissance jusqu'au contact des cavités.

Berg [5-12] écrit la condition d'écrouissage nul en introduisant l'adoucissement par croissance des cavités; il estime que le matériau devient parfaitement plastique lorsque la contrainte d'écoulement généralisée  $K$  passe par un maximum soit:

$$dK = 0 \text{ c'est à dire}$$

$$\frac{\partial K}{\partial |e|^p} \cdot d|e|^p + \frac{\partial K}{\partial \epsilon_{kk}^p} \cdot d\epsilon_{kk}^p = 0$$

qui contient bien un terme d'adoucissement  $\frac{\partial K}{\partial \epsilon_{kk}^p}$ .

Yamamoto [5-35] utilise la théorie de Rice [5-34] et les résultats de Rudnicki et Rice [5-36], pour simuler la localisation en déformation plane et axisymétrique dans un matériau ayant un critère d'écoulement de Gurson. Pour un matériau homogène, il obtient des déformations de localisation irréalistes, dans le cas axisymétrique. Il introduit alors une hétérogénéité

sous la forme d'une bande de porosité plus élevée, (de 2 à 5 fois plus élevée que la moyenne  $f_0$ , avec  $f_0 \approx 10^{-2}$ ) pour obtenir des ductilités raisonnables.

Plus tard, Leblond et Perrin [5-40], apporteront une interprétation différente des résultats de Yamamoto. Selon eux, la bande hétérogène pourrait ne pas exister initialement. Elle se formerait perpendiculairement à l'axe de traction en cours de déformation, lorsque les cavités s'éloignent les unes des autres sous l'effet de l'allongement, et se rapprochent perpendiculairement à l'axe de traction, sous l'effet de la contraction latérale.

Mudry [5-29], utilise également une loi de comportement de Gurson pour évaluer la déformation donnant un écrouissage nul, selon un critère analogue à celui de Berg [5-35]. Il trouve que, en tenant compte des hétérogénéités dans la répartition initiale des cavités, on peut retrouver la ductilité mesurée sur des éprouvettes entaillées. Il utilise une hypothèse de "Sachs", selon laquelle une hétérogénéité est soumise à la même contrainte que la moyenne. Cette hypothèse facilite cependant l'adoucissement dans l'hétérogénéité comme nous le montrerons plus tard.

### 5-2.3. Les effets statistiques: effets de taille et effets de gradients.

#### 5-2.3.1. Evidences expérimentales de l'hétérogénéité de répartition des cavités.

Nous avons montré au paragraphe 4-4 l'importante dispersion de la fraction locale de porosité, dans les alliages que nous étudions. Cette dispersion est un phénomène commun à de nombreux matériaux.

Lautridou [5-28] a déterminé, pour des aciers de type 16MND5, l'histogramme du nombre d'inclusions de MnS par unité de surface, dans des champs de mesure d'aire constante égale à  $0,25 \text{ mm}^2$ . Il estime que la fonction de densité locale peut raisonnablement être évaluée par une loi de Poisson. Plus tard, Mudry [5-29] montrera que l'histogramme expérimental peut également être ajusté par une statistique du type  $\frac{\alpha}{n^\beta}$ , où  $n$  est le nombre d'inclusions dans un volume élémentaire  $V_0$  donné. Il montre cependant que les parties des histogrammes concernant les fortes concentrations en inclusions, peuvent être sensiblement différentes selon la statistique utilisée. Comme ce sont les zones ayant les concentrations inclusionnaires

les plus fortes qui contrôlent la ductilité, le choix du type de loi statistique est très important pour la modélisation.

Batisse [5-23], sur le même type de matériaux utilisera une approche similaire. Il montre notamment que la probabilité de trouver une fraction supérieure à 10 fois la fraction moyenne, dans un volume  $V_0$  contenant en moyenne 1 inclusion, est égale à 0,5.

Thomson et Hancock [5-41], estiment que dans un acier "suédois", contenant des particules d'oxyde, la probabilité de trouver une fraction locale égale à trois fois la fraction moyenne est de 50%.

Toutes ces approches permettent de mettre en évidence la grande dispersion des concentrations particulières locales. Cependant comme nous l'avons rappelé dans l'Annexe N°3, la détermination quantitative de cette dispersion dépend beaucoup de la taille du "volume élémentaire"  $V_0$ . Ainsi, Mudry [5-29] et Batisse [5-23] estiment que ce volume doit contenir en moyenne une seule cavité, tandis que Thomson et al. [5-41] pensent qu'il doit en contenir en moyenne 8.

Le choix du volume élémentaire représentatif du phénomène de coalescence n'est pas bien défini. Il est cependant clair que *seule la fraction moyenne de porosité ne peut pas suffire pour prévoir le comportement à rupture*. Il faut tenir compte de l'importante dispersion, qui rend des valeurs de porosité bien supérieures à la moyenne, responsables de la rupture.

#### 5-2.3.2. Prise en compte des hétérogénéités de la porosité sur le calcul de la ductité.

McClintock [5-37], évoque le premier les effets d'échelle et de gradients, qui interviennent lorsque la taille caractéristique de la microstructure (i.e. la distance entre cavités) devient comparable à celle de l'échantillon ou à la distance caractéristique des gradients. Il adopte une méthode classique pour traiter le problème : si  $\delta V_0$  est le volume moyen occupé par une cavité, il recherche la probabilité  $P$  que le volume sollicité  $V$  comprenne au moins un volume élémentaire  $\delta V_0$  contenant  $x$  inclusions. Selon McClintock [5-37], la ductilité d'un tel volume élémentaire peut être calculée d'après le critère de jonction des cavités et la loi de croissance qu'il donne dans [5-5]. Il ne dit pas si la rupture d'un seul volume élémentaire conduit à la ruine totale de la structure.

Mudry [5-29] adoptera une approche similaire. Il utilise la théorie du "maillon le plus faible", selon laquelle la rupture d'un élément de volume entraîne la ruine de la structure. Si PR est la probabilité de rupture de la structure de volume V, et pr la probabilité de rupture de chaque volume élémentaire  $V_0$ , on a alors la relation:

$$1 - PR = \prod_{\text{éléments}} (1 - pr)$$

Pour un volume sollicité V suffisamment grand devant  $V_0$ , on a alors :

$$PR = 1 - \exp\left(\int_V \text{Ln}(1 - pr) \frac{dV}{V_0}\right)$$

Comme la rupture a généralement lieu dans dans les zones ou l'endommagement est très supérieur à l'endommagement moyen, pr est majoritairement très faible. On a alors:

$$PR = 1 - \exp\left(- \int_V pr \frac{dV}{V_0}\right) \quad (4)$$

Le calcul de pr est fait selon le modèle que nous avons évoqué dans le paragraphe précédent: La matrice environnant le volume  $V_0$  lui impose son état de contrainte, et le critère d'adoucissement fournit la plus petite porosité initiale  $f_{0c}$  qui conduirait à la rupture sous cet état de contrainte (cf Figure (5.6)). On a alors

$$pr = \int_{f_{0c}}^{\infty} p(f) df \quad (5)$$

où la fonction  $p(f)$ , probabilité de trouver une fraction supérieure à f dans  $V_0$ , est déterminée expérimentalement par des mesures métallographiques. D'après Mudry [5-29] la ductilité moyenne ainsi simulée reproduit bien la tendance expérimentale. Cependant la dispersion théorique est trop faible, voire nulle dans certains cas.

Mudry montre également que le résultat dépend beaucoup de la forme de la fonction de distribution  $p(f)$  adoptée. Or, nous savons que la dispersion de la

porosité dépend de l'échelle à laquelle la mesure est faite. On peut craindre que le volume  $V_0$  ne soit pas représentatif du phénomène d'amorçage.

Becker [5-43] mène des calculs par éléments finis en plasticité avec le critère de Gurson incluant le modèle de coalescence vu plus haut, sur des massifs contenant une distribution de fraction volumique de porosité. Il ressort de ses conclusions que le comportement macroscopique, avant rupture, est presque identique à celui qu'aurait un matériau doté d'une porosité uniforme, égale à la porosité moyenne de la distribution. Cependant, la rupture a lieu considérablement plus tôt dans le cas où la porosité est distribuée.

Enfin Leblond et Perrin [5-44], à l'aide d'un modèle de sphère composite faite de couches concentriques de matériaux de porosités différentes, soumise à de la tension hydrostatique, étudient l'évolution avec la déformation de la fonction de distribution de porosité initiale.

#### 5-2.4. Conclusions de l'étude bibliographique.

Il ressort de cette étude bibliographique que, selon la forme des cavités envisagée, l'écroutissage de la matrice, la porosité moyenne et la proximité de cavités voisines, les lois de croissance de la porosité peuvent différer sensiblement.

Cependant, la loi de comportement proposée par Gurson [5-11] et modifiée par Tvergaard est très intéressante pour plusieurs raisons:

- On sait qu'elle est une loi exacte dans un cas particulier. Dans de nombreux autres cas, elle a fait l'objet de vérifications numériques.

- Elle permet de décrire l'effet adoucissant de la porosité, et donc de décrire la rupture comme une instabilité plastique.

Ce dernier point est important car nous avons vu plus haut que les critères de rupture ductile basés sur des considérations géométriques surestiment la ductilité. Certains critères basés sur une croissance critique ou une porosité critique sont utiles, mais peu justifiés, lorsque le taux de germination est comparable au taux de croissance de la porosité.

La théorie de Gurson présente un inconvénient: Elle ne fait pas intervenir de dimension caractéristique des porosités (mais uniquement la fraction volumique). La mécanique ne nous fournit donc pas d'indication sur l'échelle à laquelle les mesures de porosité doivent être faites. Cette échelle ne peut être choisie que d'après la distribution des cavités.

Avec ces conclusions à l'esprit nous allons présenter le modèle retenu pour rendre compte de la ductilité de l'alliage Y4331 vieilli, testé à 20°C à l'aide d'éprouvettes lisses et entaillées.

### 5-3. Présentation du modèle: Comportement et rupture d'un élément de volume.

Nous allons présenter dans ce paragraphe, le modèle retenu pour le comportement d'un point matériel (i.e. d'un petit élément de volume contenant quelques fissures de clivage), et le critère de rupture associé. Ce modèle est largement inspiré des calculs développés par Mudry et que nous avons présentés plus haut.

Comme nous l'avons indiqué précédemment, un critère de rupture exprimé en termes de taux de croissance critique n'a de sens que si la croissance des cavités est le mécanisme d'endommagement le plus important.

Dans un premier temps, nous allons présenter une expression simple de la fraction volumique de cavités, couplant un terme de croissance de cavités et un terme de germination. Cette approche simplifiée, découplée du comportement, a le mérite de bien mettre en évidence l'importance de la germination par rapport à la croissance, mais elle ne permet pas de donner un critère objectif de rupture.

Dans un second temps, nous présenterons un modèle de comportement inspiré du modèle de Gurson [5-11], et du travail de Mudry [5-29], ainsi que le critère de rupture, associé à l'adoucissement macroscopique.

Dans tous ces modèles, la variable caractérisant l'endommagement est la fraction volumique de porosités. Nous allons donc tout d'abord voir comment nous évaluons cette porosité en fonction des données sur les microfissures de clivage exposées dans le chapitre 4.

### 5-3.1 Passage de la densité surfacique de fissures à la "porosité équivalente".

Immédiatement après leur apparition, les fissures de clivage, encore fermées, n'occupent aucun volume. Ainsi la porosité réelle qu'elles créent, par germination, est nulle. L'endommagement associé à des fissures parallèles est donc anisotrope, et ne s'exprime pas simplement en terme de porosité réelle.

Mudry [5-29] avait déjà rencontré une situation analogue, lorsque les inclusions de MnS, se fracturaient, ou avaient des formes ellipsoïdales "applaties" perpendiculairement au sens de la traction. Il avait simplifié le problème en prenant, dans chaque direction de traction, une "*fraction volumique équivalente*" de cavités, obtenue en considérant que chaque fissure est aussi nocive qu'une cavité sphérique ayant la même surface projetée, perpendiculairement à la direction de traction. Il est arrivé ainsi à bien rendre compte de l'anisotropie du comportement à rupture de l'acier 16MND5 qu'il a étudié.

Nous allons utiliser une approche équivalente pour l'alliage Y4331 déformé à 20°C.

Expérimentalement, nous avons accès au nombre de fissures par unité d'aire, dans une section métallographique, ainsi qu'à la distribution d'aire des fissures et à leur diamètre tangent dans des directions particulières. Grâce à ces paramètres, nous pouvons calculer, à l'aide d'arguments de stéréologie, une "fraction volumique équivalente", pour les fissures de clivage.

*Nous allons considérer une population de fissures dont la distribution des aires n'évolue pas avec la déformation, comme nous l'avons montré au chapitre 4.*

Considérons maintenant chaque fissure "i" mesurée au § 4-8.1.2.. Nous avons effectué  $N_{mes} = 357$  mesures. Une unité de volume soumise à une déformation donnée, contient  $N_v$  fissures. En supposant que toutes les fissures mesurées sont identiquement représentative des fissures en

volume, il y a donc  $n_v = N_v/N_{\text{mes}}$  fissures identique à la fissure  $i$  dans l'unité de volume.

La fraction volumique équivalente de cette classe de fissures est définie par :

$$f_{eqi} = n_v \pi \frac{4}{3} \left( \sqrt{\frac{a_i}{\pi}} \right)^3$$

Soit  $N_{ai}$  la contribution de cette classe de fissures au nombre de fissures par unité de surface en section, et  $D_i$  le diamètre tangent de la fissure "i" perpendiculairement au plan de section, on a alors:

$$N_{ai} = n_v D_i$$

En considérant maintenant que la fraction volumique totale  $f_{eq}$ , ainsi que la densité surfacique totale  $N_a$ , sont la somme des contributions de toutes les classes de fissures  $i$ , on a les relations suivantes:

$$f_{eq} = n_v \pi \frac{4}{3} \sum_i \left( \sqrt{\frac{a_i}{\pi}} \right)^3$$

et 
$$N_a = n_v \sum_i D_i$$

où la somme  $\Sigma$  porte sur toutes les fissures mesurées au chapitre 4.

D'après ces deux équations, on déduit la fraction équivalente de cavités:

$$\frac{f_{eq}}{N_a} = \frac{4}{3 \sqrt{\pi}} \frac{\sum_i (\sqrt{a_i})^3}{\sum_i D_i}$$

On peut alors définir le taux de germination équivalent, par:

$$A_n = \frac{4}{3 \sqrt{\pi}} \frac{\sum_i (\sqrt{a_i})^3}{\sum_i D_i} \frac{dN_a}{d\varepsilon_{eq}^p} = G \frac{dN_a}{d\varepsilon_{eq}^p}$$

qui apparait comme le produit d'un facteur géométrique  $G$  et d'un taux surfacique de germination,  $\frac{dN_a}{d\varepsilon_{eq}^p}$ .

Lors des mesures de surfaces exposées au chapitre 4, nous avons également déterminé les diamètres tangents dans deux directions: R et L, et nous en avons déduit le facteur géométrique. Les données sont exposées dans le Tableau 5-1. On note que les deux directions donnent des résultats assez proches.

*Dans le reste du mémoire nous prendrons un facteur géométrique G égal à  $9,28 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2$ , déduit des mesures métallographiques effectuées sur l'éprouvette prédéformé à 12% (comportant le plus grand échantillon de mesures).*

Le facteur  $\frac{dN_a}{d\varepsilon_{eq}^p}$  sera déterminé à partir des données du chapitre 4. On prendra dans un premier temps le taux maximum de germination rencontré lors des mesures sur un masque de  $1 \text{ mm}^2$  (cf § 4-4.1) qui est de  $650 \text{ mm}^{-2}$ .

*La loi de germination s'exprime donc sous la forme :*

$$df_g = A_n d\varepsilon_{eq}$$

où  $A_n$  est pris égal à  $6,0 \cdot 10^{-1}$  (exprimé en fraction volumique de porosité apparue par germination pour une déformation de 1,00, et donc sans unité).

### 5-3.2. Modèle simplifié, découplé du comportement, de la germination et de la croissance des cavités.

L'objectif de ce paragraphe est de montrer simplement l'importance relative de la germination par rapport à la croissance des cavités.

Considérons un élément de volume soumis à un chargement sous triaxialité des contraintes  $\sigma_m/\sigma_{eq}$  constante.

Lors d'un incrément de déformation, nous exprimons l'augmentation de porosité, comme on l'a vu plus haut, par:

$$df = df_c + df_g$$

Soit  $v_c$  le volume d'une cavité et R son rayon, on a:

$$\frac{dv_c}{v_c} = 3 \frac{dR}{R}$$

$$\text{Or } d\varepsilon_{kk} = \frac{df}{(1-f)}, \text{ et } d\varepsilon_{kk} = \frac{f dv_c}{v_c}$$

On en déduit simplement  $df_c = 3 f (1 - f) \frac{dR}{R}$

En adoptant la loi de croissance de cavités proposée par Rice et Tracey, on peut alors exprimer le terme de croissance comme:

$$df_c = 3 f (1 - f) 0,28 \exp\left(\frac{3}{2} \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}}\right) d\epsilon_{eq}^p$$

L'équation différentielle gouvernant la fraction de porosité est donc :

$$\frac{df}{d\epsilon_{eq}^p} = 3 f (1 - f) 0,28 \exp\left(\frac{3}{2} \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}}\right) + A_n$$

En négligeant le terme de second ordre, et en prenant  $f(\epsilon_{eq}^p = 0) = 0$ , cette équation s'intègre en :

$$f = \frac{A_n}{K} [\exp(K\epsilon_{eq}^p) - 1] \text{ avec } K = 3 \cdot 0,28 \cdot \exp\left(\frac{3}{2} \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}}\right)$$

Ainsi, pour une éprouvette lisse, on a  $K \approx 1,38$ , et à rupture ( $\epsilon^p \approx 0,19$ ), la fraction volumique équivalente de cavités est de l'ordre  $13 \cdot 10^{-2}$ . On en déduit immédiatement le taux de croissance,  $df_c \approx 0,15 \cdot d\epsilon^p$ . On note alors que la vitesse de croissance dans ce cas est inférieure à la vitesse de germination donnée dans le paragraphe précédent  $df_g \approx 0,60 \cdot d\epsilon^p$ .

*Cet exemple illustre clairement l'importance de la germination dans cet alliage, et l'impossibilité d'utiliser un critère de rupture exprimé en terme de taux de croissance critique.*

Nous chercherons un critère lié à l'adoucissement du matériau, généré aussi bien par la germination que par la croissance.

### 5-3.3. Modèle simplifié de comportement couplé à l'endommagement.

Dans ce paragraphe, nous introduisons le modèle que nous avons retenu pour simuler le comportement d'un élément de volume, comportant des fissures. Nous présentons tout d'abord les équations du comportement (critère de plasticité, loi d'écoulement, loi d'évolution de la porosité etc.), puis le critère de rupture associé.

### 5-3.3.1 Les équations du modèle.

Ce modèle est largement inspiré de celui adopté par Mudry [5-29]. Le critère de Gurson[5-11] peut être approché, pour de faibles fractions volumiques  $f$  par l'expression suivante:

$$\Phi = \sqrt{\frac{3}{2} s_{ij}s_{ij}} - \sigma_y \left[ 1 - 2 f q_1 \cosh\left(\frac{3}{2} \frac{\sigma_m}{\sigma_y}\right) \right]^{\frac{1}{2}} = 0$$

Comme le suggère Gurson [5-11], l'écoulement est normal au critère de plasticité:  $d\epsilon_{ij}^p = \lambda \frac{\partial \Phi}{\partial \sigma_{ij}}$ . On en déduit le tenseur de déformation plastique :

$$d\epsilon_{ij}^p = \lambda \left[ \frac{3}{2} \frac{s_{ij}}{\sigma_{eq}} + \frac{f q_1 \sinh\left(\frac{3}{2} \frac{\sigma_m}{\sigma_y}\right)}{2 \left[ 1 - 2f q_1 \cosh\left(\frac{3}{2} \frac{\sigma_m}{\sigma_y}\right) \right]^{\frac{1}{2}}} \delta_{ij} \right]$$

On a alors :

$$\lambda = d\epsilon_{eq}^p$$

où  $d\epsilon_{eq}^p$  est l'incrément de déformation équivalente de Von Mises.

*Nous allons maintenant faire l'hypothèse que l'écrouissage de la matrice ne dépend que de la déformation de Mises.* (Par rapport à la formule donnée au § 5-2.1.2. b, nous avons négligé la contribution de la dilatation dans l'écrouissage).

Nous écrivons alors que l'on a

$$\sigma_y = \sigma_y(\epsilon_{eq}^p)$$

Cette loi d'écrouissage est identifiée sur un essai de traction simple. Comme l'endommagement est très localisé, il y a lieu de penser qu'à l'échelle macroscopique, la porosité a un effet négligeable sur la contrainte d'écoulement.

La croissance de la porosité est liée à la dilatation par l'expression:

$$d\varepsilon_{kk}^p = \frac{df_c}{(1-f)}$$

On en déduit alors l'expression de  $df_c$  :

$$df_c = (1-f) \cdot \frac{\frac{3}{2} f q_1 \sinh\left(\frac{3}{2} \frac{\sigma_m}{\sigma_y}\right)}{\left[1 - 2f q_1 \cosh\left(\frac{3}{2} \frac{\sigma_m}{\sigma_y}\right)\right]^{\frac{1}{2}}} d\varepsilon_{eq}^p$$

Comme nous l'avons discuté plus haut, le terme de germination est supposé ne dépendre que de la déformation plastique. Bien que nous ayons montré au § 4-3.2. l'importance de la déformation principale, nous prendrons par simplicité la déformation équivalente. *Ces deux paramètres, identiques dans le cas de la traction simple, sont peu différents dans le cas de la traction d'éprouvettes entaillées que nous allons traiter. On conserve la même loi de germination établie précédemment, soit :*

$$df_g = A_n d\varepsilon_{eq}^p$$

En négligeant les termes du second ordre, on trouve à nouveau une équation différentielle gouvernant la porosité :

$$\frac{df}{d\varepsilon_{eq}^p} = f \cdot K + A_n \quad (6)$$

$$\text{avec } K = \frac{3}{2} q_1 \sinh\left(\frac{3}{2} \frac{\sigma_m}{\sigma_y}\right)$$

La solution générale de cette équation s'écrit de la manière suivante:

$$f(\varepsilon_{eq}^p) = f_0 \cdot \exp(K \cdot \varepsilon_{eq}^p) + \frac{A_n}{K} \cdot [\exp(K \cdot \varepsilon_{eq}^p) - 1]$$

Dans le reste du mémoire, dans les applications aux aciers austéno-ferritiques vieillis, nous prendrons la condition initiale suivante:

$$f(\varepsilon_{eq}^p = 0) = f_0 = 0,00$$

### 5-3.3.2. Le critère de rupture associé.

Comme nous l'avons dit plus haut, nous allons interpréter la rupture comme une instabilité de comportement, due à l'adoucissement causé par les cavités. Nous ne nous occuperons pas de l'aspect directionnel de la localisation. Le critère d'adoucissement sera alors simplement exprimé par le passage par un maximum de la contrainte équivalente  $d\sigma_{eq}=0$ , comme l'a supposé Mudry [5-29]. Ce critère est très proche de celui qu'a formulé Berg [5-12], et que nous avons rappelé plus haut.

Son interprétation graphique est simple: Sous une triaxialité donnée, dans le diagramme  $\sigma_{eq} - \sigma_m$ , l'éloignement du point figuratif de l'état de contrainte par rapport au centre du diagramme doit passer par un maximum.

Ce critère n'est certes pas identique à celui formulé par Rice [5-34] vu plus haut. Cependant, les calculs de Koplik et Needleman [5-31], montrent que le point de coalescence est d'autant plus proche du point de passage de la contrainte par le maximum, que l'écroutissage est élevé et la triaxialité des contraintes pas trop forte (de l'ordre de 1,0). Cela sera le cas dans les applications que nous verrons plus loin.

En reprenant les équations du paragraphe précédent, cette condition s'exprime par:

$$\frac{d\sigma_{eq}}{d\varepsilon_{eq}^p} = 0$$

soit:

$$\left[ 1 - 2f q_1 \cosh\left(\frac{3}{2} \frac{\sigma_m}{\sigma_y}\right) \right]^{\frac{1}{2}} \cdot \frac{d\sigma_y}{d\varepsilon_{eq}^p} - \sigma_y q_1 \cosh\left(\frac{3}{2} \frac{\sigma_m}{\sigma_y}\right) \frac{df}{d\varepsilon_{eq}^p} = 0 \quad (7)$$

Le premier terme est celui associé au durcissement; il fait apparaître l'effet

de l'écroutissage de la matrice  $\frac{d\sigma_y}{d\varepsilon_{eq}^p}$ . Le second, est le facteur d'adoucissement

contenant l'expression  $\frac{df}{d\varepsilon_{eq}^p}$ , que l'on tire de l'équation différentielle (6). Ce

terme renferme bien le double effet adoucissant; celui associé à la croissance par K.f, et celui associé à la germination par An.

Cette équation semble insoluble analytiquement, pour un écrouissage en loi puissance. La recherche du zéro de l'équation (7) est effectuée numériquement.

### 5-3.3.3. Résultats du modèle élémentaire.

Pour mener les calculs simplement, nous avons considéré que la triaxialité des contraintes peut être approchée par le rapport  $\frac{\sigma_m}{\sigma_y}$ , au lieu de

$$\frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}}$$

Les résultats présentés ici ont été établis avec une loi de comportement de la matrice de la forme :

$$\sigma_{eq} = k \cdot \varepsilon_{eq}^{p \cdot n}$$

avec les coefficients suivants :  $k=1385,16$  MPa,  $n=0,285$ ; qui sont proches des coefficients déterminés sur l'alliage Y4331 à 20°C. Dans tous les cas, nous avons pris  $f_0=0,00$  et un coefficient  $q_1 = 1,25$ .

La Figure (5.7) illustre l'évolution de la ductilité en fonction de la triaxialité des contraintes, pour différents taux de germination.

La Figure (5.8) montre la fraction volumique de cavités à rupture, fonction de la triaxialité des contraintes. Cette fraction décroît nettement avec la triaxialité des contraintes. Mudry [5-29], avec un critère de rupture analogue avait déjà observé la diminution du taux de croissance critique avec la triaxialité. Cette remarque montre bien qu'un *critère en terme de porosité critique indépendant de l'état de contrainte n'est pas forcément justifié d'un point de vue mécanique.*

On peut expliquer ce phénomène, en observant que, *quand l'endommagement se développe, la frontière d'écoulement se referme plus vite sur l'axe des pressions que sur l'axe de la contrainte équivalente.* Le cas extrême du début de la déformation plastique est net (cf Figure (5.9)): Pour  $\varepsilon=0$ , le point de contact du critère de Mises avec l'axe des pressions est rejeté à l'infini. Après un incrément de déformation, de la porosité est créée par germination ce qui referme la frontière d'écoulement sur une pression finie, tandis que son point de contact avec l'axe  $\sigma_{eq}$  monte par écrouissage. Il est clair que, pour les fortes triaxialités, compte tenu du critère de rupture

adopté, l'incrément de déformation est instable, tandis que pour de faibles triaxialités, le point figuratif des contraintes s'éloigne du centre, et est donc stable. Ceci illustre bien que l'instabilité peut être atteinte avec ce modèle, pour une porosité d'autant plus faible que la triaxialité est élevée.

la Figure (5.10) montre la part relative de la porosité associée à la germination ( $f_{\text{germ}}$ ) au moment de la rupture, pour une fraction critique ( $f_{\text{crit}}$ ). Comme nous l'avions pressenti dans le paragraphe précédent, on note que la croissance apporte une faible contribution à la porosité à rupture. Pour la valeur du taux de germination estimée plus haut ( $A_n=0,60$ ) pour l'alliage Y4331, on trouve un rapport de l'ordre de 0,90. A titre de comparaison, un matériau dont les cavités de rayon  $R_0$  apparaissent par germination instantanée, donnerait un rapport :

$$\frac{f_{\text{germ}}}{f_{\text{crit}}} = \frac{1}{\left(\frac{R}{R_0}\right)_c^3}$$

Lautridou [5-28] a étudié le comportement de divers aciers dans lesquels la rupture était amorcée à partir de la formation de cavités qui prenaient naissance sur des inclusions de type MnS. Il a testé ces matériaux suivant divers sens de prélèvement. L'acier (repère C), testé dans le travers court, présentait le taux de croissance le plus faible:  $\left(\frac{R}{R_0}\right)_c = 1,1$  correspondant à un

rapport  $\frac{f_{\text{germ}}}{f_{\text{crit}}} = 0,75$ .

Sur les matériaux prélevés dans d'autres directions, la part relative de la porosité associée à la germination au moment de la rupture est encore plus faible, de l'ordre de 0,14 à 0,57. Dans tous les cas, ce rapport est beaucoup plus faible que celui que nous rencontrons dans notre matériau, qui est de l'ordre de 80 à 90%.

#### 5-4. Application à la simulation de la rupture d'éprouvettes entaillées.

Nous allons maintenant appliquer le modèle présenté plus haut à la rupture des éprouvettes entaillées. Les paramètres métallographiques rentrant dans le calcul du taux de germination ont été déterminés sur des éprouvettes de l'alliage Y4331 testé à 20°C, suivant la direction T du tube.

Nous comparerons donc les résultats du modèle à ceux obtenus dans ce cas. Dans un premier temps, nous modéliserons le centre des éprouvettes comme un élément de matière sollicité de manière homogène. Dans un second temps, nous tenterons de prendre en considération la nature aléatoire de l'endommagement pour rendre compte de la grande dispersion des résultats de ductilité, ainsi que des importants effets de taille qui ont été observés. Deux échelles caractéristiques de la distribution des fissures seront étudiées: l'échelle liée à la distance moyenne entre fissures, et celle correspondant aux amas de fissures.

#### 5-4.1. Modèle N°1: Ductilité d'un élément de volume au centre des éprouvettes entaillées.

Le modèle le plus simple pour décrire une éprouvette entaillée consiste à la considérer comme un élément de volume sollicité de manière homogène, et soumis à une triaxialité des contraintes, égale à celle que l'on calcule au centre de l'entaille par éléments finis. Nous pouvons alors appliquer directement le modèle élémentaire vu plus haut, en prenant

pour rapport  $\frac{\sigma_m}{\sigma_y}$ , cette triaxialité.

Le taux de germination que nous avons utilisé dans ce cas, valait  $A_n = 0,60$ , ce qui correspond, comme nous l'avons vu plus haut, au taux de germination surfacique maximum, mesuré sur une surface de  $1 \text{ mm}^2$ .

Le fait de prendre la triaxialité des contraintes au centre des éprouvettes, revient implicitement à faire l'hypothèse que la rupture s'amorce à cet endroit.

Dans les paragraphes suivants, nous développons un modèle fonctionnant en "postprocesseur" d'un calcul aux éléments finis, qui nous permet de prendre en compte la non-uniformité du champ mécanique dans l'entaille.

#### 5-4.2. Modèle N°2: Prise en compte de l'hétérogénéité de la germination à l'échelle des fissures individuelles.

a) Hétérogénéités de la germination à l'échelle de la distance entre fissures.

Nous savons que même à l'intérieur d'un amas de fissures, la taille des cellules de Voronoi n'est pas uniforme. Pour un taux de germination

moyen donné, cette dispersion est la source d'une *distribution de taux de germination*.

Soit une cavité "i", présente dans le matériau à la déformation  $\epsilon_{eq}^p$ . Si la surface de la cellule de Voronoi associée est  $S_i$ , on peut définir une densité surfacique locale  $N_{ai}$  comme :

$$N_{ai} = \frac{1}{S_i}$$

En considérant un taux de germination constant, on peut écrire que, localement, celui-ci vaut:

$$\left( \frac{df_g}{d\epsilon_{eq}^p} \right)_i = A_{ni} = G \cdot \frac{N_{ai}}{\epsilon_{eq}^p}$$

où  $G$  est le facteur géométrique introduit précédemment (cf § 5-3.1. )

En toute rigueur cette expression est incorrecte car le taux de germination dans une cellule n'est pas constant. En un point  $p$  donné, à chaque fois qu'une cavité apparaît dans son voisinage et modifie la cellule dont  $p$  fait partie,  $N_a(p)$  subit un saut. *Le taux de germination en un point de la cellule est donc la linéarisation d'une fonction en escalier qui contient de nombreuses "marches" sur l'intervalle  $[0-\epsilon_{eq}^p]$ .*

Grâce à la distribution des surfaces  $S_i$ , on peut obtenir la distribution de taux de germination à l'échelle de la microfissure.

L'exemple que nous avons pris, est tiré de l'éprouvette N°2G (cf Annexe N° 3). Nous montrons sur la Figure (5.12), la fonction de répartition  $F(x)=\text{Proba}(A_n < x)$ . Dans ce cas, *la probabilité est définie comme étant égale à la surface occupée par toutes les cellules donnant un taux de germination  $A_{ni}$  inférieur à  $x$ , rapporté à la surface totale analysée.*

Nous avons utilisé plus haut un taux de germination égal à 0,6. Il était basé sur des mesures de densité surfacique moyenne de fissures, effectuées uniquement dans les amas de fissures. Comme ces amas occupent une faible surface, on constate qu'un tel taux de germination est assez improbable.

b) Modèle statistique.

Le modèle statistique adopté est celui est celui du "maillon le plus faible", identique à celui de Mudry présenté au § 5-2.3.2.. L'éprouvette est supposée être composée de *volumes élémentaires*  $V_0$ , contenant en moyenne une fissure. L'hypothèse du maillon le plus faible signifie alors que la rupture d'un volume élémentaire entraîne la ruine de la totalité de la structure.

Nous utilisons la même approche analytique que celle qui est présentée au § 5-2.3.2. que nous appliquons à des champs de contrainte et de déformation d'éprouvettes entaillées, calculées par éléments finis. Dans ce cas, l'intégrale apparaissant dans l'équation (4) (cf § 5-2.3.2.) peut être discrétisée. Si  $V_j$  est le volume attribué à chaque point de Gauss "j", la probabilité PR peut être exprimée de la manière suivante:

$$PR = 1 - \exp \left( - \sum_j \frac{V_j}{V_0} \cdot pr \left( \frac{\sigma_m}{\sigma_{eqj}}, \varepsilon_{eqj}^p \right) \right)$$

(Une éprouvette lisse est considérée comme ayant un point de Gauss unique de volume 3534 mm<sup>3</sup>).

Le volume élémentaire  $V_0$  est choisi de telle manière qu'il contienne en moyenne une fissure. En fait, comme nous disposons de l'aire des cellules de Voronoi, nous avons pris :

$$V_0 = (\sqrt{S_0})^3$$

où  $S_0$ , est la surface moyenne des cellules de Voronoi sur l'échantillon 2G. Nous avons  $S_0 = 0,115 \text{ mm}^2$ , soit  $V_0 \approx 0,04 \text{ mm}^3$ .

On déduit de l'expression ci-dessus, la probabilité de rupture de la structure fonction d' un paramètre de chargement. Le problème réside dans le calcul de pr, probabilité de rupture élémentaire en chaque point de Gauss.

c) calcul de la probabilité de rupture élémentaire.

En chaque point de Gauss, nous connaissons le chargement déduit d'un calcul simple avec un critère de Mises. (cf Annexe 1). Le calcul de pr consiste à déterminer le taux de germination minimum  $A_{nc}$  qui mènerait à la rupture de l'élément de volume  $V_0$ , sous la triaxialité connue qui règne en ce point de Gauss.

La probabilité de rupture,  $p_r$ , s'exprime alors aisément à l'aide de la fonction de répartition déterminée dans le paragraphe a):

$$p_r = 1 - F(A_{nc})$$

La détermination de  $A_{nc}$  pose un nouveau problème: La plasticité est prise en compte dans le calcul aux éléments finis, par un critère de Von Mises. Il n'y a pas d'adoucissement du comportement par les cavités. En admettant que le point de rupture d'un volume élémentaire correspond au passage par un maximum de  $\sigma_{eq}$  local, dans un volume  $V_0$ , on peut formuler deux hypothèses pour calculer cette contrainte locale en fonction des données moyennes fournies par le calcul aux éléments finis. Par analogie avec les problèmes de plasticité des polycristaux, nous les avons appelées de la manière suivante:

-La première est l'hypothèse de Taylor, qui consiste à dire que, dans le volume  $V_0$ , règne la même déformation que la déformation macroscopique.

-La seconde est l'hypothèse de Sachs, selon laquelle ce sont les contraintes qui sont identiques.

Selon le cas, le calcul de  $A_{nc}$  est fait en recherchant le maximum de la courbe de comportement avec endommagement, selon l'expression (7) du § 5-3.3.2, passant par une contrainte équivalente donnée ou une déformation donnée (cf Figure (5.13)).

Il est important de souligner ici, que dans ce modèle, nous considérons que *tout point de la structure a la même densité de probabilité du taux de germination*. Ce modèle ne tient donc pas compte du rassemblement des fissures en amas. Nous allons introduire ce point dans le paragraphe suivant.

#### 5-4.3. Modèles N°3, 4 et 5: Prise en compte de l'hétérogénéité de la germination à l'échelle des amas de fissures.

Nous avons présenté au paragraphe 4-4.3.2. les principales caractéristiques des amas de fissures : leur nombre par unité de surface, leur

taille moyenne en section, et la fonction de répartition du taux de germination moyen à l'intérieur des amas. Nous allons maintenant simuler de tels amas dans les éprouvettes entaillées. Dans ce cas la source de la dispersion est double :

- d'une part, la position des amas dans l'éprouvette est aléatoire.
- d'autre part, le taux de germination dans les amas est également distribué.

Nous avons donc séparé le problème en deux:

- une simulation où le taux de germination est identique dans tous les amas, et seule leur position est aléatoire.
- une seconde simulation où la position et le taux de germination sont deux variables aléatoires indépendantes.

a) Modèle statistique.

En ce qui concerne la dispersion géométrique, la densité surfacique des amas ( i.e.  $N_a=5,7 \text{ cm}^{-2}$ ), est telle qu'un traitement analytique n'est plus possible. Nous avons dû effectuer des tirages aléatoires de la position des amas.

Deux géométries ont été envisagées:

-Des amas sphériques:

Dans ce cas, comme la relation entre le diamètre apparent en section  $D_{app}$  et le diamètre réel,  $D$ , est  $D_{app} = D \cdot \pi/4$ , en prenant  $D_{app} = \sqrt{\frac{4}{\pi} S_{app}}$ , avec  $S_{app} = 0,5 \text{ mm}^2$ , on trouve  $D = 1,0 \text{ mm}$ . On sait de plus que  $N_a = N_v \cdot D$ , où  $N_v$  est le nombre d'amas par unité de volume, et  $N_a$  le nombre par unité de surface. Avec la valeur de  $N_a$  donnée plus haut, on trouve qu'il y a 57 amas par  $\text{cm}^3$ .

-Des amas colonnaires:

Compte tenu de la macrostructure colonnaire observée au chapitre 1, et de l'origine de ces amas dans les grains d'austénite, c'est la forme la plus probable. On prendra également  $D = 1,0 \text{ mm}$  dans ce cas.

Dans le cas des amas sphériques, la position de 30 éprouvettes a été choisie dans un bloc fictif de  $10^6 \text{ mm}^3$ . Des points sont alors implantés dans ce volume à l'aide d'un générateur de nombres aléatoires [5-38], avec une densité de  $57 \text{ cm}^{-3}$ . Ces points sont les centres des amas sphériques de diamètre 1 mm. La position de tous les amas touchant une éprouvette est ensuite rabattue sur un quart de plan méridien, puis superposée au maillage par éléments finis. On peut voir un exemple de la répartition géométrique des amas sur la Figure (5.16).

On attribue alors à tous les points de Gauss à l'intérieur d'un amas, un taux de germination identique,  $A_n = 0,60$ , lorsque seule la dispersion géométrique est étudiée (Modèle N°3).

Dans le cas où le taux de germination est également considéré comme aléatoire (Modèle N°4), un tirage est effectué par une méthode de Monte-Carlo [5-39]. *La fonction de répartition du taux de germination utilisée dans cette simulation est celle qui a été déterminée expérimentalement au chapitre 4 (cf Figure (4.13)).*

Dans le cas des amas colonnaires, trente éprouvettes ont été prélevées parallèlement à une face du bloc fictif. Des points aléatoires sont alors implantés dans ce plan avec une densité de  $5,7 \text{ cm}^{-2}$ . Chaque point est considéré comme un point de l'axe d'un amas cylindrique de diamètre 1 mm et traversant le bloc de part en part, perpendiculairement à la face du bloc. Pour chaque éprouvette, la position de tous les amas qui la touchent est relevée; (cf exemple donnée sur la Figure (5.17)). Comme chaque amas traverse l'éprouvette de part en part, les points de Gauss à l'intérieur des amas sont dans une bande de hauteur 1 mm, terminée par un demi-cercle centré sur l'axe de l'amas (cf Figure (5.18)).

Ces points de Gauss sont affectés d'un taux de germination aléatoire déterminé de la même manière que précédemment. Ces dernières conditions constituent le Modèle N°5.

#### b) Calcul de la ductilité des éprouvettes de diamètre 10 mm.

Pour chaque incrément du calcul aux éléments finis, le taux de germination critique  $A_{nc}$ , est déterminé de la même manière que dans le paragraphe 5-4.2, à tous les points de Gauss. Cette valeur de  $A_{nc}$  est alors comparée au taux de germination  $A_n$  affecté aux points de Gauss par la

simulation statistique. S'il existe au moins un point de Gauss tel que  $A_n > A_{nc}$ , alors on postule la rupture de l'éprouvette.

Dans chaque cas envisagé, on dispose ainsi d'un échantillon d'une trentaine de simulations de ductilité.

-c) Etude par la simulation des effets d'échelle.

Des simulations, avec des amas colonnaires affectés de taux de germination aléatoires, ont également été effectuées pour des éprouvettes homothétiques des éprouvettes AE10, de diamètre 6 et 15 mm. Cependant, plutôt que de refaire des calculs par éléments finis pour ces deux géométries, il était plus aisé d'appliquer aux tailles caractéristiques de la distribution des amas (i.e. au diamètre  $D$  des amas, et à  $\frac{1}{\sqrt{N_a}}$  où  $N_a$  est le nombre d'amas par unité de surface), le rapport inverse de celui des diamètres des éprouvettes, et de conserver des maillages de diamètre 10 mm. Dans ce cas, la similitude est bien conservée.

5-5. Résultats des simulations et discussion.

Les différentes hypothèses de ces modèles, ainsi que le type de résultat que l'on peut en tirer, sont récapitulées dans le Tableau 5-2. Nous allons maintenant examiner les résultats des simulations.

5-5.1. Résultats du modèle N°1: Ductilité d'un élément de volume pris au centre des éprouvettes entaillées.

Nous présentons à la Figure (5.11), les résultats de ductilité obtenus avec le modèle présenté plus haut, pour le taux de germination de l'alliage Y4331 à 20°C ( $A_n=0,60$ ). Ils sont confrontés aux résultats expérimentaux obtenus dans les mêmes conditions.

Les résultats de la simulation donnent une très bonne estimation de la ductilité réelle des éprouvettes. Il est important de souligner ici que *tous les paramètres de ce modèle simple ont été déterminés à partir de mesures métallographiques.*

Cependant, il ne nous permet pas d'interpréter la forte dispersion des ductilités expérimentales, ni de localiser les zones d'amorçage dans les entailles.

5-5.2. Résultats du modèle N°2: hétérogénéité de la germination à l'échelle de fissures individuelles. Densité de probabilité de taux de germination uniforme dans toute la structure.

Nous avons reporté pour les éprouvettes lisses et entaillées, la bande de dispersion obtenue par simulation, comprise entre  $PR=0,10$  et  $PR=0,90$ , avec les hypothèses de Sachs et de Taylor respectivement sur les Figures (5.14) et (5.15). Ces résultats sont comparés aux données expérimentales.

Comme on peut le voir sur la Figure (5.13), l'hypothèse de Sachs induit un taux de germination critique plus faible que l'hypothèse de Taylor. La probabilité de rupture est donc supérieure dans le modèle de Sachs. On retrouve bien cet effet sur les résultats de la simulation.

*La ductilité simulée est cependant trop faible dans les deux cas. La raison peut être que l'hypothèse du maillon le plus faible n'est pas bonne.*

*La coalescence de deux fissures ne suffit pas pour rompre l'éprouvette entière.*

L'amplitude de la bande dispersion est correctement décrite pour les éprouvettes entaillées. Mais ce modèle donne lieu à un fort effet d'échelle, qui annule la dispersion dans les simulations sur éprouvettes lisses. *Le volume caractéristique  $V_0$  est clairement trop faible face à celui d'une éprouvette lisse.*

Pour ces deux raisons nous allons maintenant tenter de prendre en compte les hétérogénéités d'endommagement à plus grande échelle : celle des amas de fissures.

5-5.3. Résultats du Modèle N°3: hétérogénéité de la germination à l'échelle des amas de fissures. Amas sphériques. Taux de germination uniforme.

Nous rappelons ici que selon le modèle N°3, seule la position des amas est aléatoire. Le taux de germination dans chaque amas est unique.

La Figure (5.19) représente, dans le cas de l'hypothèse de Sachs, la bande de dispersion totale de ductilité obtenue par simulation des

différentes éprouvettes, ainsi que la bande de dispersion expérimentale donnée pour comparaison. La Figure (5.20) donne les mêmes informations dans le cas où l'hypothèse de Taylor a été utilisée.

On observe à nouveau que la ductilité est considérablement sous-estimée lorsqu'on adopte l'hypothèse de "Sachs". En revanche, avec l'hypothèse de Taylor on obtient par simulation une valeur moyenne reproduisant sensiblement (avec une légère sous-estimation) la tendance expérimentale. Cependant, on note que la dispersion ainsi obtenue est inférieure à la dispersion expérimentale. Ceci ne nous surprend pas si l'on observe la Figure (5.16): Les amas recouvrent sensiblement toute la section de l'éprouvette. *La dispersion géométrique a dans ce cas un effet faible sur la dispersion de la ductilité.*

#### 5-5.4. Résultats du Modèle N°4: hétérogénéité de la germination à l'échelle des amas de fissures. Amas sphériques. Taux de germination aléatoire.

Ce modèle est une extension du modèle précédent; nous considérons maintenant que le taux de germination est aléatoire dans les amas.

Ces simulations n'ont été menées que dans le cas de l'hypothèse de "Taylor". Les résultats sont reportés à la Figure (5.21).

Par rapport au calcul précédent, on note que l'introduction d'une statistique de taux de germination dans les amas fait diminuer la ductilité moyenne. Ceci est clairement dû à la présence d'amas de taux de germination supérieur à 0,6 (pouvant aller jusqu'à 0,928, d'après la Figure (4.13) et le facteur G). La dispersion des résultats obtenus sur les éprouvettes entaillées est raisonnablement simulée. Cependant ce modèle donne à nouveau lieu à un fort effet d'échelle, car la dispersion simulée de la ductilité des éprouvettes lisses, est nulle.

#### 5-5.5. Résultats du Modèle N°5: hétérogénéité de la germination à l'échelle des amas de fissures. Amas colonnaires. Taux de germination aléatoire.

##### a) Simulation des éprouvettes de diamètre 10 mm.

Par rapport au modèle N°4, nous considérons maintenant des amas de forme cylindrique et non plus sphérique.

A nouveau, seule l'hypothèse de "Taylor" a été utilisée. Les résultats sont donnés à la Figure (5.22).

On note que la ductilité moyenne est bien reproduite par le modèle, pour toutes les éprouvettes entaillées, mais légèrement sous-estimée pour l'éprouvette lisse. La dispersion est très bien reproduite pour les éprouvettes entaillées, et également légèrement sous-estimée pour l'éprouvette lisse.

Il est intéressant d'observer la distribution des zones d'amorçage ( i.e. la position des premiers points de Gauss où la condition  $A_n > A_{nc}$  est réalisée). Elle est montrée à la Figure (5.23). On observe clairement que la rupture n'a pas forcément lieu dans la section minimum, ni dans le centre des éprouvettes. Il a effectivement été observé expérimentalement au § 3-3.2.5. un amorçage loin du centre d'une éprouvette AE4. Cependant, lorsque l'entaille est aigüe, le lieu d'amorçage se déplace préférentiellement vers la surface de l'entaille. Ceci s'explique par le fait que l'endommagement est essentiellement contrôlé par la germination, qui elle-même dépend de la déformation. Dans les éprouvettes AE10 et AE4, les gradients de déformation sont faibles, ce qui explique que les points d'amorçage sont distribués uniformément entre le centre et la surface de l'entaille, tandis que dans l'éprouvette AE2 le gradient devient tel que la rupture est peu probable en dehors de la zone étirée proche de l'entaille.

La simulation des éprouvettes lisses fournit les moins bons résultats, car la bande de dispersion simulée est à nouveau en dessous de la bande de dispersion expérimentale. De plus, la ductilité moyenne des éprouvettes lisses, obtenue par simulation, est inférieure à la ductilité moyenne obtenue pour les éprouvettes AE10. Ce phénomène pourrait à nouveau être interprété comme la manifestation d'un effet d'échelle important, qui veut que dans un grand volume, la probabilité de trouver un amas ayant un fort taux de germination est plus élevée que dans le volume réduit des éprouvettes entaillées. Il faut rappeler que des cas où *les éprouvettes lisses sont apparamment moins ductiles que des éprouvettes entaillées de type AE10* ont effectivement été observés sur l'alliage Y3296 testé à 320°C (cf Figure (4.4)), pour lequel on sait que les mécanismes de rupture sont

identiques à ceux de l'alliage Y4331, ainsi que par Duval [5-42] sur le même alliage mais moins vieilli.

Il peut y avoir plusieurs raisons pour le décalage observé entre le modèle et l'expérience pour les éprouvettes lisses de l'alliage Y4331: L'échantillonnage expérimental est peut être trop réduit (seulement 5 valeurs); la prise en compte de l'effet de triaxialité sur l'endommagement peut être erronée (à cause de l'application à des fissures, de lois déterminées pour des cavités sphériques); Enfin, la prise en compte des effets statistiques n'est peut être pas basée sur une statistique représentative du taux de germination (basée sur seulement une trentaine d'amas).

Dans le paragraphe suivant, nous allons examiner plus particulièrement l'effet de taille, en gardant la géométrie de l'éprouvette constante.

#### b) Etude des effets de taille d'éprouvette.

Sur la Figure (5.24), on a reporté l'évolution de la ductilité simulée en fonction du diamètre de l'éprouvette, ainsi que les résultats obtenus pour le même alliage testé suivant le sens L (cf § 4-2.3). Compte tenu de la légère différence de ductilité entre le sens T (qui est modélisé ici) et le sens L, les données sont normalisées, pour que les ductilités simulées et expérimentales coïncident pour  $\Phi=6$  mm.

On note que l'effet d'échelle sur la ductilité moyenne est correctement reproduit, tant en ce qui concerne la ductilité moyenne, que pour l'évolution de la dispersion. On peut également faire les remarques suivantes:

- Les valeurs minima de ductilité sont sensiblement constantes. Elles correspondent aux taux de germination les plus élevés.

- Lorsque le volume de l'éprouvette augmente, les valeurs les plus élevées de ductilité diminuent. Comme la limite inférieure évolue peu, la dispersion se resserre, et la moyenne tend vers la valeur minimum.

Les résultats expérimentaux s'expliquent donc bien dans le cadre de la théorie du maillon le plus faible, appliquée aux amas de fissures, et non à des volumes ne contenant qu'une fissure.

#### 5-6. Conclusions.

-Sur la base des observations rapportées dans les chapitres précédents, nous avons construit un modèle mécanique, reproduisant la germination de fissures, leur croissance, et leur coalescence, en utilisant le modèle de matériaux poreux de Gurson [5-11].

-Tous les paramètres de ce modèle ont été déterminés par des mesures mécaniques ou métallographiques, à savoir :

- La loi de comportement,
- La surface des fissures,
- Leur diamètre tangent dans deux directions,
- Leur densité surfacique en section et son évolution avec la déformation.

-Ce modèle simple met clairement en évidence l'importance du taux de germination des cavités par rapport à leur croissance.

- Avec un taux de germination constant égal à  $A_n=0,6$ , il reproduit correctement la ductilité des éprouvettes lisses et entaillées.

-Deux approches statistiques ont été adoptées, pour étudier l'origine de la dispersion expérimentale de la ductilité. Dans un premier temps nous avons pris en compte la nature aléatoire de la densité de fissures, dans des volumes qu'occupe en moyenne une fissure. Dans un second temps, nous avons pris en compte l'hétérogénéité de densité de fissures à l'échelle des amas, c'est à dire à l'échelle millimétrique.

-Ces modèles fonctionnent en postprocesseur de calculs aux éléments finis, effectués en élastoplasticité avec un critère de plasticité de Von Mises. Dans une zone de porosité donnée, le calcul de la contrainte locale peut être fait d'après les données du calcul selon 2 hypothèses:

- Celle de Taylor assurant entre ce volume et la matrice qui l'entoure, la même déformation,

- Celle de Sachs qui veut que ce soit les contraintes qui sont communiquées par la matrice au volume  $V_0$ .

-Il semble que l'hypothèse de Taylor donne de meilleurs résultats. Le choix d'une de ces hypothèses est le seul "degré de liberté" de ces modèles.

-Il apparaît clairement que l'origine de la grande dispersion expérimentale de la ductilité ne peut être attribuée qu'à la présence d'amas de fissures dans certains grains d'austénite.

-En effet, le modèle décrétant la rupture de l'éprouvette lorsqu'un volume contenant une seule fissure cède, conduit à des ductilités théoriques bien plus faibles que celles que l'on observe.

-En revanche, lorsque l'on simule la présence d'amas de fissures dans les éprouvettes, on trouve des ductilités très réalistes.

-La dispersion géométrique des amas dans l'entaille ne semble pas être le facteur dominant dans la dispersion de ductilité. En revanche, la prise en compte de l'aspect aléatoire du taux de germination dans les amas permet de reproduire correctement la dispersion mesurée expérimentalement.

-La forme des amas a également un effet sur la dispersion simulée de la ductilité. Il semble que la forme la plus probable, d'amas colonnaires, donne la dispersion la plus proche de la dispersion expérimentale.

-Enfin, la décroissance relative de la ductilité moyenne et de la bande de dispersion, sont correctement reproduits, lorsque l'on simule à l'aide de ce modèle d'amas colonnaires, la rupture d'éprouvettes de type AE10, de diamètre 6, 10 et 15 mm.

## CONCLUSIONS GENERALES

Ce mémoire est consacré à l'étude de la rupture de deux aciers austéno-ferritiques moulés par centrifugation et fragilisés par vieillissement thermique à 400°C. Le premier (appelé Y4331) contient 20% de ferrite et a été vieilli 700 h à 400°C, tandis que le second (Y3296), contenant 30% de ferrite, a été vieilli 8000 h à 400°C. Les niveaux de résilience de ces matériaux vieillis (respectivement 3 daJ/cm<sup>2</sup> et 0,8 daJ/cm<sup>2</sup> à 20°C) encadrent la fragilisation maximale susceptible d'être obtenue par vieillissement thermique pour cette famille de matériaux.

Une étude microstructurale permet d'affirmer que la microstructure observée dans les deux alliages, dite de "Widmanstätten", provient d'une solidification complète en ferrite suivie d'une transformation à l'état solide de la ferrite en austénite.

Dans les deux alliages, la ferrite est texturée; ses directions <100> pointent majoritairement suivant les axes principaux, R, T et L du tube. Nous attribuons cette texture principalement à la direction radiale du gradient thermique lors de la solidification, avec une contribution du mouvement de rotation du liquide dans le moule.

La texture de l'austénite se déduit de celle de la ferrite par des relations d'orientation du type de celle de Kurdjumov et Sachs. Ces relations d'orientation ont effectivement été observées en MET.

La macrostructure est constituée de grains d'austénite au contour déchiqueté, allongés dans le sens R, dont la taille est de l'ordre du millimètre. Les grains ferritiques primaires sont colonnaires, également allongés dans le sens R et de taille centimétrique.

Les essais conventionnels, menés sur l'alliage Y4331 à 20°C et sur la coulée Y3296 à 320°C, ont montré un comportement de type fragile en résilience comme en traction, car la rupture a lieu sans striction, après une faible déformation plastique. Cependant, aucune instabilité n'a été observée pendant les essais de ténacité.

L'étude des mécanismes de déformation et de rupture a porté essentiellement sur l'alliage Y4331 testé à 20°C.

Des observations de surface et en MET, ont permis d'établir que les deux phases se déforment plastiquement.

La ferrite se déforme principalement par glissement sinueux, ou glissement plan dans des plans {110}. Le maclage a également été mis en évidence.

L'austénite se déforme principalement par du glissement plan. Du maclage a également été observé dans cette phase, (surtout à l'interface avec  $\delta$ ). Même pour de faibles déformations plastiques ( $\approx 3 \cdot 10^{-2}$ ), de nombreux grains se déforment par glissement multiple.

En orientant les grains d'austénite de la surface d'une éprouvette de traction, nous avons établi que les grains qui se déforment par glissement simple ont une de leurs directions  $\langle 110 \rangle$  proche de l'axe de traction.

L'explication proposée est la suivante: La différence de dureté entre  $\gamma$  et  $\delta$  est à l'origine d'incompatibilités de déformation créant une contrainte interne. Nous montrons que cette orientation n'est géométriquement pas favorable à la relaxation de la contrainte sur un système secondaire de l'austénite.

L'endommagement a lieu principalement par fissuration en clivage de la ferrite. De nombreux exemples de fissures amorcées par des macles ont été observés. La répartition volumique des fissures est hétérogène. Elles sont groupées en amas de taille millimétrique.

Nous montrons en étudiant la répartition des fissures dans un gradient de déformation et de contrainte, que les premières fissures apparaissent pour une déformation critique indépendante de la plus grande contrainte principale.

En observant des échantillons soumis à différents niveaux de prédéformation, nous mettons clairement en évidence la densification progressive du réseau de fissures de clivage. La germination est donc progressive, mais les amas sont visibles dès les premières étapes de la déformation.

Nous avons de plus développé une méthode utilisant les "cellules de Voronoi", pour effectuer une mesure surfacique de la densité de fissures localement dans les amas. Nous avons ainsi mesuré le taux de germination moyen dans 30 amas, dans différentes éprouvettes.

En orientant les grains d'austénite à l'intérieur de ces amas, nous avons établi une corrélation semblable à la précédente: Les grains d'austénite dans les amas de fissures ont une direction  $\langle 110 \rangle$  proche de l'axe de traction. (L'orientation de la ferrite est constante de par sa texture).

Cette constatation est à rapprocher du phénomène de glissement simple vu précédemment. Lorsque l'axe de traction est proche d'une direction  $\langle 110 \rangle$  de l'austénite, la contrainte de compatibilité ne se relaxant pas dans l'austénite augmente, et sollicite la ferrite. Celle-ci se déforme et génère ainsi des sites d'amorçage de clivage.

Des mesures d'écrouissage par microdureté dans les deux phases, dans et en dehors des amas de fissures, confirment cette explication. La ferrite dans les amas de fissures qui est plus déformée est donc plus dure, tandis que l'austénite, restant en glissement simple est moins écrouie.

Cette interprétation des mécanismes est cohérente avec l'observation faite plus haut de l'importance de la déformation plastique sur la germination des fissures de clivage.

L'orientation cristalline de la ferrite par rapport à l'axe de traction a également un effet sensible sur la ductilité. Quand l'axe de traction est orienté suivant les directions R, T ou L, qui sont cristallographiquement symétriques, les ductilités moyennes sont du même ordre. En revanche, lorsque l'axe de traction est à  $45^\circ$  des plans de clivage, la ductilité est sensiblement plus élevée.

Nous avons effectué des mesures directes d'aire des fissures de clivage. Nous montrons notamment que les distributions des aires de clivage pour deux niveaux de déformation sont identiques. Il n'y a donc pas d'évolution de la taille des fissures avec la déformation.

A l'aide de ces données microstructurales, nous avons établi un modèle de rupture. Il prend en compte la croissance des cavités par plasticité, suivant une loi de Gurson, ainsi que la germination progressive de nouvelles fissures. Le critère de rupture correspond à un adoucissement critique provoqué par les cavités. Ce modèle ne nécessite pas de paramètre ajustable. Le taux de germination des cavités est déduit de mesures métallographiques.

En considérant un taux de germination unique, au centres des éprouvettes, ce modèle rend bien compte du faible effet du taux de triaxialité des contraintes sur la ductilité.

Nous expliquons ce faible effet par l'importance relative de la germination (qui dépend de la déformation) face à la croissance (qui dépend exponentiellement de la triaxialité des contraintes). Selon ce modèle, 80 à 90% de la porosité à rupture apparait par germination.

L'aspect statistique de la rupture est introduit par une théorie du "maillon le plus faible", associée à une loi statistique de distribution du taux de germination. Deux échelles de distribution d'endommagement ont été étudiées: La distribution à l'échelle des fissures individuelles, et à l'échelle des amas de fissures. Dans ce dernier cas, nous avons simulé des amas sphériques ou colonnaires dans les éprouvettes entaillées, selon les données de densité et de taille, déduites de mesures métallographiques.

On montre ainsi que les amas de fissures peuvent être rendus responsables de la grande dispersion de ductilité. Cependant, la localisation des amas dans les entailles ne peut pas à elle seule expliquer cette dispersion. Il faut de plus, considérer la nature aléatoire du taux de germination dans ces amas.

A l'aide de ce modèle prenant en compte des amas colonnaires, avec un taux de germination aléatoire, nous reproduisons correctement la ductilité des éprouvettes entaillées de diamètre 10 mm, ainsi que l'effet de taille d'éprouvette sur la ductilité et sa dispersion.

L'ensemble de ce travail permet aujourd'hui de proposer un modèle de rupture de ces aciers austéno-ferritiques fragilisés par vieillissement thermique, basé sur les mécanismes physiques de germination des fissures et sur un modèle de croissance de cavités dans les matériaux poreux. Des

applications de ce modèle ont déjà été effectuées dans un autre cadre. Elles ont permis de retrouver l'absence d'effet de géométrie sur la résistance à la déchirure de ces aciers, qui avait été constatée en comparant des essais menés sur des éprouvettes de flexion et des éprouvettes de traction à entaille centrale ou à entaille latérale. Cet effet restait inexpliqué jusqu'à présent.

La transposition de ce modèle à d'autres alliages nécessite, d'une part la vérification que les mécanismes de rupture sont bien de même nature que ceux que nous avons observés, et d'autre part, des mesures de densité surfacique et d'aire des fissures de clivage, selon une méthodologie qui est présentée dans ce mémoire.



REFERENCES

## INTRODUCTION

- [I-1] P. Soulat et Y. Meyzaud, Prévention de la Rupture Brutale dans les Chaudières Nucléaires à Eau Pressurisée, Aspects Microstructuraux de la Rupture, 32ème Colloque de Métallurgie de Saclay, 20-21 juin 1989, Editions de la Revue de Métallurgie, pp. 19-47.
- [I-2] F. Cattant, D. Dallery, M. Guttmann, C. Rieg, J. Samman, Y. Meyzaud et Ph. Taupin, Vieillissement des Aciers Austéno-Ferritiques Moulés du Circuit Primaire Principal des Réacteurs à Eau Pressurisée, Proceedings Conf. Fontevraud II, Septembre 1990.
- [I-3] F. Mudry, F. Di Rienzo, et A. Pineau, Numerical Comparison of Global and Local Fracture Criteria in Compact Tension and Center-Crack Panel Specimens, "Nonlinear Fracture Mechanics" Vol. II, ASTM STP N° 995, J. D. Landes A. Saxena et J. G. Merkle Eds., 1989, pp. 24-39.
- [I-4] F. Mudry, Etude de la Rupture Ductile et de la Rupture par Clivage d'Aciers Faiblement Alliés, Thèse de doctorat d'état, Université de Technologie de Compiègne, 1982.

## CHAPITRE 1

- [1-1] R. Castro, Historique des Aciers Inoxydables, " Les Aciers Inoxydables", Eds. P. Lacombe, B. Barroux et G. Beranger, Les éditions de Physique, 1990, pp. 3-9.
- [1-2] R.M. Fisher, E. J. Dulis, et K. G. Carroll, Identification of the Precipitates Accompanying 885 °F Embrittlement in Chromium Steels, Transaction AIME, Journal of Metals, May 1953, pp. 690-695.

- [1-3] P. Bastien et G. Pomey, Existence d'une Transformation Ordre-Désordre dans les Alliages Fer-Chrome Voisins de la Composition Equiatomique, Comptes Rendus à l'Académie des Sciences, 1954, Vol. 239, pp. 1636-1638.
- [1-4] E. Josso, Interprétation de la Fragilité à 475°C des Alliages Fer-Chrome, Comptes Rendus à l'Académie des Sciences, 1955, Vol. 240, pp. 776-778.
- [1-5] R. O. Williams et H. W. Paxton, The Nature of Binary Iron-Chromium Alloys Around 500°C, Journal of the Iron and Steel Institute, March 1957, pp. 358-374.
- [1-6] R. O. Williams, Theory of Precipitation Hardening: Isotropically-Strained System, Acta Metallurgica, Vol.5, July 1957, pp. 385-391.
- [1-7] R. Lagneborg, Transaction ASM, 1967, Vol. 60, pp. 67-78.
- [1-8] P. J. Grobner, The 885°F Embrittlement of Ferritic Stainless Steels, Metallurgical Transactions, Vol. 4, January 1973, pp. 251-260.
- [1-9] D. Chandra et L. H. Schwartz, Mössbauer Effect Study of the 475°C Decomposition of Fe-Cr, Metallurgical Transactions, Vol. 2, February 1971, pp. 511-519.
- [1-10] S. S. Brenner, M. K. Miller et W. A. Soffa, Spinodal Decomposition of Iron-32 At.% Chromium at 470°C, Scripta Metallurgica, Vol. 16, N° 7, 1982, pp. 831-836.
- [1-11] M. J. Marcinkowski, R. M. Fisher et A. Szirmae, Effect of 500°C Aging on the Deformation Behavior of an Iron-Chromium Alloy, Transactions of the Metallurgical Society of AIME, Vol. 230, June 1964, pp. 676-689.
- [1-12] D. C. Ludwigson, Transactions of the ASM, Vol. 60, 1967, pp. 773-774.

- [1-13] R. Lagneborg, Metallography of the 475°C Embrittlement in an Iron-30% Chromium Alloy, Transactions of the ASM, Vol. 60, 1967, pp. 67-78.
- [1-14] T. J. Nichol, A. Datta et G. Aggen, Embrittlement of Ferritic Stainless Steels, Metallurgical Transactions A, Vol. 11A, April 1980, pp. 573-585.
- [1-15] K. H. Park, J. C. La Salle, L. H. Schwartz, et M. Kato, Mechanical Properties of Spinodally Decomposed Fe-30 wt% Cr Alloys : Yield Strength and Aging Embrittlement, Acta Metallurgica, Vol. 14 N° 9, 1986, pp. 1853-1865.
- [1-16] T. J. Nichol, Mechanical Properties of an 29% Cr-4%Mo-2% Ni Ferritic Stainless Steel, Metallurgical Transactions, Vol. 8A, February 1977, pp. 229-237.
- [1-17] R. Lagneborg, Yielding and Fracture of Fe-30%Cr Alloys Subjected to 475°C Embrittlement, Acta Polytechnica Scandinavica, Chemistry including Metallurgy Series, N° 62, 1967, pp. 1-40 .
- [1-18] J. R. Low, Symposium on Relation of Properties to Microstructure, ASM, 1954 pp. 163, cité par: A. H. Cottrell, Theory of Brittle Fracture in Steel and Similar Metals, Transactions of the Metallurgical Society of AIME, April 1958, pp. 192-203.
- [1-19] A. I. Kondyr, A. N. Tkach, V. I. Astashkin, et M. F. Zamora, Effect of 475°C Embrittlement of High-Chromium Steels, Soviet Mat. Science (10), Translated from Fiziko-Khimicheskaya, Vol. 10 No 5, Septembre-Octobre 1974, pp. 24-28.
- [1-20] R. O. Williams, Further studies of the Iron-Chromium System, Transaction of the Metallurgical Society of AIME, August 1958, pp. 497-502.
- [1-21] R. Lagneborg, Deformation in an Iron-30% Chromium Alloy Aged at 475°C, Acta Metallurgica, Vol. 15, November 1967, pp.. 1737-1745.

- [1-22] M. Courtnall, F. B. Pickering, The Effect of Alloying on 475°C Embrittlement, *Metal Science*, August 1976, pp. 273-276.
- [1-23] M. Kato, Hardening by Spinodally Modulated Structure in b.c.c Alloys, *Acta Metallurgica*, Vol. 29, 1981, pp. 79-87.
- [1-24] L. M. Brown et R. K. Ham, Dislocation/Particle Interactions, "Strengthening Methods in Crystals", Eds. A. Kelly et R. B. Nicholson, Applied Science Pub, 1971, pp. 9-135.
- [1-25] G. Slama, P. Pétrequin et T. Mager, Effect of Aging on Mechanical Properties of Austenitic Stainless Steel Castings and Welds, "Light Water Reactor Structural Integrity", Eds. K. E. Stahlkopf et L. E. Steele, Elsevier Applied Science Pub., 1983, pp. 211-240
- [1-26] E. I. Landerman et W. H. Bamford, Fracture Toughness and Fatigue Characteristics of Centrifugally Cast Type 316 Stainless Steel Pipe After Simulated Thermal Service Condition, "Ductility and Toughness Consideration in Elevated Temperature Services", MPC-8, ASME, New York , 1978, pp. 100-127.
- [1-27] A. Trautwein et W. Gysel, Influence of Long Time Aging of CF8 and CF8M Cast Steel at Temperatures Between 300 and 500°C on the Impact Toughness and Structure Properties, ASTM STP 756, 1982, pp. 38-48.
- [1-28] P. H. Pumphrey et K. N. Akhurst, Aging kinetics of CF3 cast stainless steel in temperature range 300-400°C, *Materials Science and Technology*, March 1990, Vol. 6 pp. 211-219.
- [1-29] H. M. Chung et T. R. Leax, Embrittlement of Laboratory and Reactor aged CF3, CF8 and CF8M duplex stainless steels, *Materials Science and Technology*, March 1990, Vol. 6, pp. 249-262.

- [1-30] G. Baudry et C. Pichard, Evolution lors de Maintiens de Longue Durée entre 300 et 450°C des Caractéristiques Mécaniques des Aciers Moulés et des Joints Austéno-Ferritiques Utilisés dans les Centrales Nucléaires à Eau Pressurisée, "Troisième Congrès National sur la Technologie des Appareils à Pression", Vol. 2 Matériaux, AFIAP, 1980, pp. 673-703.
- [1-31] S. Bonnet, J. Bourgoïn, J. Champredonde, D. Guttman et M. Guttman, Relationship Between Evolution of Mechanical Properties of various cast duplex stainless steels and metallurgical and aging parameters: outline of current EDF programmes, Materials Science and Technology, March 1990, Vol. 6, pp. 221-229.
- [1-32] Y. Meyzaud, P. Ould, P. Balladon, M. Bethmont et P. Soulat, Tearing Resistance of Aged Cast Austenitic Stainless Steel, Proceedings NUCSAFE 88, Avignon Octobre 1988, pp. 193.1-193.10.
- [1-33] J. C. Lautridou, Etude de la Déchirure Ductile d'aciers à Faible résistance. Influence de la Teneur Inclusionnaire, Thèse de Docteur-Ingénieur, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, Juin 1980.
- [1-34] O. K. Chopra et G. Ayrault, Aging Degradation of Cast Stainless Steels: Status and Program, Nuclear Engineering and Design 86 , 1985, pp. 69-77.
- [1-35] M. Strangwood et S. G. Druce, Aging effects in welded cast CF3 stainless steel, Materials Science and Technology, March 1990, Vol. 6, pp. 237-247.
- [1-36] P. Joly et A. Pineau, Modélisation de la Rupture des Aciers Inoxydables Austéno-Ferritiques au Moyen de l'Approche Locale, Convention CIFRE FRAMATOME/Ecole des Mines de Paris N°32/87, Rapport d'avancement 2<sup>ème</sup> Année, Décembre 1989.
- [1-37] P. Joly, Approche Locale de la Rupture d'un Matériau biphasé: Austénite ductile et Ferrite Fragile, Mémoire de DEA Mécanique et Matériaux, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, Juillet

1988.

- [1-38] J. Bentley et M. K. Miller, Combined Atom-Probe and Electron Microscopy Characterization of Fine Scale Structure in Aged Primary Coolant Pipe Stainless Steel, "Characterization of Defects in Materials", Mat. Res. Symp. , Vol. 82, Boston 1-2 Dec. 1986, ed. R. W. Siegel, J.R. Weerman et R. Sinclair, pp. 163-168.
- [1-39] H. M. Chung, Thermal Aging of Decommissioned Reactor cast Stainless Steel Components and Methodology for Life Prediction, Symposium on Plant Life Extension for Nuclear Components, Materials Properties Council, July 24-27 1989.
- [1-40] P. Auger, F. Danoix, A. Menand, S. Bonnet, J. Bourgoïn et M. Guttmann, Atom Probe and Transmission electron Microscopy study of aging of cast duplex stainless steels, Materials Science and Technology, March 1990, Vol. 6, pp. 301-313.
- [1-41] M. Vrinat, R. Cozar et Y. Meyzaud, Precipitated phases in the Ferrite of Aged Cast Duplex Stainless Steels, Scripta Metallurgica, Vol. 20 1986, pp. 1101-1106.
- [1-42] M. K. Miller et J. Bentley, PFIM and TEM investigation of CF8 and CF8M primary coolant pipe steels, Materials Science and Technology, March 1990, Vol. 6, pp. 285-292.
- [1-43] N. F. Mott et F. N. R. Nabarro, An attempt to estimate the degree of precipitation hardening with a simple model, Proceedings of the Physical Society, Vol. 52, 1940, pp. 86.

## CHAPITRE 2

- [2-1] P. Balladon, P. Ould et Y. Meyzaud, Caractérisation Métallurgique et Mécanique du Tube et des Plaques de la Coulée Y3296 à l'Etat Vieilli et non Vieilli, Rapport Interne FRAMATOME, Septembre 1986.

- [2-2] J. A. Brooks et A. W. Thompson, Microstructural Development and Solidification Cracking Susceptibility of Austenitic Stainless Steel Welds, *International Materials Reviews*, Vol. 36 No 1, 1991, pp. 16-44.
- [2-3] R. de Hoff et F. N. Rhines, *Quantitative Microscopy*, Mc Graw-Hill Book Co, 1968.
- [2-4] R. Cozar, 1989, Imphy France, Communication Privée.
- [2-5] Tixier, in "Microanalyse, Microscopie Electronique à Balayage", Ecole d'été de Saint-Martin d'Hères, 11-16 Septembre 1978, Les éditions de la Physique, pp. 329.
- [2-6] J. A. Brooks, J. C. Williams et A. W. Thompson, STEM Analysis of Primary Austenite Solidified Stainless Steel Welds, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 14A, January 1983, pp. 23-31.
- [2-7] J. A. Brooks, J. C. Williams et A. W. Thompson, Microstructural Origin of the Skeletal Ferrite Morphology of Austenitic Stainless Steel Welds, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 14A, July 1983, pp. 1271-1281.
- [2-8] G. Blanc et R. Tricot, Solidification, Ségrégation et Homogénéisation des Aciers Inoxydables Austénitiques Contenant de la Ferrite Delta, *Mémoires Scientifiques de la Revue de Métallurgie*, LXVIII N° 11, 1971, pp. 735-753.
- [2-9] N. Suutala, T. Takalo et T. Moio, Single Phase Ferritic Solidification Mode in Austenitic-Ferritic Stainless Steel Welds, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 10A, August 1979, pp. 1183-1190.
- [2-10] J. A. Brooks, M. I. Baskes et F. A. Greulich, Solidification Modelling and Solid State Transformations in High-Energy Density Stainless Steel Welds, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 22A, April 1991, pp. 915-926.

- [2-11] M. Flemings, *Solidification Processing*, Mc Graw-Hill Book Co, New York, 1974.
- [2-12] C. Barrett et T. B. Massalski, *Structure of Metals*, 3rd revised Edition, Pergamon Press, 1980, pp. 507.
- [2-13] G. Krauss, *Steels: Heat Treatment and Processing Principles*, American Society for Metals, Metals Park Ohio, 44073.
- [2-14] H. M. Chung, *Thermal Aging of Decommissioned Reactor cast Stainless Steel Components and Methodology for Life Prediction*, Symposium on Plant Life Extension for Nuclear Components, Materials Properties Council, July 24-27 1989.
- [2-15] K. N. Ackhurst, *Grain Macrostructure and Ferrite Variations in Stainless Steel Castings for PWR Fracture and Ageing Studies*, Central Electricity Generating Board, June 1987, TPRD/L/3106/R87/.
- [2-16] S. Bonnet, J. Bourgoïn, J. Champredonde, D. Guttman et M. Guttman, *Relationship Between Evolution of Mechanical Properties of various cast duplex stainless steels and metallurgical and aging parameters: outline of current EDF programmes*, Materials Science and Technology, March 1990, Vol. 6, pp. 221-229.
- [2-17] R. Castro, *Sur la Structure Secondaire des Aciers Inoxydables austénitiques. Solidification en Phase Delta*, Mémoires Scientifiques de la Revue de Métallurgie, LVIII N°11, 1961, pp. 881-884.
- [2-18] S. Vasseur, T. Toll-Duchanoy, G. Metauer, C. Frantz et M. Gantois, *Thermal Metallurgical and Mechanical aspects of dispersoids centrifugally cast steels*, in *HSLA Steels Technology and Applications*, ASM, 1984, pp. 1155-1169.

- [2-19] L. Northcott et V. Dickin, The Influence of Centrifugally Casting (Horizontal Axis), Upon the Structure and Properties of Metals, Journal of the Institute of Metals, Vol. 70, 1944, pp. 301-323.
- [2-20] C. Goux, Cinétiques de la Solidification des Tubes Fabriqués par Centrifugation, "Tubes Acier Centrifugé", Publication des Fonderies et Aciéries du Manoir, France, mai 1984.
- [2-21] E. S. Miksch, Solidification of Ice Dendrites in Flowing Supercooled Water, Transactions of the Metallurgical Society of AIME, Vol. 245, September 1969, pp. 2069-2072.
- [2-22] M. C. Flemings, C. M. Adams, E. E. Hucke et H. F. Taylor, Metal Solidification in a Flowing Stream, AFS Transactions, Vol. 64, 1956, pp. 636-639.
- [2-23] P. Reboux, Mécanique des fluides II: Ecoulements Industriels, Polycopié Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1986.
- [2-24] P. Balladon, P. Ould et Y. Meyzaud, Caractérisation Métallurgique et Mécanique du Tube et des Plaques en nuance Y4331( coulée FAM. Repère Y4331) à l'Etat Vieilli et non Vieilli, Rapport Interne FRAMATOME, Juin 1986.
- [2-25] K. H. Schwalbe, B. K. Neale et T. Ingham, Draft EGF Recommendations For Determining The Fracture Resistance of Ductile Materials: EGF Procedures P1-87D, Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, Vol. 11 N°6, 1988, pp. 409-420.
- [2-26] Y. Meyzaud, P. Ould, P. Balladon, M. Bethmont et P. Soulat, Tearing Resistance of Aged Cast Austenitic Stainless Steel, Proceedings NUCSAFE 88, Avignon Octobre 1988, pp. 193.1-193.10.
- [2-27] M. P. Solignac, Imphy S.A., Communication privée, Mars 1992.

- [2-28] A. Schaeffler, Constitution Diagram for Stainless Steel Weld Metal, Metal Progress, November 1949, pp. 68-B.

## CHAPITRE 3

- [3-1] M. Coster et J. L. Chermant, Précis d'analyse d'Image, Editions du Centre National de la Recherche Scientifique, Paris, 1985.
- [3-2] C. Barrett et T. B. Massalski, Structure of Metals, 3rd revised Edition, Pergamon Press, 1980, pp. 43-48.
- [3-3] R. Cozar, Imphy France, 1989, Communication Privée .
- [3-4] T. Magnin et J. M. Lardon, Cyclic Deformation Mechanisms of a Two-Phase Stainless Steel in various Environmental Conditions, Materials Science and Engineering , Vol. A104, 1988, pp. 21-28.
- [3-5] F. Lecroisey, Transformations Martensitiques Induites par Plasticité dans le Système Fe-Ni-Cr-C, Thèse de doctorat d'état, Université de Nancy I, Mars 1971, pp. 19-21.
- [3-6] L. Rémy et A. Pineau, Temperature Dependence of Stacking Fault Energy in Close-Packed Metals and Alloys, Materials Science and Engineering, Vol. 36, 1978, pp. 47-63.
- [3-7] M. Strangwood et S. G. Druce, Aging effects in welded cast CF3 stainless steel, Materials Science and Technology, March 1990, Vol. 6, pp. 237-247.
- [3-8] T. J. Nichol, Mechanical Properties of a 29% Cr-4%Mo-2% Ni Ferritic Stainless Steel, Metallurgical Transactions, Vol. 8A, February 1977, pp. 229-237.

- [3-9] S. Bonnet, J. Bourgoïn, J. Champredonde, D. Guttman et M. Guttman, Relationship Between Evolution of Mechanical Properties of various cast duplex stainless steels and metallurgical and aging parameters: outline of current EDF programmes, *Materials Science and Technology*, March 1990, Vol. 6, pp. 221-229.
- [3-10] J. Levasseur, Etude de l'Intersection de Macles Mécaniques dans le Fer  $\alpha$ . Application à l'Amorçage et à la Propagation d'une Fissure de Clivage, Thèse de doctorat d'état, Faculté des Sciences de l'Université de Paris, Centre d'Orsay, 1970.
- [3-11] R. Priestner, The Relationship Between Brittle Cleavage and Deformation Twinning in BCC Metals, "Deformation Twinning, Metallurgical Society Conferences", Vol. 25, Eds. R. E. Reed-Hill, J. P. Hirth et H. C. Rogers, March 1963, pp. 321-355.
- [3-12] F. Mudry, Etude de la Rupture Ductile et de la Rupture par Clivage d'Aciers Faiblement Alliés, Thèse de doctorat d'état, Université de Technologie de Compiègne, 1982, pp. 101-102.
- [3-13] J. C. Lautridou, Etude de la déchirure ductile d'Aciers à faible Résistance. Influence de la Teneur Inclusionnaire, Thèse de Docteur-Ingénieur, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, Juin 1980.
- [3-14] P. Joly et A. Pineau, Modélisation de la Rupture des Aciers Inoxydables Austéno-Ferritiques au Moyen de l'Approche Locale, Convention CIFRE FRAMATOME/Ecole des Mines de Paris N°32/87, Rapport d'avancement 2<sup>ème</sup> Année, Décembre 1989.
- [3-15] L. Rémy et A. Pineau, Twinning and Strain-Induced F.C.C.--> H.C.P. Transformation on the Mechanical Properties of Co-Ni-Cr-Mo Alloys, *Materials Science and Engineering*, Vol. 26, 1976, pp. 123-132.
- [3-16] R. M. Fisher et M. J. Marcinkowski, Conf. Int. Union of Crystallography, Toronto, 1957, cité par R. Lagneborg [3-17].

- [3-17] R. Lagneborg, Yielding and Fracture of Fe-30%Cr Alloys Subjected to 475°C Embrittlement, *Acta Polytechnica Scandinavica, Chemistry including Metallurgy Series*, N° 62, 1967, pp. 1-40.
- [3-18] C. Duval, Contribution à l'étude de l'endommagement des aciers austéno-ferritiques vieillis, Thèse de doctorat, Ecole Centrale Paris, Janvier 1992.

## CHAPITRE 4

- [4-1] F. Mudry, Etude de la Rupture Ductile et de la Rupture par Clivage d'Aciers Faiblement Alliés, Thèse de doctorat d'état, Université de Technologie de Compiègne, 1982, pp. 53-60..
- [4-2] J. C. Lautridou, Etude de la déchirure ductile d'Aciers à faible Résistance. Influence de la Teneur Inclusionnaire, Thèse de Docteur-Ingénieur, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, Juin 1980.
- [4-3] J. R. Rice et D. M. Tracey, On the Ductile Enlargement of Voids in Triaxial Stress Fields, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Vol. 17, 1969, pp. 201-217.
- [4-4] J. D. Eshelby, The Determination of the Elastic Field of an Ellipsoidal Inclusion and Related Problems, *Proceedings of the Royal Society (London)*, Vol. A241, 1957, pp. 376-396.
- [4-5] M. Berveiller et A. Zaoui, An Extension of the Self-Consistent Scheme to Plastically-Flowing Polycrystals, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Vol.26, 1979, pp. 325-344.
- [4-6] A. S. Argon et J. Im, Separation of Second Phase Particles in Spheroidized 1045 Steel, Cu-0.6% Cr, and Maraging Steel in Plastic Straining, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 6A, April 1975, pp. 839-851.

- [4-7] P. Ould, Framatome Paris, Communication Privée, 1989.
- [4-8] R. Cozar, Imphy France, 1989, communication privée.
- [4-9] B. Jaoul, Etude de la Plasticité et Application aux Métaux, Dunod, Paris, 1965, pp. 197-201.
- [4-10] R. W. Honeycombe, The Plastic Deformation of Metals, Edward Arnold Pub., 2nd Ed., 1984, pp. 81-128.
- [4-11] D. Hull, Twinning and Nucleation of Cracks in Body-Centered Cubic Metals, in Fracture of Solids, Metallurgical Society Conferences Vol. 20, Eds. D. C. Drucker et J. J. Gilman, August 1962, pp. 417- 453.
- [4-12] R. Priestner, The Relationship Between Brittle Cleavage and Deformation Twinning in BCC Metals, "Deformation Twinning, Metallurgical Society Conferences", Vol. 25, Eds. R. E. Reed-Hill, J. P. Hirth et H. C. Rogers, March 1963, pp. 321-355.
- [4-13] A. W. Sleeswyk et C. A. Verbraak, Incorporation of Slip Dislocations in Mechanical Twins-I, Acta Metallurgica, Vol. 9, October 1961, pp. 917-927.
- [4-14] J. Levasseur, Etude de l'Intersection de Macles Mécaniques dans le Fer  $\alpha$ . Application à l'Amorçage et à la Propagation d'une Fissure de Clivage, Thèse de doctorat d'état, Faculté des Sciences de l'Université de Paris, Centre d'Orsay, 1970.
- [4-15] C. Duval, Contribution à l'étude de l'endommagement des aciers austéno-ferritiques vieillis, Thèse de doctorat, Ecole Centrale Paris, Janvier 1992.

## CHAPITRE 5

- [5-1] P. Suquet, Rupture Ductile et Croissance de Cavités dans une Matrice Viscoplastique, "Aspects Microstructuraux de la Rupture", 32ème Colloque de Métallurgie, Saclay, Juin 1989, Institut National des Sciences et Techniques Nucléaires, pp. 169-179.
- [5-2] D. François, Comportement Plastique des Matériaux Poreux, "Aspects Microstructuraux de la Rupture", 32ème Colloque de Métallurgie, Saclay Juin 1989, Institut National des Sciences et Techniques Nucléaires, pp. 181-195.
- [5-3] C. Licht et P. Suquet, Croissances de Trous. Prise en Compte d'Interactions, Rapport Final ATP CNRS "Plasticité des Matériaux Solides", Octobre 1987.
- [5-4] C. A. Berg, The Motion of Cracks in Plane Viscous Deformation, 4th US National Congress of Applied Mechanics, 1962, Vol.2, pp. 885-892.
- [5-5] F. A. Mc Clintock, A Criterion for Ductile Fracture by the Growth of Holes, Journal of Applied Mechanics, June 1968, pp. 363-371.
- [5-6] D. M. Tracey, Strain Hardening and Interaction Effects on the Growth of Voids in Ductile Fracture, Engineering Fracture Mechanics, 1971, Vol. 3, pp. 301-315.
- [5-7] J. R. Rice et D. M. Tracey, On the Ductile Enlargement of Voids in Triaxial Stress Fields, Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 1969, Vol. 17, pp. 201-217.
- [5-8] Y. Huang, Accurate Dilatation Rates for Spherical Voids in Triaxial Stress Fields, Division of Applied Sciences Harvard University, Cambridge Massachusetts, December 1989.
- [5-9] M. Y. He et J. W. Hutchinson, The Penny Shaped Crack and the Plane strain Crack in an Infinite Body of Power-Law Material, Journal of Applied Mechanics, December 1981, Vol.48, pp. 830-840.

- [5-10] B. Marini, Croissance de cavités en plasticité. Rupture sous chargement non radiaux et en mode mixte, Thèse de Docteur-Ingénieur, Octobre 1984, Ecole des Mines de Paris.
- [5-11] A. L. Gurson, Continuum Theory of Ductile Rupture by Void Nucleation and Growth: Part I-Yield Criteria and Flow rules for porous Ductile Media, *Journal of Engineering Materials and Technology*, January 1977, pp. 2-15.
- [5-12] C. A. Berg, Plastic Dilatation and Void Interaction, "Inelastic Behavior of Solids", Eds. M. K. Kanninen, W. F. Adler, A. Rosenfield et R. I. Jaffee, 1969, McGraw-Hill, pp. 171-210.
- [5-13] H. Yamamoto, Conditions for Shear Localization in the Ductile Fracture of Void-Containing Materials, *International Journal of Fracture*, Vol. 14 N°4, August 1978.
- [5-14] G. Perrin, J. B. Leblond et J. Devaux, Strain Hardening Effects in Ductile Porous Metals, *Proceedings ECF8 Fracture Behaviour and Design of Materials and Structures*, ed. D Firrao, Vol.1, 1990, pp. 427-432.
- [5-15] V. Tvergaard, Influence of Voids on Shear Band Instabilities under Plane Strain Conditions, *International Journal of Fracture*, Vol. 17, N°4, August 1981, pp. 389-407
- [5-16] G. Perrin et J. B. Leblond, Analytical Study of a Hollow Sphere Made of Plastic Porous Material and subjected to Hydrostatic Tension. Application to some Problems in Ductile Fracture of Metals, *International Journal of Plasticity*, Vol. 6, 1990, pp. 677-699.
- [5-17] A. Needleman et V. Tvergaard, An Analysis of Ductile Rupture in Notched Bars, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 1984, Vol. 32 N°6, pp. 461-490.

- [5-18] W. A. Spitzig, R. E. Smelser et O. Richmond, The Evolution of Damage and Fracture in Iron Compacts with Various Initial Porosities, *Acta Metallurgica*, Vol. 36 N°5, 1988, pp. 1201-1211.
- [5-19] R. Becker, A. Needleman, O. Richmond et V. Tvergaard, Void Growth and Failure in Notched Bars, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 1988, Vol. 36 N°3, pp. 317-351.
- [5-20] T. Guennouni et D. François, Constitutive Equations and Cavity Growth Rate for Porous Plastic Medium, ICM5, Beijing, Rep. pop. de Chine, 1987.
- [5-21] G. Rousselier, Ductile Fracture Models and their Potential in Local Approach of Fracture, *Nuclear Engineering and Design* (1987), Vol.105, pp.97-111.
- [5-22] J. Lemaitre et J. L. Chaboche, *Mécanique des matériaux Solides*, Dunod, 1988..
- [5-23] R. Batisse, Contribution à la Modélisation de la Rupture Ductile des Aciers, Thèse de doctorat, Université de Technologie de Compiègne, Octobre 1988.
- [5-24] K. E. Puttick, Ductile Fracture in Metals, *Philosophical Magazine*, 1959, Series 8 Vol. 4, pp 964-969.
- [5-25] T. B. Cox et J. R. Low, "An Investigation of the plastic Fracture of AISI 4340 and 18Ni - 200 grade Maraging Steels", *Metallurgical Transactions*, 1974, vol.5., pp 1457-1470.
- [5-26] L. Brown et J. D. Embury, Proc. 3rd Int. Conf. Strength of Metals and Alloys, Iron and Steel Institute London, 1975, p 161.
- [5-27] Y. d Escatha et J. C. Devaux, *ASTM STP 668*, 1979, pp. 229.

- [5-28] J. C. Lautridou, Etude de la Déchirure Ductile d'Aciers à Faible Résistance. Influence de la Teneur Inclusionnaire, Thèse de Docteur-Ingénieur, 1980, Ecole des Mines de Paris.
- [5-29] F. Mudry, Etude de la Rupture Ductile et de la Rupture par Clivage d'Aciers faiblement Alliés, Thèse de doctorat d'Etat, Mars 1982, Université de Technologie de Compiègne.
- [5-30] V. Tvergaard et A. Needleman, Analysis of the Cup-Cone Fracture in a Round Tensile Bar, *Acta Metallurgica* Vol. 32 N°1, 1984, pp. 157-169.
- [5-31] J. Koplik et A. Needleman, Void Growth and Coalescence in Porous Plastic Solids, *International Journal of Solids and Structures*, Vol. 24 N°8, 1988, pp. 835-853.
- [5-32] J. Mandel, Conditions de Stabilité et Postulat de Drucker, "Rheology and Soil Mechanics", ed. J. Kravtchenko et P. M. Syries, Springer Verlag, 1966, pp. 58-68.
- [5-33] R. Hill, *The Mathematical Theory of Plasticity*, 1950, Oxford Science Publications.
- [5-34] J. R. Rice, The Localization of plastic Deformation, "Theoretical and Applied Mechanics", ed. W. T. Koiter, North Holland Pub., 1976.
- [5-35] H. Yamamoto, Conditions for Shear Localization in the Ductile Fracture of Void-Containing Materials, *International Journal of Fracture*, Vol. 14 N°4, August 1978, pp. 347-365.
- [5-36] J. W. Rudnicki et J. R. Rice, Conditions for the Shear Localization of Deformation in Pressure-Sensitive Dilatant Materials, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 1975, Vol. 23 , pp. 371-394.
- [5-37] F. A. McClintock, Size Dependence of Fracture, "Fracture, an Advanced Treatise", ed. H. Liebowitz, Academic Press, 1971, pp 85-90.

- [5-38] P. Rolland, Ecole des Mines, Fontainebleau, communication privée, 1989.
- [5-39] P. Hatchuel, Travaux dirigés de statistiques, Ecole des Mines de Paris, 1988.
- [5-40] J. B. Leblond et G. Perrin, Analytical Study of the Coalescence of Cavities in Ductile Fracture of Metals, "Anisotropy and Localization of Plastic Deformation", Eds. J. P. Boehler et A. Kahn, 1991, Elsevier Applied Science, pp. 233-236.
- [5-41] R. D. Thomson et J. W. Hancock, Ductile Fracture by Void Nucleation, Growth and Coalescence, International Journal of Fracture Vol. 26, 1984, pp. 99-112.
- [5-42] C. Duval, Contribution à l'étude de l'endommagement des aciers austéno-ferritiques vieillis, Thèse de doctorat, Ecole Centrale Paris, Janvier 1992.
- [5-43] R. Becker, The Effect of Porosity Distribution on Ductile Failure, Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 1987, Vol. 35 N°5, pp. 577-599.
- [5-44] J. B. Leblond et G. Perrin, Communication Privée, Ecole des Mines de Paris, Novembre 1991.

## ANNEXE N°1

- [A1-1] F. Mudry, Etude de la Rupture Ductile et de la Rupture par Clivage d'Aciers Faiblement Alliés, Thèse de doctorat d'état, Université de Technologie de Compiègne, 1982, Annexe 1.

- [A1-2] P. W. Bridgman, The Stress Distribution at the Neck of a Tension Specimen, Trans. ASM, Vol. 32, 1944, pp. 553-574.
- [A1-3] N. N. Davidenkov et N. I. Spiridonova, Proc, AM. Soc. Test. Mat., Vol. 46, 1946, pp.1147. Cité par R. Hill, in The mathematical Theory of Plasticity, Oxford Science Pub., 1950, pp. 272- 281.
- [A1-4] F. Mudry, Etude de la Rupture Ductile et de la Rupture par Clivage d'Aciers Faiblement Alliés, Thèse de doctorat d'état, Université de Technologie de Compiègne, 1982, Annexe 4.
- [A1-5] S. S. Rhee et F. A. Mc Clintock, On the Effects of Strain Hardening on Strain Concentrations, 4th US Nat. Cong. of Applied Mechanics, Vol. 2, ASME, 1962, pp. 1007-1013.

## ANNEXE 2

- [A2-1] M. Berveiller et A. Zaoui, An Extension of the Self-Consistent Scheme to Plastically-Flowing Polycrystals, Journal of the Mechanics and Physics of Solids, Vol.26, 1979, pp. 325-344.
- [A2-2] A. S. Argon, Formation of Cavities from Nondeformable Second Phase Particles in Low Temperature Ductile Fracture, Transaction of the ASME, Journal of Engineering Materials and Technology, January 1976, pp. 60- 68.
- [A2-3] M. F. Ashby, The Deformation of Plastically Non-Homogeneous Alloys, in Strengthening Methods in Crystals, Eds. A. Kelly et R. B. Nicholson, Applied Science Pub., 1971, pp. 137-192.
- [A2-4] R. L. Fleisher et B. Chalmers, Journal of the Mechanics and Physics of Solids, Vol. 6, 1958, pp. 307.
- [A2-5] J. J. Hauser et K. A. Jackson, Effect of Grip Constraints on the Tensile Deformation of FCC Single Crystals, Acta Metallurgica, Vol. 9, January 1961, pp. 1-13.

- [A2-6] B. Jaoul, Etude de la Plasticité et Application aux Métaux, Dunod, Paris, 1965, pp. 197-201.
- [A2-7] R. Priestner, The Relationship Between Brittle Cleavage and Deformation Twinning in BCC Metals, "Deformation Twinning, Metallurgical Society Conferences", Vol. 25, Eds. R. E. Reed-Hill, J. P. Hirth et H. C. Rogers, March 1963, pp. 321-355.
- [A2-8] J. Levasseur, Etude de l'Intersection de Macles Mécaniques dans le Fer  $\alpha$ . Application à l'Amorçage et à la Propagation d'une Fissure de Clivage, Thèse de doctorat d'état, Faculté des Sciences de l'Université de Paris, Centre d'Orsay, 1970.

## ANNEXE N°3

- [A3-1] W. A. Spitzig, J. F. Kelly et O. Richmond, Quantitative Characterization of Second Phase Populations, Metallography, Vol. 18, 1985, pp. 235-261.
- [A3-2] P. J. Wray, O. Richmond et H. L. Morrison, Use of Dirichlet Tessellation for Characterizing and Modelling Nonregular Dispersions of Second Phase Particles, Metallography, Vol. 16, 1983, pp. 39-58.
- [A3-3] H. Schwartz et H. E. Exner, The Characterization of the Arrangement of Feature centroids in Planes and Volumes, Journal of Microscopy, Vol. 129, February 1983, pp. 155-169.
- [A3-4] D. Jeulin, Corbeil France, Février 1992, Communication Privée.
- [A3-5] P. Achon, Corbeil France, Février 1992, Communication Privée.

## ANNEXE N°4

- [A4-1] M. P. Drazin et H. M. Otte, The Systematic Determination of Crystallographic Orientations From Three Octahedral Traces on a Plane Surface, Phys. Stat. Sol., Vol. 3, 1963, pp. 824-858.
- [A4-2] J. Ogilvie, 1990, MIT Cambridge USA, Communication Privée.
- [A4-3] C. I. Palmer et C. I. Leigh, Plane and Spherical Trigonometry, McGraw-Hill Book Co, New York, 1934, pp.193-224.
- [A4-4] N. Bowditch, American Practical Navigator, Defense Mapping Agency Hydrographic/Topographic Center Pub., 1975 Ed., pp. 409- 414.
- [A4-5] K. D. Phan, Cristallographie Géométrique, Polycopié de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1984, pp. 79-94.

## ANNEXE N°5

- [A5-1] R. de Hoff et F. N. Rhines, Quantitative Microscopy, Mc Graw-Hill Book Co., 1968, pp. 128-148.

## ANNEXE N°6

- [A6-1] L. Habraken et J. L. de Brouwer, De Ferri Metallographia vol.1, Presses Académiques Européennes S. C. Bruxelles, 1966, pp. 109.