



HAL
open science

Rupture par clivage de microstructures d'aciers bainitiques obtenues en conditions de soudage

Astrid Lambert-Perlade

► **To cite this version:**

Astrid Lambert-Perlade. Rupture par clivage de microstructures d'aciers bainitiques obtenues en conditions de soudage. Mécanique [physics.med-ph]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001. Français. NNT: . tel-00005749

HAL Id: tel-00005749

<https://pastel.hal.science/tel-00005749>

Submitted on 5 Apr 2004

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



ECOLE DES MINES
DE PARIS

Collège doctoral

N° attribué par la bibliothèque

□□□□□□□□□□

THESE

pour obtenir le grade de
Docteur de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris
Spécialité «Sciences et Génie des Matériaux»

présentée et soutenue publiquement par

Astrid LAMBERT - PERLADE

le 3 mai 2001

**RUPTURE PAR CLIVAGE DE MICROSTRUCTURES D'ACIERS
BAINITIQUES OBTENUES EN CONDITIONS DE SOUDAGE**

Directeur de thèse : André PINEAU

Jury

M. Yves BRECHET, Professeur, ENSEEG	Rapporteur
M. Roland TAILLARD, Professeur, Université des Sciences et Technologies de Lille	Rapporteur
M. Philippe BOMPARD, Professeur, Ecole Centrale de Paris	Examineur
Mme Elisabeth GAUTIER, Directeur de recherche, Ecole des Mines de Nancy	Examineur
M. Frank HANUS, Docteur, Dillinger Hütte	Examineur
M. Thierry STUREL, IRSID	Examineur
Melle Anne-Françoise GOURGUES, Docteur, Ecole des Mines de Paris	Examineur
M. André PINEAU, Professeur, Ecole des Mines de Paris	Examineur

Centre des Matériaux P.M. Fourt de l'Ecole des Mines de Paris, B.P. 87, 91003 Evry Cedex

Avant-propos

Cette thèse est le fruit d'une collaboration étroite entre le Centre des Matériaux de l'École des Mines de Paris et IRSID, centre de recherche du groupe USINOR. La convention CIFRE m'a offert la possibilité de croiser les ressources de deux établissements de recherche et de bénéficier de la riche complémentarité de différentes équipes - universitaires et industrielles.

J'ai ainsi pu jouir de conditions tant matérielles que scientifiques idéales durant ces trois années, aussi bien à Evry qu'à Maizières-lès-Metz. Mais c'est aux personnes - passionnées et passionnantes - rencontrées au cours de ces travaux que je voudrais exprimer ici ma gratitude.

Mes pensées se tourne en premier lieu vers mon directeur de thèse ANDRE PINEAU qui vient parachever, et avec quel panache, 20 années passées sur les bancs des écoles françaises. J'ai eu la chance d'être l'une des dernières thésardes à avoir pu non seulement profiter de son immense culture scientifique et de ses conseils éclairés mais aussi apprécier sa constante disponibilité, la confiance qu'il m'a témoignée et la liberté qu'il m'a laissée pour mener mes travaux.

JEAN-HUBERT SCHMITT, directeur du département Métallurgie physique et Mécanique, ANDRE GALTIER, responsable du service Fatigue Rupture, ont tous deux collaboré à m'ouvrir les portes des laboratoires de IRSID. DOMINIQUE KAPLAN de l'antenne IRSID au CNAM a été leur relais parisien.

Je veux associer dans un même remerciement ANNE-FRANÇOISE GOURGUES et THIERRY STUREL, mes tuteurs de thèse, qui ont encadré ce travail au quotidien, respectivement au Centre des Matériaux et à IRSID. Je tiens ici à les remercier pour la grande liberté qu'ils m'ont laissée, pour leur soutien continu et pour les enseignements qu'ils m'ont apportés, pour leur enthousiasme communicatif.

FRANCK HANUS de Dilling, grâce à qui la thèse a été financée au travers d'une étude commandée à IRSID, a toujours suivi avec intérêt l'avancement des travaux. Je lui suis reconnaissante d'avoir accepté de faire partie des membres du jury.

Les contributions de JACQUES BESSON, développeur du code de calcul ZéBuLoN, m'ont sortie de nombreuses situations apparemment inextricables. Pour leur soutien apporté dans la compréhension des modèles d'homogénéisation et dans la modélisation de la rupture par clivage des monocristaux, je tiens aussi à remercier STEPHANE BUGAT et SAMUEL FOREST.

PHILIPPE MAUGIS m'a apporté son aide pour les calculs de modélisation thermodynamique et cinétique des transformations de phases.

INGRID JANKOWSKI m'aura non seulement permis de bénéficier de son savoir-faire en métallographie mais elle m'aura aussi réservé un accueil chaleureux et amical lors de ma venue en Lorraine. Je tiens encore à associer dans mes remerciements GERARD BRABANT, JEAN-CLAUDE SARTINI, JOSEE DRILLET, LUCIEN SOUMANN et XAVIER GARAT pour leur aide experte et leur

maîtrise des essais mécaniques, de la Gleeble, de la microscopie électronique en transmission et de l'émission acoustique.

GILLES ANDRÉ, du laboratoire « Léon Brillouin », et GEORGES MARTIN, de la Section de Recherche en Métallurgie Physique, m'ont gracieusement accueillie et permis de mener à bien mes essais de diffraction de neutrons et de nano-indentation au sein du CEA.

PHILIPPE BOMPARD m'a fait l'honneur et le plaisir d'accepter de présider le jury tandis que YVES BRÉCHET et ROLAND TAILLARD ont exécuté avec application, rigueur et sagacité le travail de rapporteurs. ÉLISABETH GAUTIER a également répondu présente parmi les membres du jury. Qu'ils soient tous convaincus de ma reconnaissance et de ma gratitude pour l'intérêt qu'ils ont montré pour ce travail.

Qu'il me soit permis de saluer tous les thésards et amis du Centre des Matériaux pour leur bonne humeur et leur enthousiasme.

Merci enfin à mes parents et à François pour avoir su rendre ces années si agréables. Sans leur soutien continu, rien n'aurait été possible.

ASTRID LAMBERT-PERLADE

Résumé

La fragilité reconnue des Zones Affectées par la Chaleur (ZAC) en soudage d'aciers micro-alliés à basse teneur en carbone est l'une des propriétés les plus pénalisantes pour l'application de ces nouveaux produits en environnement sévère. Cette étude vise à mieux comprendre les mécanismes d'amorçage et de propagation de la rupture par clivage dans ces microstructures et à prévoir l'effet des zones fragiles sur la ténacité de l'acier.

Les traitements thermiques correspondant à des cycles de soudage détériorent les propriétés à rupture du métal de base en élevant la température de transition fragile-ductile. Les propriétés de ténacité des ZAC (résilience et déformation à rupture sur éprouvettes entaillées) sont en effet fortement influencées par des paramètres métallurgiques tels que les composés Martensite-Austénite (M-A), et la taille de grain « efficace ».

La disposition d'ensemble des grains et de leurs orientations relatives qui déterminent les propriétés mécaniques de ces microstructures est fixée par les mécanismes de germination et de croissance de la bainite. Une approche phénoménologique de la cristallographie des transformations martensitiques (PTMC) est appliquée aux microstructures bainitiques et permet de préciser le rôle de l'auto-accommodation des contraintes mécaniques dans les mécanismes de formation de ces différentes microstructures.

L'étude des micro-mécanismes de rupture des ZAC a été facilitée par l'utilisation de l'émission acoustique. Des amorces de rupture fragile par clivage sur des composés M-A massifs ont pu être observées. Le type d'endommagement (rupture du composé ou décohésion à l'interface) dépend de la température d'essai et du taux de triaxialité. Par ailleurs, il semble que la résistance des barrières microstructurales (joints de paquets bainitiques) décroît quand la température diminue entraînant un changement de mécanisme : rupture contrôlée par la propagation à haute température, rupture contrôlée par l'amorçage à basse température. Dans le premier cas, les joints sur lesquels s'arrêtent les fissures sont déterminés par EBSD comme étant des joints de forte désorientation (50° à 60°).

Le modèle d'approche locale de Beremin a été appliqué avec succès pour prédire les évolutions de la ténacité et de la dispersion avec la température. Un modèle d'approche locale basé sur les mécanismes de rupture des ZAC a également été appliqué. La rupture est décrite par la succession de trois processus élémentaires : rupture d'un composé M-A, franchissement de l'interface M-A/matrice et franchissement des joints de paquets efficaces. La dispersion expérimentale, directement issue des distributions de tailles des différentes unités microstructurales (composés M-A et paquets efficaces) est correctement reproduite. La prise en compte des effets de plasticité en pointe de fissure permet également de rendre compte de l'augmentation du nombre de fissures arrêtées avec la température, ce qui est expérimentalement observé.

Mots clés : Zones Affectées par la Chaleur, soudage, acier micro-allié, bainite, composés M-A, cristallographie, transformation de phase, rupture par clivage, ténacité, endommagement, approche locale, émission acoustique.

Abstract

Fracture toughness of High Strength Low Alloy steels is well known to be deteriorated by weld heat treatments. In the case of multipass welding, this impairment has been correlated with the existence of small regions of poor fracture toughness referred to as local brittle zones (LBZs). These zones are situated in the Coarse Grain Heat Affected Zones (CGHAZs) and in particular in the intercritically reheated CGHAZs (ICCGHAZs).

In the present work, the toughness of some LBZ is investigated by means of simulated HAZ tests at different temperatures. Micromechanisms involved in cleavage fracture are studied using notched round tensile tests and acoustic emission and subsequent SEM and EBSD analyses. Fracture properties are strongly affected by both bainitic microstructure and Martensite-Austenite (M-A) constituents. Depending on stress triaxiality and temperature, microvoids at the M-A/ matrix interface and microcracks in the M-A constituents are found to initiate cleavage fracture. Subsequent step in the cleavage process is then controlled either by propagation of the M-A sized microcrack to the surrounding matrix and/or by crack progression in the matrix across high angle boundaries.

The Beremin model has been successfully used to describe cleavage fracture in base metal and HAZs. A statistical "weakest link" fracture model has also been applied which takes into account the presence of two independent distributions of structural elements : bainitic packets and M-A particles. Prediction of fracture toughness evolution with temperature and physical relevance of the parameters introduced in this model are discussed. Special emphasis is given to the brittle to ductile transition.

Notations

Paramètres mécaniques et microstructuraux

$a^{(0)}$ [m]	Longueur (initiale) de fissure
a_c [m]	Rayon critique d'une fissure traversante
A_p [%]	Longueur du palier de traction
A_r [%]	Allongement homogène réparti lors d'un essai de traction
A [%]	Allongement total à rupture lors d'un essai de traction
b [m]	Norme du vecteur de Bürgers
$b^{(0)}$ [m]	Longueur (initiale) du ligament sur éprouvette préfissurée = $W - a^{(0)}$
B [m]	Épaisseur des éprouvettes KF20
c [m]	Taille moyenne du composé M-A
C_0 [m]	Épaisseur d'un carbure (Modèle de Smith)
d [m]	Taille moyenne du paquet bainitique efficace
d_0 [m]	Distance inter-atomique d'équilibre
$D^{(0)}$ [m]	Taille moyenne (initiale) du grain austénitique
e_p^{cum}	Déformation plastique cumulée
E_p^{cum}	Déformation plastique cumulée globale
E [MPa]	Module de Young
f_c ou g	Fonctions de densité de probabilité des composés M-A ou des paquets bainitiques
G [J/m ²]	Taux de restitution d'énergie
HV	Dureté Vickers
J [N.m ⁻¹]	Intégrale de contour J de Rice
J_c [N.m ⁻¹]	Valeur critique de J à la rupture
k_y, k'_y [MPa.√m]	Constante de Hall-Petch en traction et en cisaillement
K_{cv} (J)	Energie Charpy sur éprouvette de résilience entaillée en V
K_I [MPa.√m]	Facteur d'intensité des contraintes en mode I, II ou III
K_{Ic} [MPa.√m]	Valeur critique du facteur d'intensité des contraintes en mode I, ou ténacité
K_{Ic} [MPa.√m]	Pseudo valeur de ténacité
$K_{0(T)}$ [MPa.√m]	Ténacité de normalisation pour une éprouvette d'épaisseur T (Modèle de Wallin)
K_{min} [MPa.√m]	Ténacité seuil (Modèle de Wallin)
$K_{med (1T)}$ [MPa.√m]	Ténacité médiane normalisée (Modèle de Wallin)
$K_{Ia}^{c/g}$ [MPa.√m]	Ténacité locale à l'arrêt d'une microfissure à l'interface M-A/matrice
$K_{Ia}^{g/g}$ [MPa.√m]	Ténacité locale à l'arrêt d'une microfissure à l'interface matrice/matrice
m	Module de Weibull
n	Coefficient d'écrouissage pour une loi du type $\sigma = k \cdot \epsilon^n$
N_a, N_v [1/m ²], [1/m ³]	Densité surfacique ou volumique de particules
P_L [N]	Charge limite
P_R, p_r	Probabilité de rupture cumulée, élémentaire
Re [MPa]	Limite d'élasticité inférieure au niveau du palier de traction
$Rp_{0,2}$ [MPa]	Limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% de déformation plastique

R_m [MPa]	Résistance maximale à la traction
R_0, Q_1, b_1, Q_2, b_2	Paramètres des lois de comportement des ZAC
s_{ij} [MPa]	Tenseur déviateur des contraintes
TK_{XJ} [°C]	Température de transition de résilience pour une énergie de XJ (TK_{28J} ou TK_{70J})
T_D [°C]	Température théorique de transition fragile ductile
T_0 [°C]	Température « pivot » t.q. $K_{med(T_0)}=100\text{MPa} \cdot \sqrt{m}$ (Modèle de Wallin)
V_0 [m ³]	Volume élémentaire représentatif du processus de rupture (Modèle de Beremin)
W [m]	Largeur utile d'une éprouvette fissurée
X_0 [m]	Distance caractéristique dans le modèle RKR
Z [%]	Taux de réduction d'aire à rupture lors d'un essai de traction
ϵ_r [%]	Déformation moyenne à rupture
ϕ_0, ϕ [m]	Diamètre initial et diamètre courant des éprouvettes AE
γ_p [J/m ²]	Energie dissipée par unité de surface
γ_s [J/m ²]	Energie de surface théorique
γ_m [J/m ²]	Energie de surface effective
γ^B [J/m ²]	Energie de surface effective du joint de grain
ν	Coefficient de Poisson
μ [MPa]	Module d'élasticité en cisaillement
σ_c [MPa]	Contrainte critique de clivage
σ_{eq} [MPa]	Contrainte équivalente au sens de Von Mises
σ_y [MPa]	Limite d'élasticité
σ_0 [MPa]	Contrainte seuil dans la théorie de Weibull
σ_m [MPa]	Contrainte hydrostatique
$T=\sigma_m/\sigma_{eq}$	Taux de triaxialité
σ_1 [MPa]	Contrainte principale maximale
σ_u [MPa]	Contrainte critique sur le volume V_0 (Modèle de Beremin)
σ_w [MPa]	Contrainte de Weibull
σ_r [MPa]	Contrainte moyenne à rupture
τ [MPa]	Cission résolue
τ_i [MPa]	Friction de réseau
τ_c [MPa]	Cission résolue critique
τ_{eff} [MPa]	Cission effective = $\tau - \tau_i$

Paramètres thermiques de soudage

a [m ² .s ⁻¹]	Diffusivité thermique= $\lambda/(\rho c)$
C [J.kg ⁻¹ .K ⁻¹]	Chaleur spécifique
C_{eq} [%]	Teneur en carbone équivalent
d [m]	Epaisseur de la tôle
e	=ln(10)≈2,718 (Base des logarithmes népériens)
I [A]	Intensité de l'arc
q [J.s ⁻¹]	Puissance de l'arc
q/v	Energie de soudage
r [m]	Distance radiale à la ligne de fusion
R [m]	Rayon du dépôt de métal fondu
t [s]	Temps
T_0 [°C]	Température initiale ou de préchauffage
T_f [°C]	Température de fusion
T_m [°C]	Température maximale atteinte en un point donné
T_{pi} [°C]	Température du i ^{ème} pic
v [m.s ⁻¹]	Vitesse de l'arc
V [V]	Tension de l'arc
$\Delta t^{T_1/T_2}$ [s]	Temps de refroidissement entre les températures T_1 et T_2 : $\Delta t^{700^\circ\text{C}/300^\circ\text{C}}$ ou $\Delta t^{800^\circ\text{C}/500^\circ\text{C}}$

η	Rendement thermique, tenant compte du procédé utilisé et de la géométrie de dépôt
λ [$\text{J}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$]	Conductivité thermique
ρ [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$]	Masse spécifique
ρc [$\text{J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{K}^{-1}$]	Chaleur spécifique par unité de volume

Paramètres thermodynamiques et métallurgiques

A_{C1}, A_{C3} [$^{\circ}\text{C}$]	Températures de début et de fin de transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ au chauffage
A_{r1}, A_{r3} [$^{\circ}\text{C}$]	Températures de début et de fin de transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ au refroidissement
B_s [$^{\circ}\text{C}$]	Température de début de transformation bainitique
M_s [$^{\circ}\text{C}$]	Température de début de transformation martensitique
Q [kJ/mol]	Energie d'activation
R [kJ/mol]	Constante des gaz parfaits
T_1 [$^{\circ}\text{C}$]	Température de décomposition des composés M-A
T_3 [$^{\circ}\text{C}$]	Température de grossissement du grain austénitique
T_0 [$^{\circ}\text{C}$]	Température t.q. α et γ de même composition chimique ont la même enthalpie libre
τ [%]	Degré d'avancement d'une réaction

Abréviations

AE	Eprouvette axisymétrique entaillée
CGHAZ	Zone à gros grains
CTOD	Crack Tip Opening Displacement
E.A.	Emission Acoustique
EBSD	Electron Back Scatter Diffraction – Diffraction des électrons rétrodiffusés
ELT10	Eprouvette de traction utilisée pour caractériser les ZAC
FATT	Fracture Appearance Transition Temperature
FGHAZ	Zone à grains fins
HSLA	High Strength Low Alloy steel
ICCGHAZ	Zone à gros grains réchauffée dans le domaine intercritique
ILS	Déformation à ligne invariante
IPS	Déformation à plan invariant
KF20	Eprouvette de flexion 3 points préfissurée
KS	Relations d'orientation de Kurdjumov-Sachs
L, T, S	Sens long, travers et travers court de laminage
LE-NP	Transformation avec Equilibre Local, sans Partition
M-A	Composé Martensite-Austénite
MEB	Microscope Electronique à Balayage
MET	Microscope Electronique en Transmission
NW	Relations d'orientation de Nishiyama-Wassermann
PTMC	Théorie Phénoménologique de la Cristallographie de la Martensite
SCCGHAZ	Zone à gros grains réchauffée dans le domaine subcritique
TB5	Eprouvette de traction utilisée pour caractériser le métal de base
TMCP	Thermo-Mechanical Controlled Process
TRIP	TRansformation Induced Plasticity
UCP	Unit Crack Path – Longueur caractéristique de fissure
ZAC	Zone Affectée par la Chaleur
ZP	Zone Plastique
α	Ferrite
α'	Martensite
γ	Austénite
γ_{res}	Austénite résiduelle (métastable à température ambiante)

Table des matières

Introduction	1
Chapitre I – Bibliographie	3
1 Rupture par clivage	5
1.1 Généralités	5
1.2 Mécanismes élémentaires – Effet de concentrations de contraintes	5
1.3 Transition ductile-fragile	8
1.4 Aspects microscopiques de la propagation de fissure	13
1.5 Traitements statistiques	13
1.6 Conclusions	20
2 Les Zones Affectées par la Chaleur (ZAC)	21
2.1 Production	21
2.2 Propriétés de rupture	29
2.3 Conclusions	42
3 Objectifs de l'étude et démarche adoptée	44
Chapitre II – Les matériaux de l'étude	47
1 Composition, traitements thermiques et microstructures	49
1.1 Le métal de base	49
1.2 Les Zones Affectées par la Chaleur	55
2 Propriétés mécaniques et ténacité	65
2.1 Procédures expérimentales	65
2.2 Caractéristiques de traction	65
2.3 Traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées	69
2.4 Courbes de transition de résilience	73
2.5 Flexion 4 points	73
2.6 Ténacité	75
3 Conclusions	83

Chapitre III – Etude cristallographique de la transformation bainitique	85
1 Rappels bibliographiques	87
1.1 Microstructures et morphologies	87
1.2 Cristallographie	89
2 Caractérisations microstructurales	91
2.1 Analyses EBSD des structures bainitiques	91
2.2 Analyse à l'échelle de la latte : MET	99
2.3 Discussion	103
3 Mécanismes de germination de la bainite	107
3.1 Détermination des températures de transformation par dilatométrie	107
3.2 Traitements thermiques interrompus	109
3.3 Germination par sélection de variants	111
4 Discussion : quelques aspects de la PTMC	113
4.1 Généralités	113
4.2 Application aux structures bainitiques des ZAC	115
5 Conclusions	122

Chapitre IV – Etude des composés Martensite – Austénite (M-A)	123
1 Caractérisation des composés Martensite-Austénite	125
1.1 Procédures expérimentales	125
1.2 Microstructure	125
1.3 Analyse chimique	129
2 Formation des composés M-A	131
2.1 Introduction	131
2.2 Rappels bibliographiques	131
2.3 Essais et résultats expérimentaux	135
2.4 Modélisation	137
2.5 Courbe T_0	144
2.6 Conclusions	145
3 Stabilité thermique et mécanique de l'austénite résiduelle	146
3.1 Introduction	146
3.2 Rappels bibliographiques	146
3.3 Stabilité mécanique et thermique de l'austénite résiduelle	147
3.4 Conclusions	151
4 Conclusions	154

Chapitre V – Mécanismes d'endommagement et de rupture	155
1. Etude expérimentale des mécanismes de rupture	157
1.1. Procédures expérimentales	157
1.2. Résultats	159
2. Effet de la stabilité de l'austénite résiduelle	177
3. Discussion	177
3.1. Etape critique de la rupture par clivage	177
3.2. Analyse micromécanique de l'amorçage	183
4. Conclusions	199

Chapitre VI – Approche locale de la rupture	201
1 Modèle de Beremin	203
1.1 Introduction	203
1.2 Identification des paramètres	203
1.3 Application aux géométries fissurées	213
1.4 Discussion	221
2 Modèle « à deux barrières microstructurales »	222
2.1 Introduction	222
2.2 Développement du modèle	222
2.3 Identification des paramètres sur géométries entaillées	227
2.4 Prévisions des courbes de transition de ténacité	229
3 Conclusions	232
Conclusions et perspectives	233
Annexe A – Techniques expérimentales	237
Annexe B – Propriétés mécaniques	243
1. Plans des éprouvettes d’essais mécaniques	244
2. Propriétés de traction	247
3. Propriétés de traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées	250
4. Flexion 4 points	256
5. Propriétés de résilience	256
6. Propriétés de ténacité	259
Annexe C – Procédures numériques	263
1. Modèles d’homogénéisation à champs moyens	264
1.1. Problème de l’inclusion d’Eshelby (1957)	264
1.2. Estimation autocohérente classique en élasticité	265
1.3. Méthode de Hill en élasto-plasticité	265
2. Application du modèle de Beremin	267
2.1. Influence de la loi de comportement sur l’identification de m et σ_u	267
2.2. Prévisions de la ténacité	268
Références	271

En décembre 1999, le pétrolier Erika sombrait au sud de Penmarc'h.
L'audition du capitaine Karm Mathur éclaire sur les circonstances du naufrage :

*« Je vois trois cassures et des flambements dans la tôle de la citerne 2 tribord. **Les cassures sont brillantes** sur toute l'épaisseur de la tôle, les déformations transversales en trois vagues parallèles. La plus importante des trois cassures en zig-zag fait 2,5 mètres de long environ sur 5 centimètres de large.
Je prends alors la décision de ne pas poursuivre le voyage. »*
(Ouest France, le 12 janvier 2000).

Introduction générale

Contexte industriel : Fragilité des Zones Affectées par la Chaleur en soudage

Les activités navales et offshore en environnement sévère requièrent l'amélioration constante des performances des aciers. La nécessité d'allègement des structures, d'une soudabilité accrue et d'une meilleure résistance des Zones Affectées par la Chaleur en soudage (ZAC) à la corrosion ou à la fragilisation par l'hydrogène a conduit les grands groupes sidérurgiques à développer de nouveaux produits.

Depuis le milieu des années 80, la teneur en carbone des aciers a progressivement été diminuée de 0,16%-0,18% à 0,10%. Pour maintenir de bonnes propriétés de traction, différents éléments de micro-alliage ont été ajoutés, en particulier de Nb (0,03%-0,04%) et d'éléments durcissants Cu (0,2%) et Ni (0,2 à 0,5%). Les teneurs en Mn (1,5%) et en Si (0,4%) sont restées relativement constantes. En contrepartie, le coût de ces ajouts a triplé, pour atteindre 10% du coût total de l'acier (≈300FF/tonne). De nouveaux aciers trempés revenus ou produits par laminage thermomécanique contrôlé (TMCP) ont alors vu le jour, à la fin des années 80. Grâce à leurs microstructures à grains très fins, les aciers TMCP ont atteint un très bon compromis entre des limites d'élasticité élevées (420-500MPa) et de très bonnes propriétés de ténacité.

Le développement de tels aciers, au coût de fabrication relativement bas, est actuellement l'un des enjeux majeurs de l'industrie sidérurgique productrice de tôles fortes. La construction offshore, principale cliente, impose néanmoins des spécifications sévères, principalement sur les propriétés de traction et de ténacité et sur la soudabilité (trempabilité, sensibilité à la fissuration à froid, température de préchauffage et ténacité des ZAC).

L'une des spécifications les plus restrictives des standards actuels utilisés en mer du Nord (NORSOK, prEN10225, BS7191) est de garantir, après soudage, un niveau de ténacité minimal à des températures de l'ordre de -10°C (et jusqu'à -40°C).

Sur le plan thermique, le soudage est caractérisé par un apport important et localisé de chaleur sur la pièce soudée, qui en fait une véritable opération de traitement thermique. Il en résulte des transformations microstructurales très importantes dans le métal de base. Ces transformations peuvent altérer significativement les ténacités élevées des aciers TMCP en produisant des Zones Fragiles Locales. Ces zones se situent dans les zones affectées par la chaleur des joints soudés multi-passes.

Pour les sidérurgistes, l'hétérogénéité métallurgique des ZAC et la dispersion de ténacité inhérente aux phénomènes statistiques de rupture par clivage rendent l'interprétation de ces comportements fragiles très difficiles. Dans ce contexte, la description fine des micro-mécanismes de rupture est essentielle et reste actuellement un problème ouvert.

Contexte scientifique et démarche de l'étude

Les microstructures obtenues en conditions de soudage à moyenne ou forte énergie sont complexes et varient le long de la ligne de fusion du joint multi-passe. Dans les aciers TMCP à basse teneur en

carbone, les régions les plus fragiles correspondent aux zones à gros grains et aux zones à gros grains réchauffées dans le domaine intercritique (i.e. le domaine de coexistence des phases ferritique et austénitique). Selon les auteurs, cette fragilité est imputée à nombre d'entités microstructurales : secondes phases : carbures, composés de martensite et/ou d'austénite résiduelle (dits « M-A ») ; structure bainitique : taille de lattes, de paquet et/ou d'anciens grains austénitiques... Les interprétations sont néanmoins controversées et les mécanismes de rupture restent encore mal connus :

- Si le nombre d'études consacrées aux secondes phases M-A est très important, cet engouement est relativement récent. Il semble en effet que l'évolution des compositions d'aciers ait provoqué progressivement un déplacement de la localisation des zones les moins tenaces au sein des joints soudés, de la zone à gros grains vers les zones intercritiques. Ce point explique en partie l'intérêt croissant porté à ces secondes phases particulièrement présentes en zone intercritique.
- La bainite supérieure, constitutive des ZAC, est reconnue pour être plus fragile que la bainite inférieure et la martensite. De nombreux auteurs ont tenté de relier cette faible résistance à l'existence d'une structure plus grossière, sans définir précisément l'entité microstructurale déterminante : lattes, paquets de lattes, ancien grain austénitique.

Dans ce travail, on se propose d'étudier les mécanismes d'amorçage et de propagation de la rupture par clivage dans ces microstructures et de préciser l'effet des zones fragiles sur la ténacité de l'acier.

Le métal de base étudié est un acier de construction E450 TMCP micro-allié, à faible teneur en carbone (0,07 %). A cause de la faible taille (quelques millimètres) et de la nature hétérogène des ZAC, les caractérisations microstructurales et mécaniques sur ZAC réelles après soudage sont difficiles. Une technique de simulation des traitements thermiques de soudage a donc été utilisée sur machine Gleeble. Les matériaux sont obtenus après des traitements thermiques caractéristiques d'une zone à gros grains et d'une zone à gros grains réchauffée dans le domaine intercritique. La tendance actuelle étant d'accroître les rendements de mise en œuvre des produits et donc les énergies de soudage, l'effet d'une forte énergie de soudage sur la ténacité de la zone à gros grains est traité.

La démarche générale entreprise consiste à relier les caractéristiques microstructurales aux propriétés de rupture de ZAC. Caractérisations microstructurales et mécaniques sont donc menées de front en vue de :

- Approfondir les mécanismes de rupture par clivage des microstructures bainitiques. Définir notamment l'unité microstructurale pertinente des microstructures en lattes vis-à-vis de la rupture par clivage.
- Bien décrire l'influence des composés de seconde phase (martensitiques et/ou austénitiques) dans les microstructures bainitiques sur les mécanismes de rupture.
- Proposer des éléments pour la modélisation de :
 1. la transformation bainitique dans ce type d'acier.
 2. la rupture fragile, notamment l'évolution de la ténacité avec la température.

Pour définir plus précisément les objectifs du travail de thèse et les points d'interrogation pertinents des recherches actuelles, une synthèse bibliographique de la rupture par clivage dans les métaux cubiques centrés et dans les ZAC a été menée. Les objectifs et la démarche de l'étude sont précisés à l'issue de ce premier chapitre.

Chapitre I

Bibliographie

1	<i>Rupture par clivage</i>	5
1.1	Généralités	5
1.2	Mécanismes élémentaires – Effet de concentrations de contraintes	5
1.3	Transition ductile-fragile	8
1.4	Aspects microscopiques de la propagation de fissure.....	13
1.5	Traitements statistiques	13
1.6	Conclusions	20
2	<i>Les Zones Affectées par la Chaleur (ZAC)</i>	21
2.1	Production	21
2.2	Propriétés de rupture	29
2.3	Conclusions	42
3	<i>Objectifs de l'étude et démarche adoptée</i>	44

Chapitre I

Bibliographie

Il arrive parfois que des ruptures catastrophiques de structures en acier ferritique se produisent par un processus de clivage transgranulaire. Les facteurs qui peuvent influencer ce comportement (température, vitesse de déformation, effet d'entaille...) et leurs interactions sont complexes et sont à l'origine de quantités d'accidents importants, que l'on ne savait clairement expliquer, il y a encore 50 ans (figure I. 1). Heureusement, la mécanique de la rupture, couplée à l'étude des mécanismes microscopiques a fait des progrès significatifs au cours des trois dernières décennies. Les relations entre la microstructure et les propriétés à rupture d'aciers ferritiques et d'aciers doux ont été largement étudiées, tant du point de vue théorique qu'expérimental, et ont abouti à des modèles statistiques de prévision de la ténacité. Dans le cas de microstructures plus complexes, en particulier dans les Zones Affectées par la Chaleur de joints soudés, ces relations sont plus difficiles à établir, et l'étude des micro-mécanismes de rupture revêt une importance prépondérante.

La première partie de ce chapitre n'échappe pas à l'exposé des mécanismes fondamentaux de la rupture par clivage dans les métaux cubiques centrés et des modèles mathématiques de prévision de la ténacité.

La seconde partie présente les caractérisations métallurgiques et mécaniques des Zones Affectées par la Chaleur de joints soudés. On s'intéresse plus particulièrement aux relations entre les microstructures (bainite et composés de seconde phase) et les propriétés à rupture recensées dans la littérature.



figure I. 1 : Photographie d'un liberty ship en acier bas carbone [Bouchard N-H, 1978]. Selon le rapport d'expertise de R.M. Pelloux, la fissure se serait amorcée à la jonction du pont et de la coque.

1 Rupture par clivage

1.1 Généralités

Le clivage est un mécanisme de rupture des solides cristallins qui se produit par décohésion selon un plan cristallographique. Le mécanisme ultime de la rupture fragile est l'extension élastique des liaisons atomiques conduisant à la séparation finale des plans cristallographiques denses. La contrainte nécessaire à la séparation de ces plans peut être estimée à partir de la dérivée par rapport au déplacement de l'énergie de cohésion. Sous certaines hypothèses simplificatrices, on évalue souvent la contrainte théorique σ_{th} par l'équation Eq. I.1 :

$$\sigma_{th} = \sqrt{\frac{E\gamma_s}{d_0}} \quad \text{Eq. I. 1}$$

où E est le module d'Young,
 γ_s est l'énergie nécessaire à la création d'une nouvelle surface,
 d_0 est la distance inter-atomique d'équilibre dans la direction considérée.

Les plans les plus susceptibles de cliver sont donc ceux pour lesquels le rapport $E\gamma_s/d_0$ est le plus faible. Dans le cas des structures cubiques centrées, ces plans sont de type {100}.

La contrainte théorique de clivage est du même ordre de grandeur, parfois même plus élevée que la limite d'élasticité théorique, $\sigma_0 \approx \mu/10$, pour le glissement. Le clivage ne peut donc se produire que sous l'effet de concentrations de contraintes élevées (cf. § 1.2), de façon à satisfaire l'équation I.1, et dans des matériaux suffisamment fragiles pour éviter la relaxation plastique (cf. § 1.4).

1.2 Mécanismes élémentaires – Effet de concentrations de contraintes

Les concentrations de contraintes nécessaires au clivage peuvent être obtenues de différentes façons : fissures de corrosion en surface, lignes de glissement et défauts de surface, présence de précipités fragiles (cf. § 1.2.3), maclage, etc... Mais un arrangement particulier de dislocations peut être suffisant. Dans ce cas, les concentrations de contraintes peuvent être produites par un groupe de dislocations empilées sur une barrière microstructurale (joint de grain, macule, précipité...) (cf. § 1.2.1), ou par la formation d'une « super-dislocation » sessile à l'intersection de deux bandes de glissement (cf. § 1.2.2).

1.2.1 Théorie microscopique de l'amorçage

Zener, le premier [ZEN48], a montré qu'une déformation plastique hétérogène peut conduire à la formation d'une fissure de clivage. Ce modèle, reformulé par Stroh [STR54], envisage qu'un empilement de dislocations coins (émises par une source S) bloquées sur un obstacle (tel qu'un joint de grain par exemple) peut produire des concentrations de contraintes suffisantes pour amorcer une fissure (figure I. 2a). Un groupe de n dislocations adjacentes bloquées représente en effet un coin de hauteur $D=nb$, séparant les plans AA' et BB' et formant une fissure de clivage de longueur $2c$. Il y a amorçage quand les contraintes de traction concentrées à la pointe de l'empilement, $(\tau - \tau_i) \cdot (L/r)^{1/2} \cdot f(\theta)$ (maximales pour $\theta=70^\circ$), sont égales à la contrainte théorique de cohésion σ_{th} . [TET67]. Ce critère s'écrit :

$$(\tau - \tau_i) \cdot \left(\frac{L}{r}\right)^{1/2} \geq \sqrt{\frac{E\gamma_s}{d_0}} \Rightarrow \tau_c = \tau_i + k'_y \cdot d^{-1/2} \quad \text{avec} \quad \begin{cases} d \equiv L \\ k'_y = \sqrt{E\gamma_s} = \sqrt{2G\gamma_s} \\ r \approx d_0 \end{cases} \quad \text{Eq. I. 2}$$

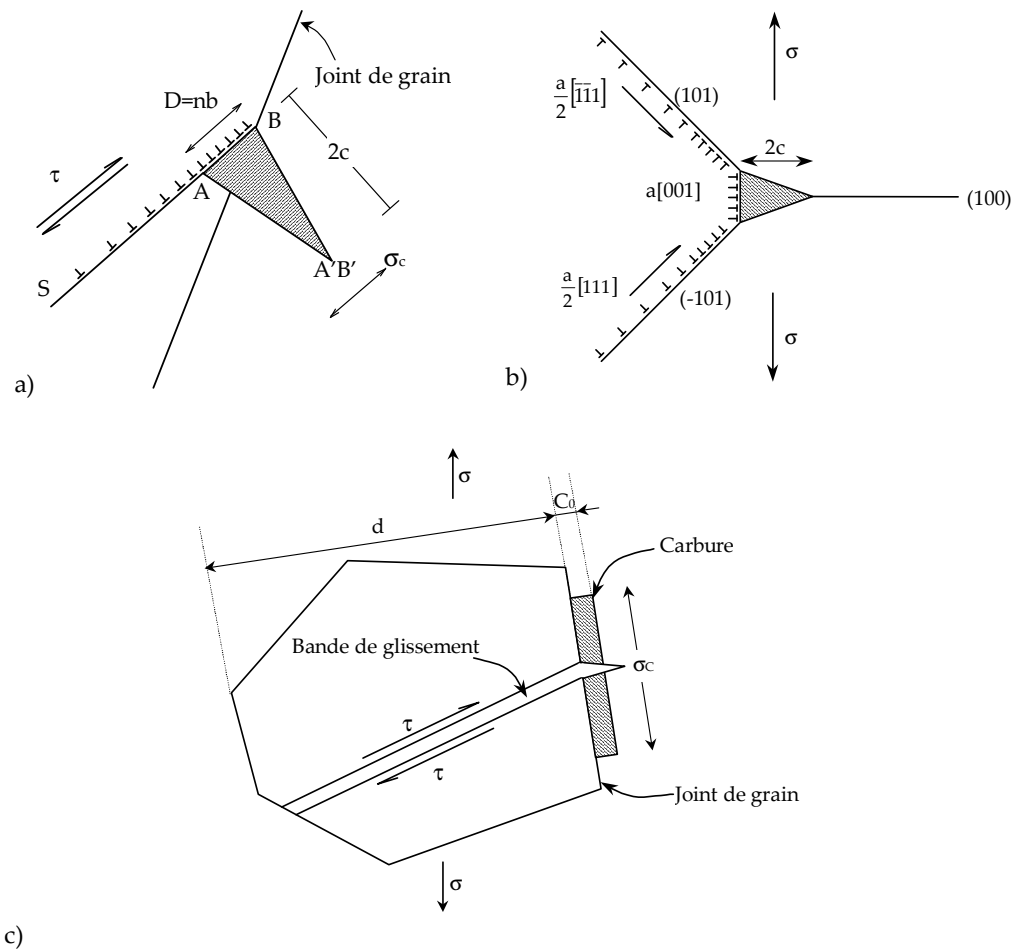


figure I. 2 : a) Formation d'une micro-fissure à la pointe d'empilement de dislocations coins, d'après [TET67],
 b) Mécanisme de germination d'une micro-fissure dans un cristal cubique centré, par interaction de dislocations, c) Amorçage d'une micro-fissure transgranulaire associée à la rupture d'une particule de seconde phase fragile.

ou encore,

$$(\tau_c - \tau_i) \cdot nb \cong 2\gamma_s \quad \text{Eq. I. 3}$$

Physiquement, il signifie qu'une fissure se forme quand le travail des contraintes de cisaillement appliquées pour la formation d'un déplacement nb , $\tau \cdot nb$, est égal à la somme du travail de mouvement des dislocations s'opposant à la contrainte de friction, τnb , et du travail $2\gamma_s$ fourni pour créer les nouvelles surfaces de rupture.

N.B. :

- Les contraintes de traction ne jouent pas de rôle sur le mécanisme d'amorçage.
- L'amorçage de la fissure est d'autant plus facile que la déformation plastique est hétérogène. Un glissement planaire favorise l'amorçage par rapport à un glissement sinueux.
- Dans les matériaux métalliques (pour lesquels les joints de grains eux-mêmes sont des sources de dislocations), les contraintes peuvent être relaxées en pointe d'empilement, et l'énergie γ nécessaire à l'amorçage est égale à γ_m (au lieu de γ_s) (cf. § 1.4).
- Le modèle de Zener prévoit la formation d'une fissure dans un plan approximativement perpendiculaire au plan de glissement actif. De nombreux autres modèles cristallographiques de l'amorçage sont proposés dans la littérature (Bullough, Cottrell, Orowan) [AVE59].

Dans ce modèle, l'amorçage de la fissure est l'étape la plus difficile du clivage et la rupture est contrôlée par l'amorçage, si γ_s reste constant au cours du processus. Un tel mécanisme a pu être vérifié sur des mono-cristaux et poly-cristaux de zinc. En revanche, dans le cas des aciers doux, Knott [KNO66] a mis en évidence l'effet des contraintes de traction sur la rupture par clivage. Comme les contraintes de traction gouvernent la propagation des amorces de fissures, cette observation implique que le clivage des aciers doux est contrôlé par la propagation.

1.2.2 Théorie de la propagation - Modèle de Cottrell

Cottrell [COT58] reconsidère les problèmes associés à un empilement simple de dislocations et postule que deux plans de glissement actifs de type $\{110\}$ sécants génèrent une fissure de clivage sur le plan commun $\{100\}$ (figure I. 2b). En effet, des dislocations coins, de vecteurs de Burgers $a/2$ $[-1-11]$ et $a/2$ $[111]$, glissent sur deux plans orthogonaux (101) et (-101) et se rencontrent le long de la direction $[010]$. La recombinaison de ces dislocations partielles glissiles en une dislocation sessile est favorable dans la mesure où elle diminue l'énergie du système :

$$\frac{a}{2} [\bar{1}\bar{1}1] + \frac{a}{2} [111] \rightarrow a[001]$$

La « super dislocation » $a[001]$ ainsi formée se situe dans le plan de clivage (100) et agit comme un coin de hauteur nb et de longueur $2c$. La propagation dans le grain de ce germe se produit sous l'action d'une contrainte critique de traction :

$$\sigma_c = \frac{2\mu\gamma_m}{k_y} \times d^{-1/2} \quad \text{Eq. I. 4}$$

où μ est le module d'élasticité en cisaillement, k_y est la constante de Hall-Petch, d la taille de grain, et γ_m est l'énergie de surface effective en cours de propagation. Cette dernière s'écrit :

$$2\gamma_m = 2\gamma_s + \gamma_p + \gamma_r \quad \text{Eq. I. 5}$$

γ_s étant l'énergie de surface correspondant à la cohésion du réseau, γ_p est l'énergie liée à la déformation plastique qui se produit en tête de micro-fissure (cf. § 1.4), et γ_r est un terme complémentaire lié à la formation des rivières et des marches en cours de propagation.

Ce modèle permet de rendre compte de la relation entre la taille de grain et la contrainte critique de clivage. Il néglige, en revanche, les effets de paramètres microstructuraux autres que la taille de grain.

1.2.3 Amorçage sur secondes phases – Modèle de Smith

Les études métallographiques de McMahon et Cohen [MAH65] ont mis en évidence le rôle essentiel de la rupture des carbures dans le processus de clivage des aciers doux : Les carbures situés aux joints de grains, en se cassant durant la déformation plastique, donnent naissance à des amorces qui peuvent se propager ultérieurement dans la matrice ferritique. Smith [SMI66] a proposé un modèle théorique de rupture par clivage de ces aciers basé sur le mécanisme d'amorçage décrit à la figure I. 2c.

La rupture d'un carbure au joint de grain se produit sous l'effet d'une déformation hétérogène dans le grain ferritique. La microfissure ainsi formée se propage ensuite à la façon d'un défaut de Griffith sous l'effet combiné de l'empilement de dislocations et de la contrainte appliquée. La contrainte critique de traction nécessaire à la propagation est donnée par :

$$\left(\frac{C_0}{d}\right) \cdot \sigma_c^2 + \tau_{\text{eff}}^2 \cdot \left\{1 + \frac{4}{\pi} \cdot \left(\frac{C_0}{d}\right)^{1/2} \cdot \frac{\tau_i}{\tau_{\text{eff}}}\right\}^2 = \frac{4E\gamma_m}{\pi(1-\nu^2) \cdot d} \quad \text{Eq. I. 6}$$

où τ_{eff} est la contrainte effective de cisaillement et τ_i la contrainte de friction de réseau. Cette équation fait intervenir deux paramètres microstructuraux : (i) la taille de l'empilement de dislocations qui s'exprime en fonction de la taille de grain d ; et (ii) l'épaisseur du film de carbure C_0 au joint de grain. Si l'on explicite τ_{eff} par l'intermédiaire de l'équation de Hall-Petch dans l'équation (I.6), $\tau_{\text{eff}} = k_y \cdot d^{-0.5}$, la taille de grain d n'a plus d'effet direct sur la contrainte de clivage σ_c . Ceci n'est cependant pas en contradiction avec la dépendance de σ_c avec la taille de grain expérimentalement observée, car la taille des carbures est directement liée à la taille de grains d [CUR78].

N.B. : Si l'on néglige le terme lié à l'empilement de dislocations, le critère de propagation est celui donné par Griffith et correspond à la propagation instable d'une fissure dans le cadre de la mécanique linéaire élastique de la rupture :

$$\left. \begin{aligned} G_{1c} &= 2\gamma_m = K_{1c}^2/E' \\ K_{1c} &= \sigma_c \sqrt{\frac{2}{\alpha} \cdot a_c} \end{aligned} \right\} \Rightarrow \sigma_c = \sqrt{\frac{\alpha E' \gamma_m}{a_c}} \quad \text{Eq. I. 7}$$

- E' Module d'élasticité
 = E en état de contraintes planes
 = $E/(1-\nu^2)$ en état de déformations planes
 $2a_c$ Taille du défaut critique
 α = $\pi/2$ pour une fissure en forme de sou ; $\alpha=2/\pi$ pour une fissure traversante.

1.3 Transition ductile-fragile

1.3.1 Choix de l'étape critique – Notions de barrières microstructurales

Pour que la rupture par clivage se produise, il faut que les trois conditions suivantes soient réalisées successivement (figure I. 3) :

1. Amorçage d'une fissure, par déformation plastique hétérogène, sous l'action de contraintes de cisaillement τ_c qui conduisent à la coalescence de dislocations et à la formation d'un germe de fissure.
2. Propagation de cette amorce dans un grain, sous l'action de contraintes de traction σ_c .
3. Franchissement de la première barrière rencontrée par la fissure (le joint de grain par exemple). Cette étape se produit également sous l'action d'une contrainte de traction σ_B .

Mais parmi ces trois obstacles, l'un est plus important que les autres et conditionne à lui seul la rupture par clivage. La contrainte de rupture mesurée σ_r est la contrainte nominale pour laquelle l'obstacle le plus difficile est franchi. Si la limite d'élasticité σ_y est inférieure à la contrainte de rupture, le matériau sera partiellement ou totalement ductile ; si σ_y est supérieure à σ_r , le matériau se cassera sans se déformer ($\epsilon_r \approx 0$). Cet aspect est abordé dans le traitement de la transition fragile ductile.

Choix de l'étape critique :

Si l'on considère que la rupture est contrôlée par l'amorçage, le critère de rupture s'écrit :

$$\tau \leq \tau_y \quad \text{i.e.} \quad k'_y > \sqrt{2G\gamma_m} \quad \text{Eq. I. 8}$$

Ce critère ne rend cependant pas compte des diverses observations microstructurales suivantes : (i) L'affinement de la taille de grain augmente la ductilité (d n'intervient pas dans le critère I.8) ; (ii) Lorsque $T > T_D$, le clivage peut se produire après un certain écrouissage (Or, τ_i n'intervient pas dans le critère ci-dessus) ; (iii) Des fissures arrêtées peuvent se former en compression simple, ce qui contredit l'hypothèse d'un critère d'amorçage indépendant du signe et de l'amplitude de la contrainte hydrostatique.

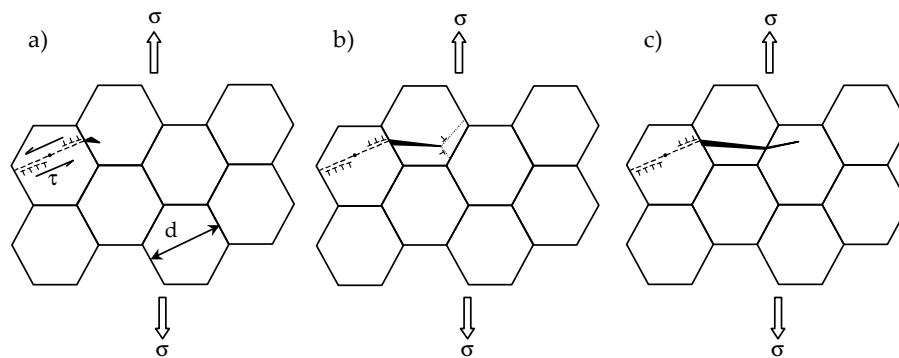
Il paraît donc plus réaliste de définir un critère de rupture basé sur la propagation : $\sigma_r = \sigma_G$ ou σ_B selon que $\sigma_G > \sigma_B$ ou $\sigma_G < \sigma_B$, respectivement. L'étape critique de propagation dépend des matériaux, et notamment des valeurs respectives des énergies de surface de propagation γ_m et de franchissement de barrière γ_B . Dans les aciers doux, γ_m est faible, tandis que l'absence de relations d'orientation préférentielles entre les grains garantit une énergie γ_B élevée : l'étape critique correspond au franchissement des joints de grains.

Lorsqu'une fissure franchit un joint de grain défini par une désorientation ϕ , la contrainte locale résolue normale au plan de clivage dans le grain B est égale à $\sigma \cdot \cos^2 \phi$, où σ est la contrainte résolue normale au plan de clivage dans le grain A (figure I. 4). On peut ainsi définir l'énergie de surface du joint de grain par :

$$\gamma_B = \gamma_s / \cos^4 \phi ; \phi \in [0^\circ ; 45^\circ] \quad \text{Eq. I. 9}$$

C'est une fonction croissante de l'angle de désorientation ϕ .

N.B. : Quand il existe des phénomènes de relaxation plastique durant la propagation, le travail nécessaire à la propagation augmente de γ_s à γ_m , de telle sorte que $\gamma_B = \gamma_m / \cos^4 \phi$.



Critères : $\tau = \tau_c = \tau_i + k'_y \cdot d^{-1/2}$ $\sigma = \sigma_c = \frac{2\mu\gamma_m}{k_y} \cdot d^{-1/2}$ $\sigma = \sigma_B = \sqrt{\frac{2\alpha E \gamma_B}{(1-\nu^2)} \cdot d}$

figure I. 3 : Modèle microscopique de rupture par clivage : a) Amorçage, b) Propagation dans un grain, c) Franchissement d'un joint de grain. D'après [MIA95]

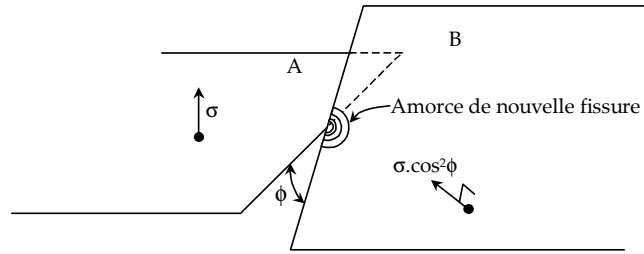


figure I. 4 : Franchissement d'un joint de grain dans un matériau polycristallin, par amorçage d'une nouvelle fissure au joint de grain. Les plans de clivage sont tournés d'un angle ϕ par rapport à un axe parallèle à la direction de propagation de fissure, d'après [TET67].

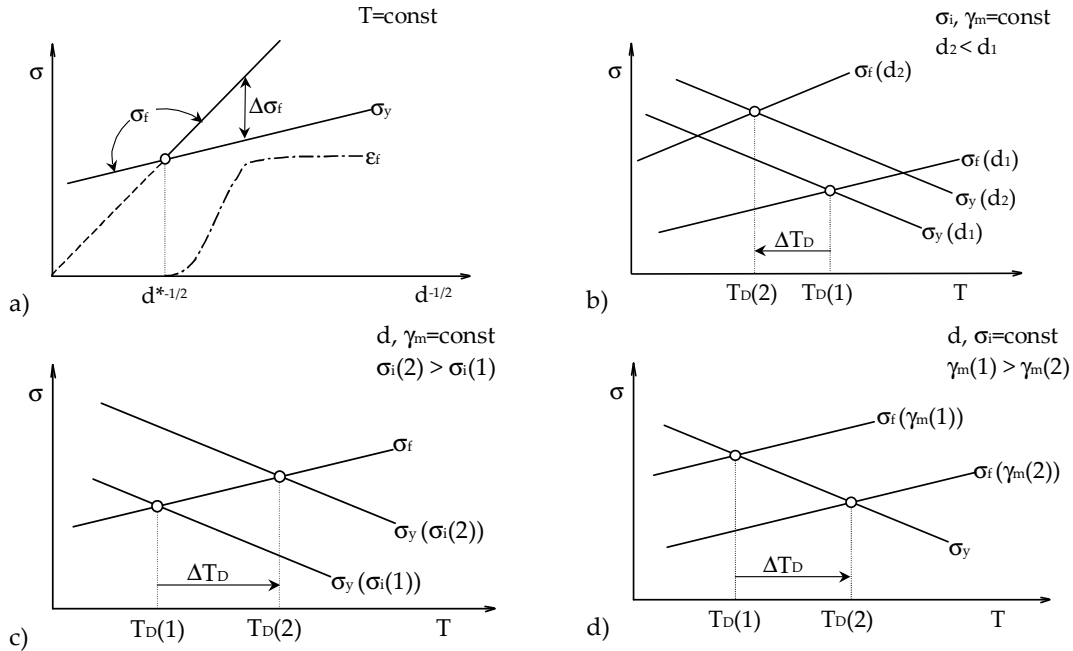


figure I. 5 : a) Variation de la contrainte à rupture σ_f avec la taille de grain d , pour une température T donnée. b, c, d) Effets des changements de d , σ_i et γ_m sur σ_f , σ_y et la température de transition T_D , d'après [TET67].

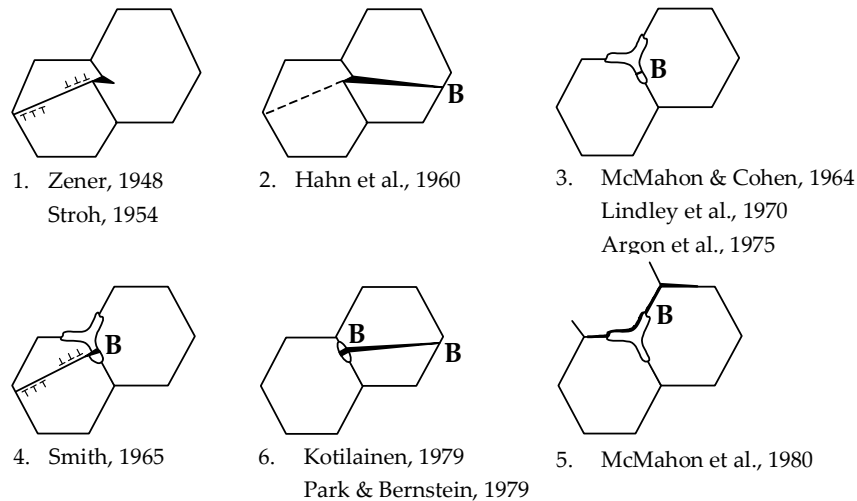


figure I. 6 : Représentation schématique des mécanismes de rupture, d'après [HAH84]. La lettre B symbolise les barrières à la propagation de fissure.

1.3.2 Effet de température et de taille de grain

Comme σ_y augmente tandis que γ_m/k_y ou γ_b diminuent (ou restent constants) quand la température diminue, il existe une température de transition ductile fragile T_D pour laquelle $\sigma_y = \sigma_f$. En dessous de T_D , σ_y est supérieure à σ_f . L'amorçage, et donc la rupture, ne pouvant se faire que lorsqu'un grain au moins est plastifié, la contrainte à rupture observée est $\sigma_f = \sigma_y$. Au-dessus de T_D , σ_y est inférieure à σ_f , le matériau se déforme plastiquement avant de rompre et $\sigma_f = \sigma_G$ dans les matériaux purs, $\sigma_f = \sigma_B$ dans les matériaux impurs (aciers doux par exemple).

De façon analogue, pour une température donnée T , il existe une taille de grain de transition d^* pour laquelle $\sigma_y = \sigma_f$ (figure I. 5a).

L'affinement de la taille de grain augmente σ_y et plus encore σ_f , ce qui entraîne une baisse de la température de transition T_D (figure I. 5b). Au contraire, une élévation de σ_y par l'intermédiaire de σ_f (élévation de la vitesse de déformation, renforcement par solution solide ou précipitation, irradiation dans les métaux CC...), entraîne une augmentation de T_D , puisque σ_f n'est pas directement affectée (figure I. 5c). Une diminution de d est le seul moyen par lequel on peut augmenter à la fois σ_y et σ_f et diminuer ainsi la température de transition T_D .

T_D décroît et ϵ_f augmente quand d , k_y , σ_f et le rapport de la contrainte hydrostatique sur la contrainte de cisaillement diminuent et quand γ_m et γ_b augmentent (figure I. 5d). Ces paramètres sont essentiellement affectés par les forces de Peierls, la distribution et la teneur en particules, le taux de chargement et l'état de contrainte [TET67].

1.3.3 Cas de microstructures complexes

Dans le cas de microstructures polyphasées, les barrières microstructurales à la propagation sont variées (figure I. 6) et l'analyse de la transition ductile-fragile et de l'étape critique est plus complexe. Ces aspects ont été étudiés par Lin [LIN87] dans le cas d'aciers doux et plus récemment par Rodriguez-Ibabe [ROD98] et Martín-Meizoso [MAR94] dans le cas d'aciers bainitiques microalliés contenant des particules fragiles (TiN ou carbures).

Dans ces trois cas, la rupture résulte de la succession des trois événements élémentaires suivants :

- (i) Rupture d'une particule fragile induite par glissement de dislocations.
- (ii) Propagation de cette micro-fissure sur un plan de clivage de la matrice environnante grâce au franchissement de l'interface particule/matrice.
- (iii) Propagation de la fissure aux grains voisins par le franchissement du joint de grain (accompagnée de l'accommodation nécessaire due à la désorientation entre grains).

L'importance relative de la taille des particules et des grains dépend de l'étape critique du processus de clivage. Quand l'étape critique correspond à la propagation d'une micro-fissure amorcée dans une particule à la matrice, la taille de particule est le paramètre déterminant, ce qui est en bon accord avec la majorité des observations microstructurales à très basse température, sur le palier fragile. A plus haute température, dans le début de la transition fragile ductile, l'observation de fissures arrêtées de la taille d'un grain suggère que l'étape critique est la propagation dynamique et l'arrêt de fissure au joint de grain suivant. Le paramètre important d'un tel mécanisme devient alors la taille de grain (figure I. 7). Ces modèles prédisent un effet combiné des particules et des grains dans le processus de rupture macroscopique. L'importance de ces effets dépend des tailles relatives des deux entités microstructurales et de leurs capacités relatives à arrêter la propagation de fissures [MAR94].

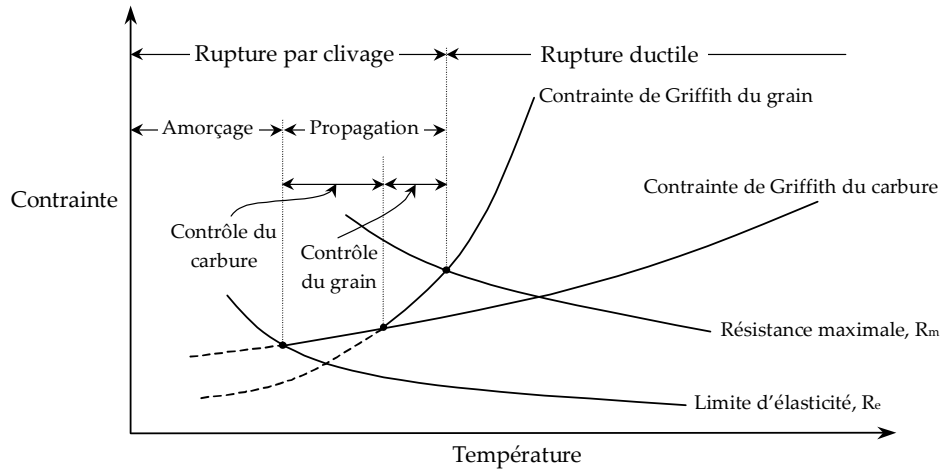


figure I. 7 : Représentation schématique de l'évolution des contraintes critiques de clivage avec la température, selon que la rupture est induite par la rupture de carbures ou par celle des grains. Ce schéma distingue, dans la zone de rupture par clivage, une région où la rupture est contrôlée par l'amorçage et une région où la rupture est contrôlée par la propagation, d'après [LIN87].

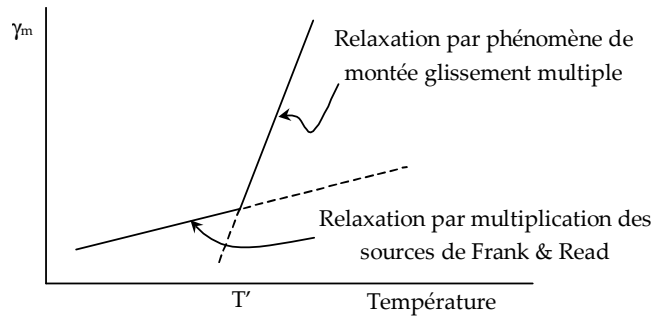


figure I. 8 : Effet de la température sur le travail dépensé pendant la propagation d'une fissure dans un monocristal, d'après [TET67].

1.4 Aspects microscopiques de la propagation de fissure

1.4.1 Généralités

La propagation ou non d'une fissure aiguë de clivage se pose en termes de facilité à rompre les liaisons atomiques en pointe de fissure par des contraintes de traction comparée à la possibilité de créer et propager des dislocations qui émoussent la pointe de fissure [THO93].

Dans de nombreux solides cristallins, les fissures de clivage peuvent se propager à l'état stationnaire en laissant derrière elles un ensemble de dislocations prenant naissance à la pointe de la fissure, et situées dans des plans inclinés par rapport au plan du front de fissure. Ces dislocations ont un effet d'écran (« shielding effect » en anglais) car elles émoussent la fissure, et abaissent les contraintes de traction à la pointe et les contraintes de cisaillement sur les plans inclinés [ARG87].

Au cours de la propagation de ces fissures légèrement émoussées, un petit accroissement de température ou une diminution de la vitesse des fissures permet la création d'une nouvelle série de dislocations qui provoquent un émoussement supplémentaire et s'opposent aux contraintes d'ouverture en pointe de fissure. Il en résulte une transition fragile-ductile.

En étudiant les conditions d'apparition de ce phénomène dissipatif, Rice et Thomson [RIC74] ont établi un critère de transition entre clivage pur et avec émoussement. Qualitativement, ils trouvent que les solides cristallins pour lesquels les dislocations ont un cœur large et des valeurs du paramètre $\mu b/\gamma$ ($\mu b/\gamma < 7,5$ à 10) faibles sont ductiles tandis que les cristaux aux cœurs de dislocations étroits et aux valeurs $\mu b/\gamma$ élevées sont fragiles. Dans les métaux cubiques à faces centrées, l'émoussement est spontané. Parmi les métaux cubiques centrés, le fer a une position intermédiaire entre les cas fragile et ductile.

1.4.2 Effet de la température

Le travail plastique par unité de surface de propagation continue d'une fissure est une mesure de la ténacité *intrinsèque* d'un matériau (i.e. sa résistance au passage d'une fissure mobile). Ce terme, γ_m , est affecté par la dépendance de la vitesse des dislocations vis-à-vis de la température, par la densité initiale de sources de dislocations mobiles N_0 , et par le processus de multiplication actif (source de Frank-Read ou processus de montée-glisement multiple) (figure I. 8).

La température T' de transition entre les deux mécanismes de multiplication correspond à la température d'arrêt de fissure dans les monocristaux. Dans les polycristaux, la situation est plus compliquée, puisque, excepté à très basse température, la propagation d'une fissure est discontinue (formation de fissures dans quelques grains et déchirure entre ces fissures et la fissure principale). La température d'arrêt de fissure est probablement plus basse dans ce cas, mais ce point n'a jamais été étudié en détail.

1.5 Traitements statistiques

La ténacité des aciers structuraux, rompus à basses températures, présente une forte dispersion. Cette dispersion s'explique par la présence dans le matériau de distributions statistiques de défauts (particules, grains...) parmi lesquels l'élément le moins résistant est responsable de la rupture par clivage. Pour décrire ce type de rupture, un traitement statistique basé sur la théorie du maillon le plus faible est souvent nécessaire et a fait l'objet d'un certain nombre de développements depuis la présentation du modèle de Ritchie, Knott et Rice en 1973. Certains de ces modèles sont revus brièvement dans ce paragraphe, une attention particulière étant portée au modèle de Beremin utilisé dans cette étude. Outre la dispersion, ce traitement permet de rendre compte d'effets géométriques auxquels sont associés des volumes plastifiés variés : plus ce volume est important, plus le caractère fragile est accentué.

1.5.1 Modèle RKR et améliorations

Modèle de Ritchie, Knott et Rice (RKR)

Ritchie, Knott et Rice [RIT73] ont, les premiers, tenté de relier la ténacité et son évolution avec la température à un critère de rupture local, basé sur les mécanismes élémentaires exposés ci-dessus. Le critère proposé est le suivant : la rupture se produit lorsque la contrainte d'ouverture en pointe de fissure σ_{yy} atteint une valeur critique σ_c sur une distance caractéristique X_0 de la pointe de la fissure. La distance caractéristique X_0 a été initialement définie comme un multiple de la taille moyenne de grain ($X_0=1$ à $2 d$), mais sans réelle preuve expérimentale.

Modèle de Curry et Knott

Curry et Knott [CUR79] ont donné une explication statistique de la distance caractéristique du modèle RKR en la reliant au volume de matériau nécessaire pour assurer la présence d'une particule « éligible » satisfaisant au critère de rupture. Curry et Knott ont alors reformulé cette notion par un traitement statistique et l'ont appliquée pour prédire la ténacité d'aciers à carbures globulisés. Leur analyse fait intervenir trois quantités statistiques : (i) $P(r_i)$, la probabilité qu'une particule ait un rayon r_i ; (ii) $P(f, r_i)$, la probabilité qu'une particule de rayon r_i amorce la rupture ; (iii) θ , la probabilité qu'une particule soit « éligible », et que la condition de propagation soit satisfaite.

$$P(f, r_i) = S \cdot P(r_i) \cdot X^2 \cdot N_a \quad \text{Eq. I. 10}$$

où S est un facteur de forme, X la distance sur laquelle le critère de rupture d'un carbure de taille r_i est atteint et N_a la densité surfacique de carbures. Le critère de rupture totale s'écrit alors :

$$\sum_{r_i} \{S \cdot P(r_i) \cdot X^2 \cdot N_a\} = 1 \quad \text{Eq. I. 11}$$

En exprimant que X est une fonction de la contrainte critique de rupture d'un carbure de rayon r_i , de la limite d'élasticité σ_y et du facteur d'intensité des contraintes, l'équation précédente permet d'écrire :

$$K_{Ic} = Cte \cdot \sigma_y \cdot (N_a \Sigma)^{-1/4} \quad \text{avec} \quad \Sigma = \sum_{r_i} \left\{ P(r_i) \cdot \left[\frac{X}{\left(\frac{K_{Ic}}{\sigma_y} \right)^2} \right]^2 \right\} \quad \text{Eq. I. 12}$$

Selon Curry [CUR80], les modèles RKR et de Curry et Knott sont dimensionnellement équivalents. En combinant le critère de rupture de Ritchie et al. à l'analyse mécanique du champ de contrainte en pointe de fissure, il est possible d'exprimer la ténacité K_{Ic} comme une fonction de la contrainte critique σ_c , de σ_y , de la distance X_0 et de l'exposant d'écroutissage N :

$$K_{Ic} = \beta \cdot \sigma_c^{-\frac{N+1}{2}} \cdot X_0^{\frac{1}{2}} \cdot \left(\frac{\sigma_c^{\frac{N+1}{2}}}{\sigma_y^{\frac{N-1}{2}}} \right) \quad \text{Eq. I. 13}$$

où β est l'amplitude de la singularité de contrainte du champ HRR.

Ce modèle ne prédit pas les effets de dispersion, ni les effets d'épaisseur. Par ailleurs, les résultats de cette analyse montrent que le petit nombre de très grosses particules a une influence disproportionnée sur K_{Ic} en dessous de la température de transition. Les paramètres microstructuraux qui influencent la fraction de particules « éligibles » ont un effet très modéré sur K_{Ic} . L'analyse précédente est en effet basée sur l'hypothèse, controversée, selon laquelle le critère Eq.I.11 doit être satisfait sur toutes les sections de l'éprouvette [HAH84].

1.5.2 Modèles statistiques du maillon le plus faible

Théorie du maillon le plus faible et hypothèses fondamentales

Les théories statistiques du maillon le plus faible reposent sur quelques hypothèses fondamentales : Le matériau est représenté comme un assemblage d'éléments de volume, parfaitement indépendants du point de vue de la rupture, tels que la rupture de l'élément le plus faible entraîne la rupture du solide entier. L'hypothèse d'indépendance est essentielle et suppose, par exemple, que la rupture d'un grain n'affecte pas la probabilité de rupture des grains voisins. En pratique, cette hypothèse restrictive reste valide à condition de changer d'échelle pour retrouver l'indépendance d'éléments suffisamment grands.

Lorsque l'hypothèse du maillon le plus faible est justifiée, la zone sollicitée est divisée en N volumes V_0 . Chaque volume i est soumis à un état de contrainte homogène σ_i , où σ_i est la contrainte principale maximale. Il est possible d'associer à chaque volume élémentaire une probabilité de rupture $p_0(\sigma_i)$, donc une probabilité de survie égale à $1-p_0(\sigma_i)$. La théorie du maillon le plus faible permet d'écrire la probabilité de rupture cumulée de la pièce. On a alors, si l'hypothèse d'indépendance spatiale est vérifiée :

$$P_r(\sigma) = 1 - \prod_{i=1}^N (1 - p_0(\sigma_i)) \quad \text{Eq. I. 14}$$

Dans le cas où tous les volumes élémentaires ont la même probabilité de rupture $p_0(\sigma)$, on a :

$$P_r(\sigma) = 1 - (1 - p_0(\sigma))^N = 1 - \exp\left[-\frac{V}{V_0} \cdot \ln\left(\frac{1}{1 - p_0(\sigma)}\right)\right] \quad \text{Eq. I. 15}$$

L'équation précédente met en évidence l'effet d'échelle observé dans le cas de la rupture fragile : la probabilité de rupture augmente avec le volume sollicité, V .

Dans le cas où la contrainte n'est pas homogène dans le volume V , mais qu'elle peut être considérée comme homogène dans chaque volume V_0 , et si V est suffisamment grand devant V_0 , on peut écrire de manière analogue :

$$P_r(\sigma) = 1 - \exp\left[-\int_V \ln\left(\frac{1}{1 - p_0(\sigma)}\right) \cdot \frac{dV}{V_0}\right] \quad \text{Eq. I. 16}$$

Théorie de Weibull

Weibull [WEI51] a proposé une expression empirique pour $p_0(\sigma)$ de la forme :

$$\ln\left(\frac{1}{1 - p_0(\sigma)}\right) = \left(\frac{\langle\sigma - \sigma_0\rangle}{\sigma_u}\right)^m \quad \text{Eq. I. 17}$$

avec $\langle x \rangle = x$ pour $x > 0$
 $\langle x \rangle = 0$ pour $x < 0$

Dans cette expression, σ_0 représente une contrainte seuil en dessous de laquelle la probabilité de rupture est nulle ; σ_u est une contrainte de normalisation et m est le module de Weibull.

La relation I.13 s'écrit alors :

$$P_r(\sigma) = 1 - \exp\left[-\int_V \left(\frac{\langle\sigma - \sigma_0\rangle}{\sigma_u}\right)^m \cdot \frac{dV}{V_0}\right] \quad \text{Eq. I. 18}$$

D'après cette équation, seuls trois paramètres indépendants permettent de déterminer la probabilité de rupture de matériaux fragiles. Ces paramètres sont en toute logique σ_0 , m et $V_0\sigma_u^m$. L'exposant de

la statistique de Weibull m traduit la dispersion en taille des microdéfauts capables d'amorcer la rupture par clivage. σ_u peut être assimilée à la contrainte critique de clivage d'un volume élémentaire V_0 .

Différents modèles de prévision de la ténacité ont été dérivés de l'expression générale présentée précédemment (Eq. I. 16). Ils se distinguent essentiellement par la définition physique de la probabilité de rupture élémentaire $p_0(\sigma)$ et par la description du volume actif de clivage (« process zone » en anglais). Ces modèles, revus par Wallin [WAL91], sont brièvement exposés dans les paragraphes suivants.

Développement du modèle de Beremin

Le groupe de recherche Beremin a étendu l'approche de Weibull au cas de la rupture fragile des aciers [BER83]. Il prend en compte deux caractéristiques principales du mécanisme de rupture : (i) la nécessité d'une déformation plastique pour amorcer les fissures dans le matériau, (ii) l'instabilité de ces microfissures pour une valeur critique de la contrainte locale d'ouverture. La probabilité de rupture élémentaire est reliée à la probabilité de présence d'une fissure de taille supérieure à une taille critique. Dans chaque volume élémentaire V_0 , la densité de probabilité de trouver une microfissure dont la longueur est comprise entre l_0 et $l_0 + dl_0$ est :

$$P(l_0) = \frac{\alpha}{l_0^\beta} \quad \text{Eq. I. 19}$$

où α et β sont des constantes du matériau¹.

Dans chaque volume élémentaire V_0 soumis à une contrainte σ , la probabilité de rupture s'écrit alors :

$$P(\sigma) = \int_{l_0^c}^{\infty} P(l_0) \cdot dl_0 \quad \text{Eq. I. 20}$$

où la taille critique l_0^c de fissure est donnée par la relation de Griffith (Eq. I.7).

$P(\sigma)$ s'écrit alors :

$$P(\sigma) = \left(\frac{\sigma}{\sigma_u} \right)^m \quad \text{Eq. I. 21}$$

avec $m=2\beta-2$

$$\text{et} \quad \sigma_u = \left(\frac{m}{2\alpha} \right)^{\frac{1}{m}} \cdot \sqrt{\frac{2}{\pi} \cdot \frac{E\gamma}{(1-\nu^2)}} \quad (\text{en déformations planes}) \quad \text{Eq. I. 22}$$

σ_u est une constante du matériau quasiment indépendante de la température si l'on considère que l'énergie de surface γ est constante ; sa valeur dépend de la taille maximale des microfissures susceptibles d'amorcer la rupture par clivage.

La contrainte moyenne à rupture est alors donnée par:

$$\bar{\sigma} = \sigma_u \left(\frac{V_0}{V} \right)^{\frac{1}{m}} \Gamma \left(1 + \frac{1}{m} \right) \quad \text{Eq. I. 23}$$

¹ Cette expression simplifiée est issue des résultats expérimentaux de Jayatilaka [JAY77] montrant que la densité de probabilité de taille des micro-fissures peut se mettre sous la forme : $P(l_0) = \frac{c^{n-1}}{(n-2)!} l_0^{-n} \cdot \exp\left(-\frac{c}{l_0}\right)$ où c désigne un paramètre d'échelle.

où Γ est la fonction gamma définie par : $\Gamma(x) = \int_0^{\infty} \exp(-t) \cdot t^{x-1} \cdot dt \cdot \forall x \in \mathbb{N}, (x)! = \Gamma(x+1)$

La généralisation des équations précédentes au cas tridimensionnel conduit à :

$$P_r = 1 - \exp\left(-\left(\frac{\sigma_w}{\sigma_u}\right)^m\right) \quad \sigma_w = \left[\int_{ZP} \sigma_I^m \frac{dV}{V_0} \right]^{1/m} \quad \text{Eq. I. 24}$$

Le paramètre d'endommagement σ_w est appelé contrainte de Weibull, et correspond au moment d'ordre m de la plus grande contrainte principale σ_I sur le volume plastique ZP . Lorsque m est grand, i.e que la dispersion des micro-défauts est faible, l'effet de volume est limité (cf. Eq. I.24). Au contraire, lorsque les micro-défauts sont très dispersés (m faible), l'influence du volume V sollicité par rapport au niveau de contrainte σ_I devient prépondérante ; les effets d'échelle sont d'autant plus caractéristiques.

N.B. : V_0 doit être suffisamment grand pour que la probabilité de trouver une microfissure de longueur raisonnable ne soit pas trop faible et pour que l'hypothèse d'indépendance entre volumes voisins V_0 puisse être justifiée. V_0 doit donc inclure un certain nombre de grains.

La variation de contrainte σ_I doit être petite, ce qui est raisonnable si le volume V_0 est suffisamment petit, le volume d'une dizaine de grains, par exemple. Les deux paramètres indépendants pertinents sont donc m et σ_u .

Ce modèle a fait l'objet de plusieurs applications particulières :

- Correction de déformation plastique :

De nombreux travaux, dont ceux de Beremin [BER83], ont montré que la contrainte critique de clivage augmente avec la déformation plastique. Pour tenir compte de cet effet, Beremin propose de corriger la plus grande contrainte principale σ_I par un facteur dépendant de ϵ_I^p . La contrainte de Weibull ainsi modifiée s'écrit :

$$\sigma_w = \left[\int_{ZP} \sigma_I^m \cdot \exp\left(-\frac{m\epsilon_I^p}{k}\right) \cdot \frac{dV}{V_0} \right]^{1/m} \quad \text{Eq. I. 25}$$

- Cas particulier de l'amorçage sur cavité ductile :

Le « modèle MnS » développé par Renevey [REN97] puis Carassou [CAR99] reprend la démarche établie par Beremin dans le cas particulier d'un amorçage sur cavité ductile. L'équation I.21 devient :

$$P(\sigma) = \exp\left(-\frac{\bar{\sigma}_c}{\sigma}\right) \quad \text{Eq. I. 26}$$

où $\bar{\sigma}_c$ représente la contrainte principale à appliquer sur le volume élémentaire contenant un amas de taille a_{eq} pour déclencher le clivage.

Application aux géométries fissurées

Le champ de contrainte en pointe de fissure peut être décrit analytiquement par l'expression de Hutchinson, Rice et Rosengren (champ « HRR »), dans le cas où la plasticité est confinée. Ce champ s'écrit :

$$\sigma_{ij} = \sigma_y \cdot g_{ij}(\theta) \cdot f\left(\frac{r}{(K/\sigma_y)^2}\right) \quad \text{Eq. I. 27}$$

où K est le facteur d'intensité de contrainte, σ_y la limite d'élasticité du matériau, r et θ les coordonnées cylindriques d'un point situé à une distance r de la pointe de la fissure et selon un angle

θ par rapport au plan de la fissure, f et g des fonctions dépendant du coefficient d'érouissage du matériau.

En introduisant la plus grande contrainte principale donnée par la solution «HRR» dans l'expression de la contrainte de Weibull σ_w , l'expression de la probabilité de rupture devient :

$$P_r = 1 - \exp - \left(\frac{\sigma_y^{m-4} B K_{Ic}^4 C_{m,n}}{\sigma_u^m V_0} \right) \quad \text{Eq. I. 28}$$

K_{Ic} est le facteur d'intensité de contrainte critique, B est l'épaisseur de l'éprouvette, $C_{m,n}$ est une constante qui dépend du paramètre de Weibull m et du coefficient d'érouissage n du matériau.

Cette dernière expression met en évidence :

- L'effet de l'épaisseur : $K_{Ic}^4 \cdot B = \text{Cte}$
- L'effet de la température : $K_{Ic} \cdot \sigma_y^{\frac{m}{4}-1} = \text{Cte}$
- L'effet de la vitesse de déformation, via la dépendance de σ_y avec $\dot{\epsilon}$.
- L'aspect statistique de la dispersion : $\frac{K_{Ic}(P_r = 0,9)}{K_{Ic}(P_r = 0,1)} \approx 2,1$, pour un acier du type 16MND5.

Modèle de Wallin, Saario et Törrönen (WST)

Par extension des hypothèses micromécaniques de Curry et Knott, Wallin, Saario et Törrönen [WAL84] considèrent que les carbures distribués statistiquement en pointe de fissure contrôlent la ténacité K_{Ic} . La rupture se produit dès que le rayon d'un carbure devient supérieur à une taille critique r_0 définie par un critère de Griffith :

$$r_0 = \frac{\pi E (\gamma_s + \gamma_p)}{2(1-\nu^2) \sigma_{yy}^2} \quad \text{Eq. I. 29}$$

r_0 évolue avec X , la distance au front de fissure, comme $1/\sigma_{yy}^2$. La probabilité de rupture s'écrit alors :

$$P_R = 1 - \prod_{X=0}^{X_p} [1 - p(r \geq r_0)]^{N_a \cdot B \cdot dX \cdot F} \quad \text{Eq. I. 30}$$

où F est la fraction de carbures prenant part au processus de rupture, N_a est la densité surfacique de carbures, $p(r \geq r_0)$ la probabilité que le rayon r d'un carbure excède r_0 , déterminée à partir de la distribution en taille des carbures. La multiplication est réalisée sur tout le volume plastique X_p , par incréments dX . La ténacité est donnée par :

$$K_{Ic} = \sum_{i=0}^{\infty} K_{1,i} [P_R(K_{1,i}) - P_R(K_{1,i-1})] \quad \text{Eq. I. 31}$$

N.B. : L'effet de la température sur la contrainte critique de clivage est pris en compte dans l'expression de l'énergie de surface effective : $\gamma_m = \gamma_s + \gamma_p$ où γ_p représente le travail plastique nécessaire à la propagation de fissure. Suivant les mécanismes physiques proposés par Rice (§1.4.2), Wallin suggère que la dépendance thermique de γ_p est inversement proportionnelle à la force de Peierls-Nabarro, à savoir :

$$\gamma_p = \gamma_0 + (\gamma_p(\Gamma = 0K) - \gamma_0) \cdot e^{m\Gamma} \quad \text{Eq. I. 32}$$

γ_0 : terme athermique de γ_p .

m : constante de la force de Peierls-Nabarro.

1.5.3 Approche par la courbe maîtresse de Wallin

L'ensemble des résultats obtenus sur la ténacité des aciers ferritiques montre que la distribution de la ténacité mesurée sur une éprouvette fissurée à une température T donnée peut se mettre sous la forme :

$$P_R = 1 - \exp(\text{Cte} \cdot (K_{Jc} - K_{\min})^b \cdot B) \quad \text{Eq. I. 33}$$

où :

- B est la longueur du front de fissure (épaisseur de l'éprouvette)
- $b \approx 4$
- K_{\min} est une valeur seuil de ténacité en dessous de laquelle le clivage ne peut avoir lieu. Dans la pratique, cette valeur est prise égale à $20\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ et peut être reliée au facteur d'intensité des contraintes imposé lors de la préfissuration par fatigue².

Pour éliminer la constante dans l'équation I.33, on introduit la ténacité médiane $K_{\text{med}(1T)}$ d'une éprouvette de référence d'épaisseur un pouce dont la probabilité de rupture est de 50%. (N.B.: La notation "1T" signifie "1 inch Thickness"). L'équation I.33 s'écrit alors :

$$P_R = 1 - \exp\left[-\frac{B_{(x)} \cdot (K_{Jc(x)} - K_{\min})^4}{B_{(1T)} \cdot (K_{\text{med}(1T)} - K_{\min})^4} \cdot \ln(2)\right] \quad \text{Eq. I. 34}$$

N.B.: Dans la littérature, la ténacité K_0 définie pour une probabilité de rupture $P_R=1-e^{-1}=63.21\%$ est souvent utilisée pour remplacer K_{med} . Le terme $\ln(2)$ disparaît alors de l'équation I.34.

Cette formulation permet de normaliser les ténacités obtenues sur des éprouvettes de différentes tailles par une ténacité équivalente correspondant à une épaisseur de référence (ici 1 pouce) par :

$$K_{Jc(1T)} = K_{\min} + (K_{Jc(x)} - K_{\min}) \cdot \left(\frac{B_{(x)}}{B_{(1T)}}\right)^{1/4} \quad \text{Eq. I. 35}$$

Dans son approche par la courbe maîtresse, Wallin [WAL91] propose une expression simple et empirique pour l'évolution de la ténacité médiane avec la température, applicable à la plupart des aciers ferritiques :

$$K_{\text{med}(1T)} = 30 + 70 \cdot \exp[0.019 \cdot (T - T_0)] \quad , \text{MPa}\sqrt{\text{m}}, \quad (T \text{ et } T_0 \text{ en } ^\circ\text{C}) \quad \text{Eq. I. 36}$$

où

- $K_{\text{med}(1T)}$ est la ténacité médiane normalisée à un pouce.
- T_0 est la température pour laquelle la ténacité médiane normalisée vaut $100\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. La détermination de cette température "pivot" T_0 fait l'objet d'une norme [ASTM 1921-97] et sera discutée dans le chapitre II.

² Il y a possibilité de clivage si $\frac{K}{\sigma_0(T)} > \frac{K_{\text{fat}}}{\sigma_{0 \text{ fat}}}$. N.B.: Dans le modèle de Beremin, cette valeur seuil apparaît implicitement par le fait que la sommation des contributions élémentaires à la rupture se fait sur le volume déformé plastiquement.

1.6 Conclusions

*Dans la plupart des métaux de structure cubique centrée, la rupture par clivage est le mode de rupture prédominant à basse température. Elle suit un mécanisme d'amorçage de microfissure, résultant de la déformation locale hétérogène, et de propagation continue lorsque la contrainte locale de traction atteint une valeur critique. Dans les microstructures complexes, la notion de barrière microstructurale est essentielle pour la détermination de l'étape critique et pour l'analyse de la transition fragile-ductile. Certains modèles prédisent un effet combiné des particules et des grains dans le processus de rupture macroscopique. L'importance de ces effets dépend alors des tailles relatives des deux entités microstructurales et de leurs capacités relatives à arrêter la propagation de fissures. **Dans le cas des aciers bainitiques, quelle est la barrière microstructurale la plus forte s'opposant à la propagation d'une microfissure de clivage ?***

*Dans la majorité de ces modèles, la contrainte critique de clivage est supposée indépendante de la température. Pourtant, de nombreux auteurs montrent que, d'un point de vue microscopique, la propagation de fissure donne lieu à des phénomènes dissipatifs « d'écran », fonction de certains paramètres du matériau et de la température. Ces phénomènes déterminent la ténacité « intrinsèque » du milieu cristallin. **Comment, dès lors, décrire la rupture par clivage en présence de fortes déformations plastiques ?***

*Pour modéliser la rupture en relation avec ses mécanismes, certains auteurs ont développé une « approche locale » permettant de décrire le comportement macroscopique à rupture en fonction de critères de rupture « locaux », i.e. basés sur des modèles micromécaniques décrivant les processus physiques de la rupture. Dans le cas de la rupture par clivage, cette approche a abouti à une modélisation statistique de la rupture, basée sur la théorie du maillon le plus faible. Outre la dispersion, ce traitement permet de rendre compte d'effets variés : effet de volume, de température et de vitesse de sollicitation. **Comment cette théorie s'applique-t-elle aux microstructures des ZAC ?***

2 Les Zones Affectées par la Chaleur (ZAC)

2.1 Production

2.1.1 Le soudage : une opération de traitement thermique

Sur le plan thermique, le soudage est caractérisé par un apport important et localisé de chaleur sur la pièce soudée. La diffusion dans le métal de l'énergie ainsi apportée fait du soudage une véritable opération de traitement thermique. Ces effets sont caractérisés par :

- Un chauffage très rapide jusqu'à une température comprise entre la température initiale et la température de fusion du métal,
- Un refroidissement qui succède immédiatement au chauffage et dont la cinétique dépend essentiellement des paramètres de soudage [BER79].

L'énergie utilisée au cours d'un cycle de soudage à l'arc est d'origine électrique et s'écrit³ :

$$\frac{q}{v} = \frac{VI\eta}{v} \quad \text{Eq. I. 37}$$

Cette énergie fournie au métal se dissipe en grande partie par conduction thermique dans la tôle (figure I. 9).

Les profils de températures observés dans la pièce soudée en fonction du temps sont calculés à partir des équations de Rosenthal (exprimant la vitesse de refroidissement par conduction thermique à une distance r de la ligne de fusion en fonction du temps t) [ROS35]. Elles donnent la température T pour une énergie de soudage donnée q/v .

Dans le cas des tôles épaisses (dissipation tridimensionnelle de la chaleur) et en supposant que la chaleur est fournie instantanément le long d'une ligne située à la surface de la tôle, on peut écrire, à une distance r de la ligne de fusion :

$$T - T_0 = \frac{q/v}{2\pi\lambda t} \cdot \exp\left(-\frac{r^2}{4at}\right) \quad \text{Eq. I. 38}$$

La température du pic thermique T_p à une distance r de la ligne de fusion est donnée par :

$$T_p - T_0 = \frac{2}{\pi e} \cdot \frac{q/v}{\rho cr^2} \quad \text{Eq. I. 39}$$

Le critère de refroidissement Δt du procédé de soudage est donné par :

$$\Delta t = \frac{q/v}{2\pi\lambda\theta_1} \quad \text{Eq. I. 40}$$

où

$$\theta_1 = \frac{1}{T_2 - T_0} - \frac{1}{T_1 - T_0} \quad \text{Eq. I. 41}$$

Les conditions de soudage étant déterminées (q/v , géométrie de la soudure...), le cycle thermique de soudage est connu en chaque point de la tôle. **Les valeurs T_p , T_0 et Δt suffisent à caractériser complètement le cycle thermique.**

$$T - T_0 = \theta_1 \cdot \frac{\Delta t}{t} \cdot \exp\left[-\frac{\Delta t}{t} \cdot \frac{\theta_1}{T_p - T_0}\right] \quad \text{Eq. I. 42}$$

³ Les notations sont définies dans la liste de symboles, en début de manuscrit.

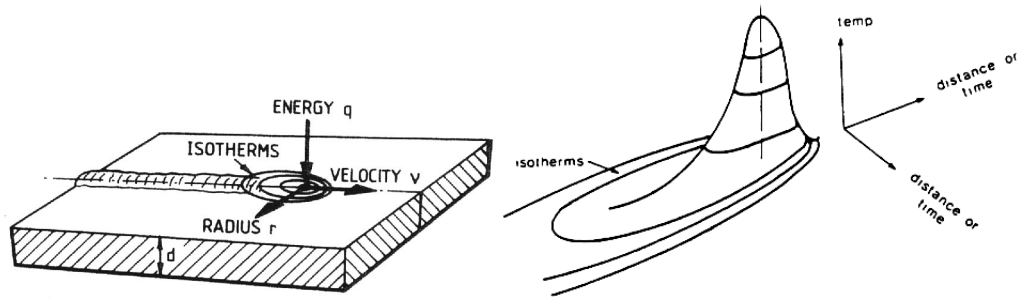


figure I. 9 : a) Représentation schématique d'une soudure. Un point source se déplaçant à la vitesse v fournit une énergie q . Le profil de température est calculé en un point à une distance r de la source dans une plaque d'épaisseur d [ASH82] ; b) Représentation tridimensionnelle des isothermes autour de l'arc de soudage.

T_f	1430 – 1500 °C
$\lambda_{20^\circ\text{C}}$	32 - 66 W..m ⁻¹ K ⁻¹
$\rho_{20^\circ\text{C}}$	7800 – 8000 kg.m ⁻³
C	490 J.kg ⁻¹ .K ⁻¹
Coefficient de dilatation	11,5.10 ⁻⁶ K ⁻¹
Résistivité électrique	10 – 20.10 ⁻⁸ Ωm
q/v	35-100 kJ/cm
$a=\lambda/(\rho c)$	0,11 cm ² .s ⁻¹
v	70 cm.min ⁻¹
V	35V
I	1000 A
η	0,90 – 0,99
T_0	≈100 °C

tableau I. 1 : Données thermiques typiques à 20°C d'un acier soudé à l'arc submergé.

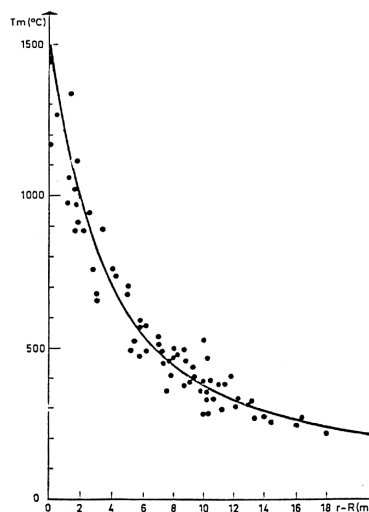


figure I. 10 : Températures maximales mesurées lors d'un soudage à l'arc submergé en fonction de la distance à la ligne de fusion. La ligne continue correspond à l'expression analytique 1.39.

Les valeurs typiques des grandeurs utilisées dans les différentes équations sont rapportées au tableau I. 1.

N. B. : Dans le cas des tôles minces, la diffusion de chaleur est bidimensionnelle et on peut écrire :

$$T - T_0 = \frac{q/v}{d \cdot (4 \pi \lambda \rho c t)^{1/2}} \cdot \exp - \frac{r^2}{4at} \quad \text{Eq. I. 43}$$

$$T_p - T_0 = \left(\frac{2}{\pi e} \right)^{1/2} \cdot \frac{q/v}{2d\rho cr} \quad \text{Eq. I. 44}$$

$$\Delta t = \frac{(q/vd)^2}{4\pi\lambda\rho c\theta_2^2} \quad \text{Eq. I. 45}$$

On montre alors que

$$T - T_0 = \theta_2 \cdot \left(\frac{\Delta t}{t} \right)^{1/2} \cdot \exp - \frac{\theta_2^2 \Delta t}{2 \text{ et } (T_p - T_0)^2} \quad \text{Eq. I. 46}$$

où

$$\frac{1}{\theta_2^2} = \frac{1}{(T_2 - T_0)^2} - \frac{1}{(T_1 - T_0)^2} \quad \text{Eq. I. 47}$$

Ce modèle convient donc à une source de chaleur peu étalée (i.e. négligeable devant les dimensions de la pièce à souder) et se déplaçant à vitesse constante. Il ne prend pas en compte l'existence de la zone fondue.

Depuis ces travaux précurseurs proposés par Rosenthal, de nombreuses améliorations ont été proposées : source de chaleur gaussienne [RYK61], équations linéaires, et modélisation par éléments finis [GRO94]. Un modèle analytique simple, développé par L. Devillers et D. Kaplan [DEV87] permet de décrire les gradients thermiques en ZAC en tenant compte de la géométrie du cordon de soudure. On suppose que le dépôt en soudage multi-passe peut être assimilé à la superposition successive de sources thermiques de géométries cylindriques de rayon R. La température maximale atteinte en un point à la distance r du cordon est donnée par l'équation :

$$\frac{1}{T_m - T_0} = \frac{1}{T_f - T_0} + \frac{\pi e \rho C (r^2 - R^2)}{2\eta q/v} \quad \text{Eq. I. 48}$$

T_m Température maximale atteinte en un point donné (K)

T_f Température de fusion (K)

r Distance radiale du point considéré au centre du dépôt cylindrique (m)

R Rayon du dépôt de métal fondu (m)

ρ Masse spécifique

C Chaleur spécifique

η Rendement thermique, tenant compte du procédé utilisé et de la géométrie de dépôt

La figure I.10 indique un bon accord entre les températures mesurées dans la ZAC d'une soudure sous arc submergé et les températures prédites par la relation I. 39.

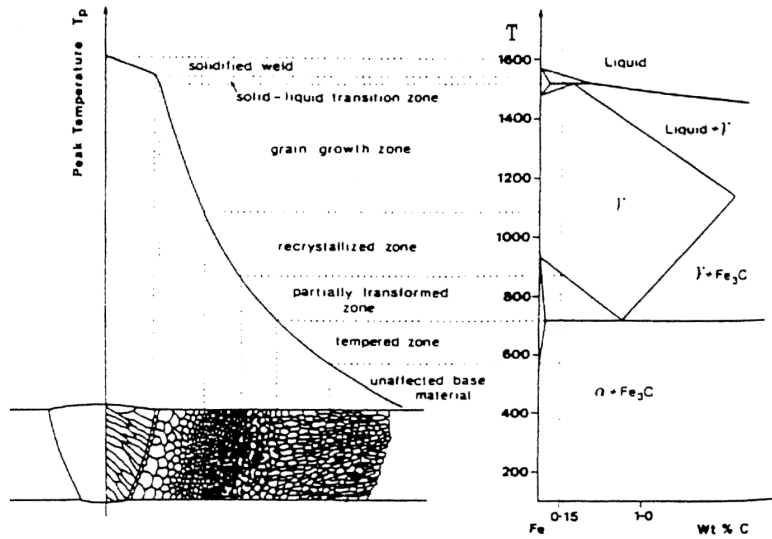


figure I. 11 : Représentation schématique des changements microstructuraux se produisant dans la zone affectée par la chaleur en soudage d'un acier à basse teneur en carbone (0,15% poids) [ASH82].

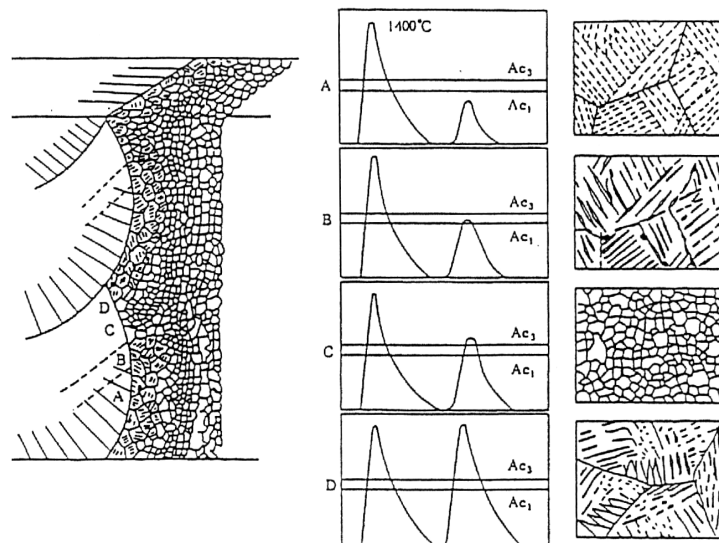


figure I. 12 : Schéma montrant les relations entre microstructure et cycle thermique dans la ZAC [MAT95].

A=SCCGHAZ, B=ICCGHAZ, C=FGHAZ, D=CGRHAZ

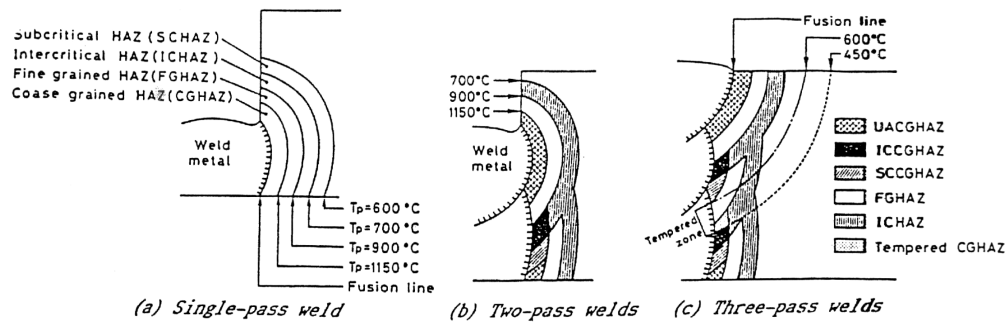


figure I. 13 : Représentation schématique des microstructures de la ZAC d'un joint soudé multi-passes d'après Toyoda [TOY89].

2.1.2 Modifications structurales résultantes

Soudage mono-passe

Pendant le cycle de soudage, le déplacement du volume thermique provoque, perpendiculairement à la ligne de fusion, des changements microstructuraux dans le métal de base. Ces modifications dépendent de la température maximale atteinte (donc de l'emplacement par rapport au cordon de soudure) et de la cinétique de refroidissement en ce point (figure I. 11).

A partir de l'axe du cordon, on distingue successivement :

- La zone fondue à structure basaltique
- La zone de transition liquide/solide (ou ligne de fusion)
- La zone affectée par la chaleur : Dans cette zone, les modifications se produisent à l'état solide (grossissement et dissolution des carbures, grossissement du grain) et dépendent de la distance à la zone fondue (T_p) et du critère de refroidissement caractéristique du procédé de soudage (Δt). La ZAC d'un joint soudé mono-passe est couramment subdivisée en quatre régions métallurgiquement équivalentes et déterminées par des isothermes caractéristiques (figure I. 11).
 - La zone à gros grains (en anglais Coarse Grained Heat Affected Zone CGHAZ) : La température maximale atteinte est élevée ($T_p > 1100^\circ\text{C}$) ce qui entraîne un grossissement du grain austénitique.
 - La zone à grains fins (en anglais Fine Grained Heat Affected Zone FGHAZ) : Cette zone subit un passage très bref dans le domaine austénitique ($A_{c3} < T_p < 1100^\circ\text{C}$).
 - La zone intercritique (en anglais Intercritical Heat Affected Zone ICHAZ) : La température maximale atteinte est comprise entre les points de transformation A_{c1} et A_{c3} , ce qui entraîne une austénitisation partielle du matériau.
 - La zone subcritique (en anglais Subcritical Heat Affected Zone SCHAZ) : La température maximale atteinte est inférieure à A_{c1} . Le métal ne subit qu'un revenu (restauration, précipitation...).

Soudage multi-passes

Dans le cas des soudures multi-passes, les régions définies précédemment subissent de multiples cycles thermiques. Les microstructures résultantes sont alors hétérogènes et complexes et dépendent des températures des pics (T_{p_i} , $i \in \{1; N\}$), des critères de refroidissement (Δt) et de la composition de l'acier.

Les phénomènes dans la ZAC peuvent être schématiquement décrits comme suit. Un point donné subit une succession de pics thermiques : d'abord des pics de températures croissantes (rapprochement de la source de chaleur), puis un pic de température maximale lorsque la ligne de fusion est proche, enfin des pics de températures décroissantes (éloignement de la source de chaleur). On fait l'hypothèse que seule l'histoire thermique du point après le pic de température maximale (en incluant ce pic) a une signification métallurgique. En d'autres termes, l'austénitisation à la plus haute des températures « efface » les conséquences métallurgiques des cycles antérieurs [DEV87]. L'hypothèse précédente étant admise, la structure métallurgique d'un point quelconque en ZAC d'un joint soudé multi-passes peut être essentiellement simulée par une série de trois pics thermiques successifs T_{p1} , T_{p2} et T_{p3} (tels que $T_{p1} > T_{p2} > T_{p3}$).

On montre par ailleurs [CAR98] expérimentalement qu'un critère de refroidissement unique Δt permet de caractériser le joint soudé. Les effets des passes successives sur la microstructure près de la ligne de fusion sont décrits schématiquement à la figure I. 12.

La terminologie la plus couramment employée pour désigner les différentes régions est présentée à la figure I. 13.

La zone à gros grains peut être divisée en quatre régions suivant la température de réchauffage, i. e. suivant sa distance à la ligne de fusion du second cordon :

- La zone à gros grains réchauffée dans le domaine subcritique (en anglais : Subcritically reheated coarse-grained HAZ, SRCGHAZ ou SCCGHAZ), i.e. réchauffée à une température inférieure à A_{c1} (et supérieure à $\sim 500^\circ\text{C}$).

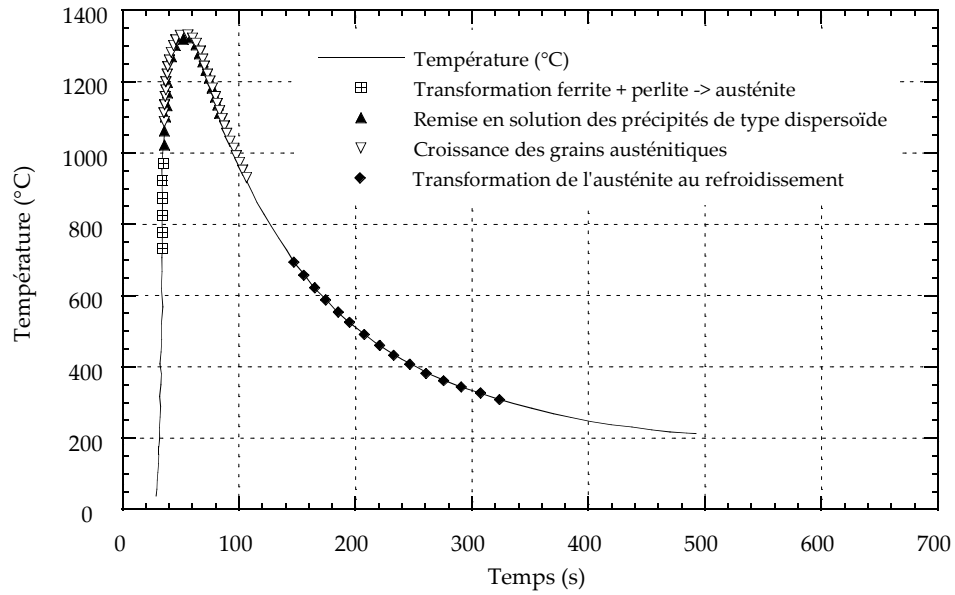


figure I. 14 : Cycle thermique de soudage et transformations métallurgiques résultantes dans la zone à gros grains [tiré de VER90].

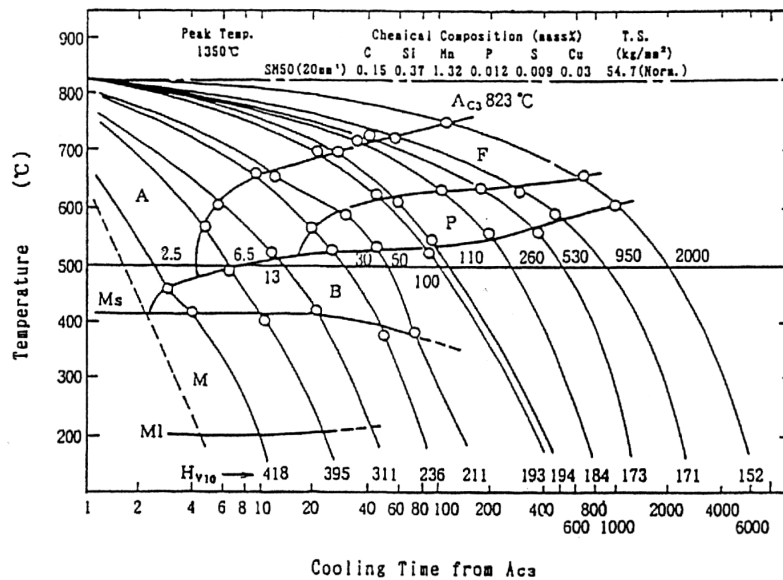


figure I. 15 : Diagramme typique TRC d'un acier de classe 490 MPa en « austénitisation de soudage », tiré de [MAT95].

- La zone à gros grains réchauffée dans le domaine intercritique (en anglais : Intercritically reheated coarse-grained HAZ, IRCGHAZ ou ICCGHAZ), i.e. réchauffée à une température comprise entre A_{c1} et A_{c3} .
- La zone à grains fins (en anglais : Supercritically reheated coarse-grained HAZ, SCRCGHAZ ou SCCGHAZ ; ou Fine-grained HAZ, FGHAZ), i.e. réchauffée entre A_{c3} et 1200°C .
- La zone à gros grains (en anglais : unaltered coarse-grained HAZ, UACGHAZ ou coarse-grained reheated HAZ, CGRHAZ), i.e. réchauffée en dessous de 500°C environ ou à une température supérieure à 1200°C .

2.1.3 Transformation de l'austénite au refroidissement

Dans le cas du soudage des aciers à basse teneur en carbone, les conditions d'austénitisation sont très particulières : température supérieure à 1200°C pendant un temps très court. Du point de vue métallurgique, le cycle se traduit par (figure I. 14) :

- La transformation ferrite+perlite→austénite, qui débute à une température supérieure à A_{c1} (du fait de la montée rapide en température ($\sim 500^{\circ}\text{C/s}$)). Les travaux de Kaluba [KAL98] sur la transformation austénitique lors d'un chauffage rapide montrent que la structure est totalement austénitique après un temps de maintien très court dans le domaine austénitique.
- La remise en solution des précipités de type dispersoïde suivie de leur possible précipitation au cours du refroidissement.
- La transformation de l'austénite au refroidissement.

Les structures obtenues dans cette zone sont décrites par des courbes TRC en « austénitisation de soudage » (figure I. 15).

En particulier, le grossissement du grain austénitique peut améliorer la trempabilité et déplacer la courbe TRC vers des temps de réaction plus longs [HRI92]. Il peut ainsi favoriser la formation de produits de transformation de type bainitique ou martensitique. Schématiquement, trois types de réactions sont possibles :

- ① Pour des vitesses de refroidissement élevées (correspondant à de faibles énergies de soudage), la transformation est martensitique.
- ② Pour des vitesses de refroidissement intermédiaires, la transformation est bainitique [EAS83]. La transformation de l'austénite à basse température (inférieure à 600°C) conduit à des structures de trempe variées (bainite inférieure, bainite supérieure ou ferrite aciculaire), bien décrites par Verrier [VER90].

Dans la gamme de températures où la diffusion du carbone est possible ($400^{\circ}\text{C} < T < 600^{\circ}\text{C}$), la bainite formée est supérieure. Sous ce terme, on regroupe en réalité deux types de microstructures :

- (i) Une structure en lattes résultant de la croissance, suivant le mécanisme de Widmanstätten, de cristaux de ferrite à partir des cristaux de ferrite proeutectoïde ou des joints de grains austénitiques. Lors du refroidissement à l'état austénitique, la ferrite bainitique pauvre en carbone se forme et l'austénite restante, enrichie en carbone, devient stable. Cet enrichissement est achevé aux alentours de 350°C - 400°C : la teneur en carbone de l'austénite restante atteint alors 0,5 à 0,8%. Lors du refroidissement ultérieur, une partie de cette austénite se décompose en ferrite et carbures vers 300°C - 350°C . Si le refroidissement est suffisamment rapide, l'austénite non décomposée se transforme en martensite en lattes ou maclée et une faible quantité de l'austénite est résiduelle [ALE96, IKA80]. **Ces composés mixtes sont couramment appelés composés martensite-austénite (M-A)**. Suivant les auteurs, la morphologie de bainite obtenue est appelée « ferrite en lattes avec alignement de M-A », bainite supérieure en lattes ou bainite granulaire [HAB67, BHA92] ;
- (ii) Une structure plus équiaxe résultant de la germination intragranulaire de cristaux de ferrite sur des inclusions ou des précipités. Le mécanisme de germination conduit à la formation de grains fins (de l'ordre du micron) et d'îlots M-A massifs.

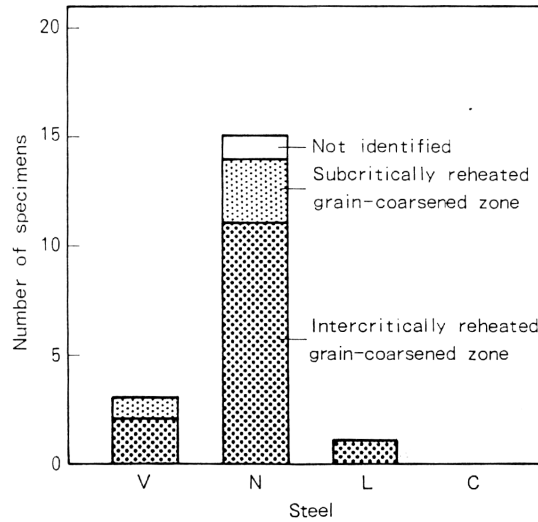


figure I. 16 : Histogramme des microstructures identifiées au site d'amorçage de la rupture par clivage de joints soudés [HAZ86].

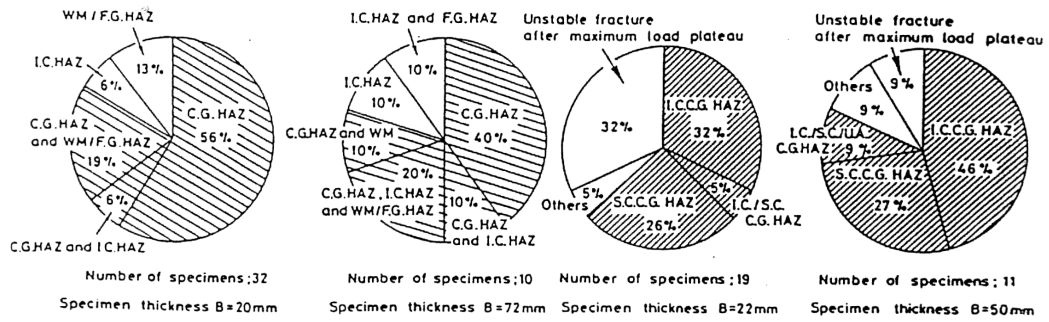


figure I. 17 : Localisation des sites d'amorçage de la rupture fragile au cours des essais CTOD d'un joint soudé multipasses [TOY88].

Dans la zone inférieure du domaine bainitique, la diffusion du carbone devient difficile. De ce fait, les aiguilles de ferrite sont sursaturées en carbone au moment de leur formation. Les carbures de fer ϵ précipitent à l'intérieur des aiguilles de ferrite, sous forme de plaquettes très fines, semi-cohérentes avec la ferrite $[(001)_\epsilon // (011)_\alpha]$. On observe peu de **composés Martensite – Austénite résiduelle**.

③ Enfin, pour des vitesses de refroidissement faibles (correspondant à des énergies de soudage élevées), la microstructure obtenue est ferrito-perlitique.

2.1.4 Transformation au cours d'un réchauffage intercritique

Au cours d'un réchauffage intercritique (entre Ac_1 et Ac_3), la zone à gros grains initiale subit une austénitisation partielle et des composés M-A se forment le long des anciens joints de grains austénitiques.

A l'issue du premier cycle thermique à haute température, la plupart des carbures précipitent aux anciens joints de grains austénitiques. Lors du réchauffage, l'austénite se forme dans des zones initialement riches en carbone ou dans des zones où la diffusion du carbone est rapide [OKA92], i.e. aux interfaces ferrite-carbures, sur les carbures entre les lattes de bainite, aux joints de grains ferritiques ou aux anciens joints de grains austénitiques [SEA92]. Les carbures se dissolvent au profit de l'austénite qui continue à croître. Au refroidissement, depuis cette température intercritique, la zone austénitique est enrichie en carbone, à mesure que sa fraction volumique décroît. En fin de refroidissement, cette austénite se transforme partiellement en martensite riche en carbone et conduit à la formation de composés M-A.

Du fait de la variation continue de la température, les mécanismes de germination et de croissance de l'austénite sont en réalité plus complexes et seront revus plus en détail dans le chapitre IV.

2.2 Propriétés de rupture

2.2.1 Généralités

La résistance à la rupture fragile de la Zone Affectée par la Chaleur dépend de sa microstructure. Dans le cas d'un joint soudé multi-passes, la ténacité de la ZAC peut ainsi être schématisée par une chaîne dont le maillon le plus faible (« Local Brittle Zone », en anglais) conditionne le comportement mécanique de l'ensemble [DEV88].

La zone à gros grains (CGHAZ) et la zone à gros grains réchauffée dans le domaine intercritique (ICCGHAZ) sont connues pour être les zones les plus fragiles [HAZ86, KEN97, OKA92, TOY88, ZHO98] (figure I. 16). La figure I. 17 montre des résultats d'analyses de sites d'amorçage sur des éprouvettes de ténacité. La plupart des ruptures fragiles de faible CTOD sont amorcées dans la zone intercritique ICCGHAZ (de taille pourtant très petite).

La structure métallurgique de la ZAC joue un rôle très important sur sa ténacité. La figure I. 18 illustre l'évolution de la température de transition de la ZAC en fonction du paramètre de refroidissement $\Delta t_{800^\circ\text{C}/500^\circ\text{C}}$. Les changements de ténacité correspondent toujours à des changements de microstructure, quelle que soit la résistance de l'acier. La meilleure ténacité est obtenue dans les structures martensitiques, bainitiques inférieures et ferritiques aciculaires [MAU85, KAT88]. Les structures plus grossières de type bainite supérieure et ferrite-carbures sont plus défavorables [BER79, MEE97].

L'effet des différents cycles de soudage sur la microstructure et la résistance à la rupture fragile peut s'interpréter en termes de : (i) taille de grain « efficace » (cf. § 2.2.2), (ii) présence de composés de seconde phase M-A, qui ont un effet néfaste sur la ténacité (cf. § 2.2.3). Ces effets peuvent être schématisés assez simplement comme le montre la figure I. 19.

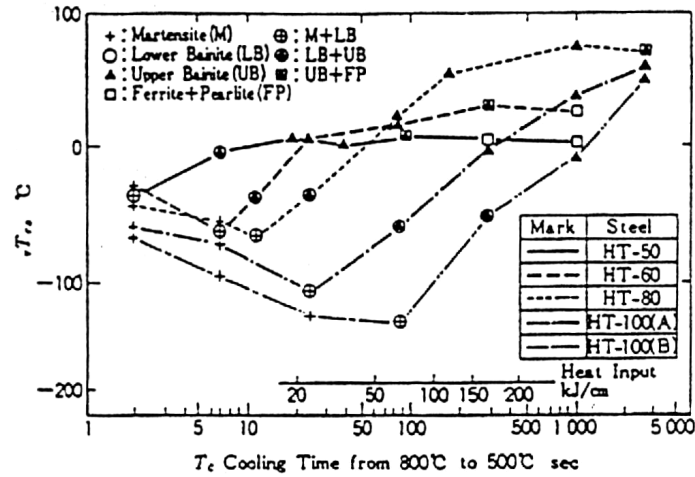


figure I. 18 : Effet du critère de refroidissement $\Delta t^{8/5}$ sur la température de transition vT_{rs} et la microstructure de zones à gros grains simulées de différents aciers [KAS79].

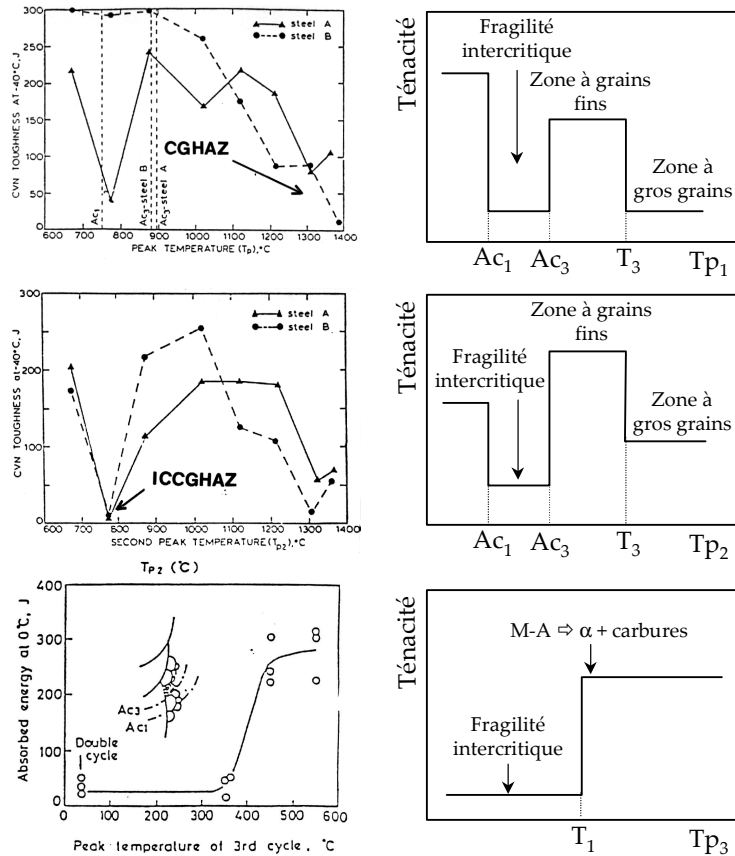


figure I. 19 : Résultats issus de la bibliographie et schématisation de l'effet des différents cycles thermiques de soudage sur la ténacité des ZAC, d'après [DEV92]

Dans la pratique, la dureté est souvent utilisée pour définir le type de structure obtenue et prend donc valeur de paramètre métallurgique en lien avec la ténacité. Un certain nombre de modèles empiriques existe dans la littérature pour prédire la dureté (ou la résistance) des ZAC. Ils montrent que la dureté est contrôlée par deux variables principales : (i) la composition chimique de l'acier et (ii) le critère de refroidissement (figure I. 20).

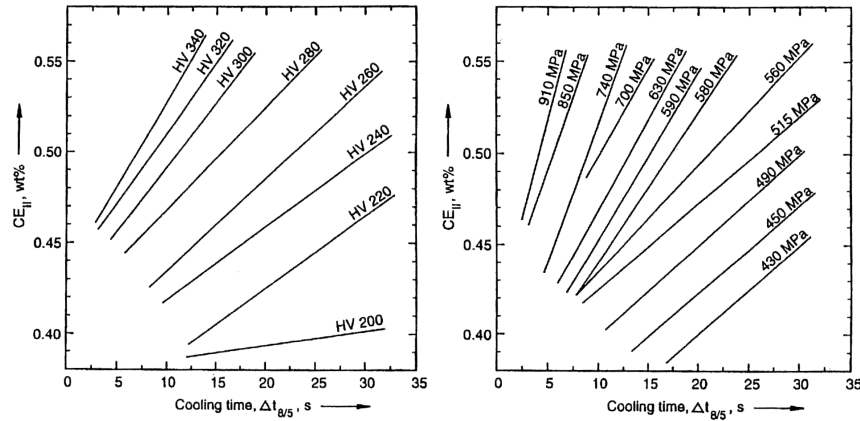


figure I. 20 : Diagrammes a) iso dureté b) iso limite d'élasticité des ZAC d'aciers HSLA [GRO94]

L'effet de composition est le plus souvent pris en compte par la teneur en carbone équivalent C_{eq} , (noté CE_{II} sur la figure I. 20) déterminée empiriquement et qui estime l'influence relative des différents éléments d'alliage et leur charge totale sur la trempabilité de l'acier. Selon Constant et al. [CON92], C_{eq} est donné par :

$$C_{eq} = \%C + \frac{\%Mn}{6} + \frac{\%Cr + \%Mo + \%V}{5} + \frac{\%Cu + \%Ni}{15} \quad (\% \text{ poids}) \quad \text{Eq. I. 49}$$

Le critère de refroidissement $\Delta t^{800^{\circ}\text{C}/500^{\circ}\text{C}}$ est reconnu pour bien décrire le refroidissement du cycle de soudage (cf. § 2.1.1).

2.2.2 Rupture par clivage des microstructures bainitiques

Propriétés de résilience des microstructures bainitiques

Des efforts considérables ont été réalisés dès les années 70 pour quantifier les relations entre les microstructures et les propriétés mécaniques d'aciers bainitiques à basse teneur en carbone, du fait de leurs excellentes propriétés combinées de résistance, de ténacité et de ductilité. Irvine et Pickering [PIC92] ont ainsi étudié en détail les microstructures et les propriétés de résilience de tels aciers normalisés. Ils montrent que la température de transition T augmente avec la résistance de la bainite supérieure et inférieure et observent que la bainite supérieure a une température de transition plus élevée que la bainite inférieure (figure I. 21).

Cette dernière observation peut s'expliquer :

- (i) D'une part par l'amorçage fragile sur les carbures interlattes dans la bainite supérieure et l'incapacité des lattes de ferrite faiblement désorientées d'empêcher la propagation du clivage,
- (ii) D'autre part par la présence de fins carbures dans les lattes de bainite inférieure qui interagissent avec les fissures de clivage et favorisent la déchirure ductile.

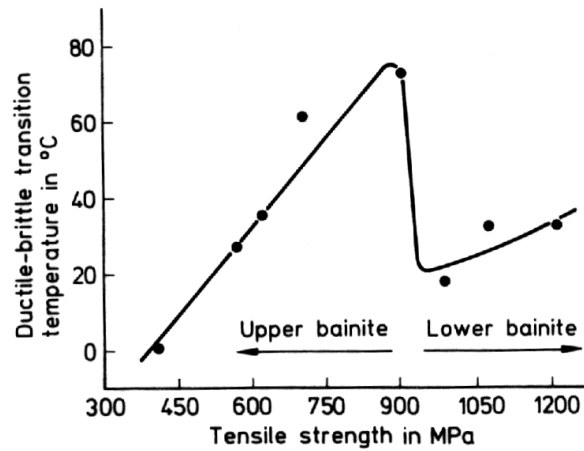


figure I. 21 : Relation entre la température de transition fragile-ductile et la résistance à la traction de microstructures bainitiques à basse teneur en carbone contenant 0.05 à 0.15 pds.% C [PIC92].

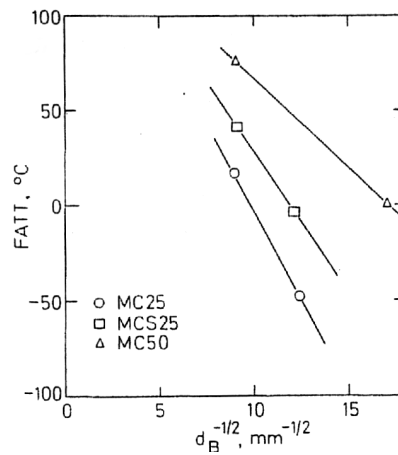


figure I. 22 : Effet de la taille de paquet bainitique sur la température de transition fragile-ductile FATT [BRO77]

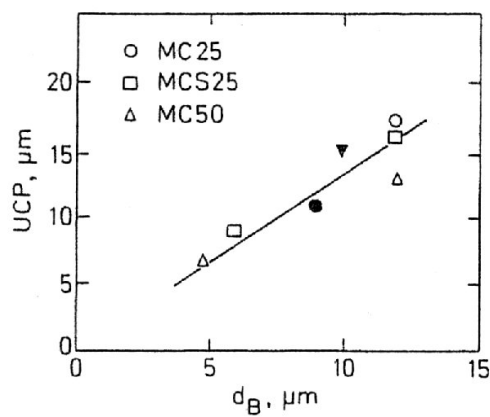


figure I. 23 : Relations entre la longueur caractéristique de fissure UCP et la taille de paquets bainitiques. Les symboles • et τ se réfèrent respectivement à des aciers contenant 2%Mn, 3% Cr et respectivement 0.045%C et 0.03%C. [BRO77]

Paramètres microstructuraux

De nombreux auteurs se sont attachés à dégager l'influence de tous les paramètres microstructuraux, i.e. des dimensions de l'ancien grain austénitique, du paquet de lattes, du paquet « covariant »⁴, de la latte ainsi que des propriétés intrinsèques des grains (composition, densité des dislocations, précipitation...) sur le compromis limite d'élasticité - résilience.

Il a d'abord été montré que la résilience était liée à la taille de l'ancien grain austénitique [IRV63] : Irvine et Pickering ont ainsi observé que la température de transition FATT d'un acier bainitique à 0,12%C pouvait être augmentée de 50% en affinant progressivement la taille de grain austénitique.

Ensuite, d'autres études ont pu déterminer que la résilience était reliée à la taille de paquet : Dolby et Knott [DOL72] ont donné la preuve métallographique de l'effet des joints de paquets sur la rupture fragile de microstructures de ZAC d'un acier HY80. L'apparente contradiction issue de l'absence de déviation entre lattes dans un paquet a été résolue par Naylor [NAY74, NAY75, NAY76] qui établit que les plans de clivage de la bainite, outre les plans usuels {100}, peuvent être du type {110}, {112} et {123}. Gladman et coll. [GLA75] et Brozzo et coll. [BRO77] ont alors proposé des dépendances linéaires de la température FATT avec $d^{-1/2}$, dans lesquelles $\Delta FATT/\Delta d^{-1/2}$ valent respectivement $-11,5^\circ\text{C}\cdot\text{mm}^{1/2}$ et $\sim -14^\circ\text{C}\cdot\text{mm}^{1/2}$ (figure I. 22).

Des études comparables ont permis de corrélérer la température FATT à d'autres paramètres que la taille de paquets mesurée par attaque métallographique : la longueur caractéristique de fissure UCP (« Unit Crack Path » en anglais), définie comme la région dans laquelle la fissure se propage de manière quasi-planaire, la taille de grain efficace mesurée sur les faciès de rupture [MAT72, TAN75]. L'UCP, i.e. théoriquement la taille de paquet mesurée dans le plan de clivage est évidemment difficile à déterminer. Plus récemment, quelques rares études ont fait appel à la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) pour la mesure « cristallographique » de la taille des paquets bainitiques [BOU98, GOU00, KIM00]. La relation entre cette mesure et la température de transition n'est cependant pas encore clairement établie.

La valeur de UCP, bien que directement reliée à la taille de paquet, est cependant très souvent supérieure à cette dernière [MAT72, OHM71, BRO77] : $\langle UCP \rangle/d$ est de l'ordre de 1,3 selon Brozzo, 1,4 selon Tanaka et $\sim 1,5$ selon Ohmori (figure I. 23). Selon Brozzo, ces résultats s'expliquent par le fait que des paquets adjacents, correspondant à différents variants des relations d'orientations α/γ , peuvent avoir des plans de clivage désorientés de moins de 10° .

Mécanismes de rupture et contraintes critiques de rupture

La figure I. 24 montre la variation de la contrainte critique de clivage en fonction de $d^{-1/2}$, pour des aciers bainitiques, ainsi que pour des aciers de microstructures ferritiques polygonales [KNO77]. Dans le cas des aciers bainitiques, les valeurs expérimentales sont bien prédites par une dépendance linéaire de pente égale à $\Delta\sigma_c/\Delta d^{-1/2} \approx 190 \text{ MPa}\cdot\text{mm}^{1/2}$ [BRO77], en accord avec la théorie de Griffith-Orowan dans laquelle l'étape critique de la rupture est la propagation d'une microfissure d'une unité microstructurale à une autre (ici le paquet bainitique) (cf. Eq. I.7).

La figure I. 24 montre que la rupture des aciers doux de microstructures ferritiques polygonales suit un autre type de mécanisme proposé par Smith (cf. § I.2.3) dans lequel la dépendance de σ_c avec $d^{-1/2}$ est une conséquence de la dépendance de σ_c avec l'épaisseur des carbures.

Les contraintes critiques de clivage des microstructures martensitiques et bainitiques inférieures ($3200 \text{ MPa} < \sigma_c < 3800 \text{ MPa}$), et des microstructures bainitiques supérieures et perlitiques ($1400 \text{ MPa} < \sigma_c < 2200 \text{ MPa}$) sont systématiquement plus élevées que celles obtenues pour des valeurs équivalentes de $d^{-1/2}$ par extrapolation pour les aciers doux ($700 \text{ MPa} < \sigma_c < 1400 \text{ MPa}$) [BOW86].

⁴ Le paquet « covariant » est défini comme un « sous-paquet » du paquet de lattes dans lequel les quelques lattes ont pratiquement la même orientation [NAY76, BRO77].

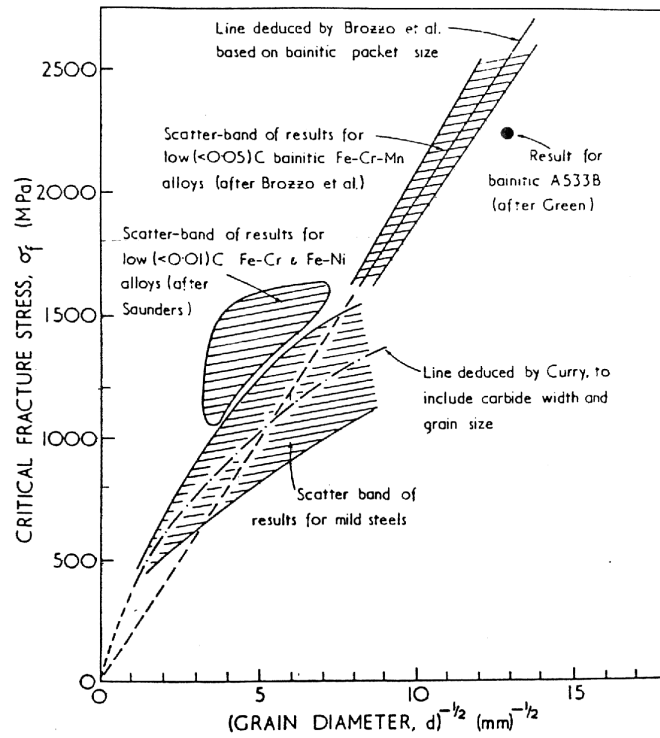


figure I. 24 : Effet de la taille de grain « efficace » ou de la taille des facettes de clivage sur les contraintes critiques de clivage d'aciers bainitiques et d'aciers doux [KNO77]

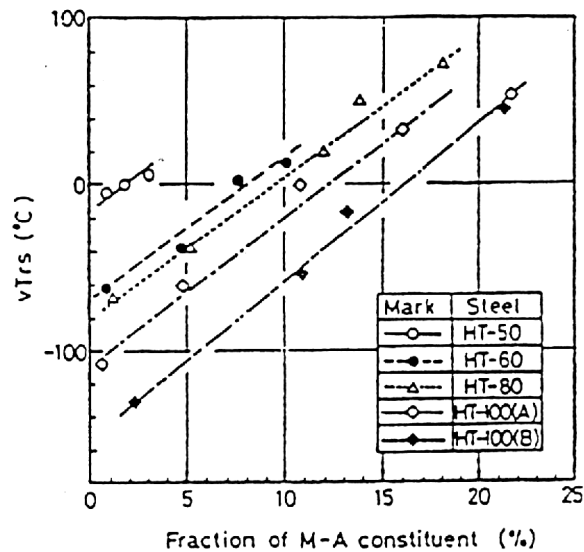


figure I. 25 : Relation entre la température de transition $vTrs$ et la fraction de composés M-A dans des ZAC à gros grains de différents aciers [KAS79]

2.2.3 Influence des composés Martensite-Austénite (M-A)

Un constat général

Les faibles ténacités de CGHAZ et ICCGAZ sont souvent associées à la présence de composés M-A⁵. Bien que parfois controversée [BRO98, OHY96, YOK98], la corrélation entre la température de transition de résilience (ou la valeur du CTOD critique) et la fraction volumique de composés M-A a été plusieurs fois rapportée dans la littérature (figure I. 25)⁶ [AKS88, KIM91, MAT94, OKA92].

Le plus souvent, cette corrélation est supposée linéaire, du type :

$$\left. \begin{array}{l} T_{\text{CTOD}} \\ T_{\text{K}} \end{array} \right\} = A + (B) \times (\%MA) \quad \text{Eq. I. 50}$$

Les valeurs du coefficient B obtenues par différents auteurs sont présentées au tableau I. 2.

Valeurs de B obtenues lors d'essais de résilience	Valeurs de B obtenues lors d'essais de CTOD	Références
3,4	10,3	D'après [MAT95]
12	30	D'après [MAT95]
-	14	D'après [MAT95]
7,5	-	D'après [MAT95]
25,9	-	D'après [MAT95]
7,1	-	[KAS79]
8	-	Tanaka (1988) d'après [VER90]
≈8	-	Endo (1987) d'après [VER90]
7	-	Ikawa (1980) d'après [VER90]
14 (structures en lattes)	-	[VER90]
8 (structures ferritiques aciculaires)	-	[VER90]

tableau I. 2 : Résumé des coefficients B de l'équation I. 50.

La valeur de B reliant les propriétés de ténacité à la teneur en M-A est en moyenne plus élevée que pour les propriétés de résilience. Ce résultat implique que les composés M-A prennent part à l'amorçage de la rupture fragile. En réalité, des essais instrumentés (Charpy V et CTOD) réalisés par Taillard et al. [TAI96] semblent montrer que l'austénite résiduelle favorise à la fois l'amorçage et la propagation de la fissure (figure I. 26).

Partant de ce constat général, de nombreuses études ont porté sur l'effet des cycles thermiques de soudage sur la formation des composés M-A et la ténacité qui en résulte [IKE95, DAV93, MAT94]. La figure I. 27 montre l'évolution du nombre, de la taille et de la teneur en composés M-A en fonction du critère de refroidissement $\Delta t^{800^\circ\text{C}/500^\circ\text{C}}$, lorsque la microstructure évolue de la martensite et la bainite inférieure à la bainite supérieure. Pour des critères de refroidissement courts, le nombre de petits composés M-A augmente considérablement lorsque $\Delta t^{800^\circ\text{C}/500^\circ\text{C}}$ augmente. Ensuite, à mesure que le temps de refroidissement augmente, les composés M-A grossissent et finissent par se décomposer en agrégats de ferrite et carbures pour des temps de refroidissement supérieurs à 50s (figure I. 28). La conséquence d'une élévation de $\Delta t^{800^\circ\text{C}/500^\circ\text{C}}$ sur la ténacité est donc bénéfique, même si les effets de la taille de grains (qui augmente également avec $\Delta t^{800^\circ\text{C}/500^\circ\text{C}}$) et des composés M-A ne sont pas toujours décorrélés (figure I. 29).

⁵ Le lecteur pourra se référer à deux articles de revue très complets qui résument la plupart des travaux japonais entrepris sur les composés M-A et leur relation avec la ténacité ces vingt dernières années [HIR81, MAT95].

⁶ La corrélation entre la température de transition FATT et la taille ou le nombre de composés M-A est en revanche beaucoup moins évidente [MAT95].

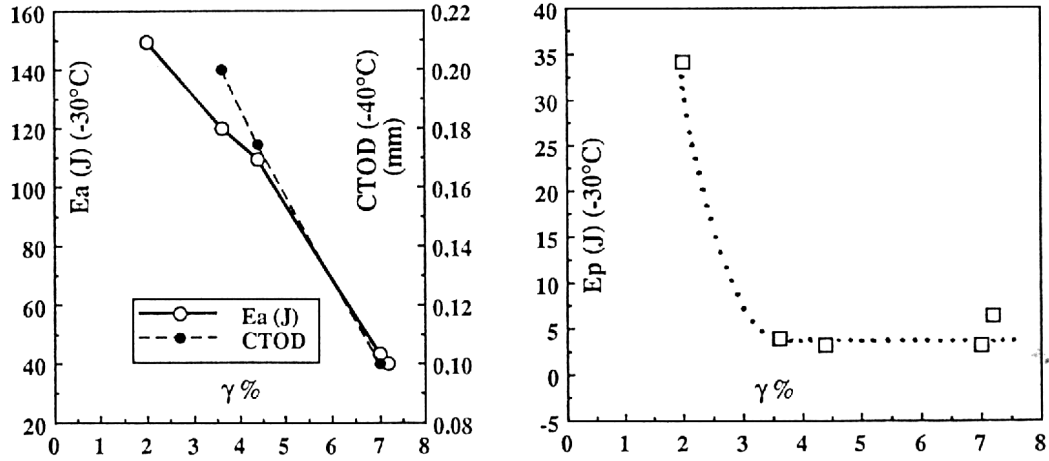


figure I. 26 : a) Effet de la fraction d'austénite résiduelle sur l'amorçage de la rupture pour un acier à 0.10%C, 1.45%Mn. E_a est l'énergie d'amorçage de la fissure. b) Effet de la fraction d'austénite résiduelle sur l'énergie de propagation de la rupture à -30°C . Même acier que a).

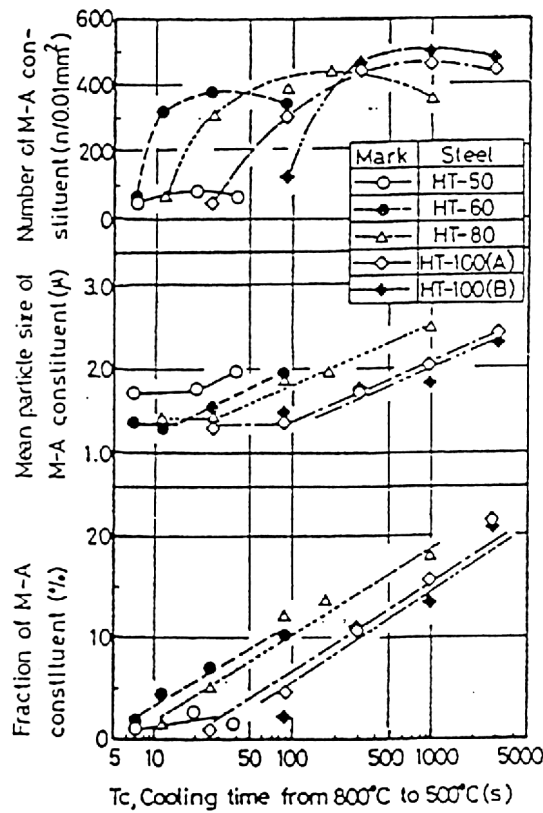


figure I. 27 : Effet du critère de refroidissement sur le nombre, la taille et la fraction surfacique de composés M-A dans les ZAC à gros grains simulées de différents aciers [KAS79].

De la même manière, l'effet néfaste d'un réchauffage dans le domaine intercritique sur la ténacité a été largement discuté dans la littérature [KIM91, AKS87, LEE93, TAG93] et a été de nombreuses fois imputé à la formation et au grossissement de composés M-A au cours d'un tel cycle (cf § 2.1.4) (figure I. 30).

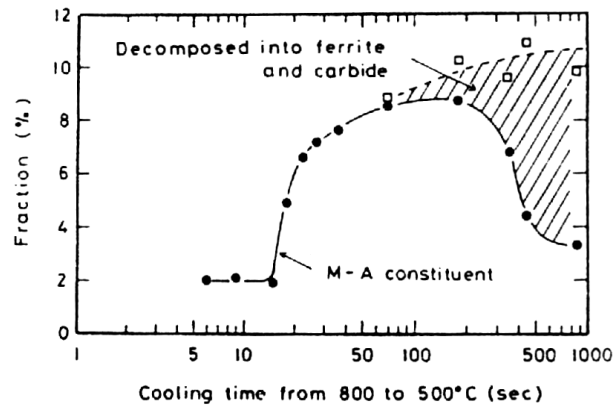


figure I. 28 : Effet du critère de refroidissement sur la formation et la décomposition des composés M-A [IKA80].

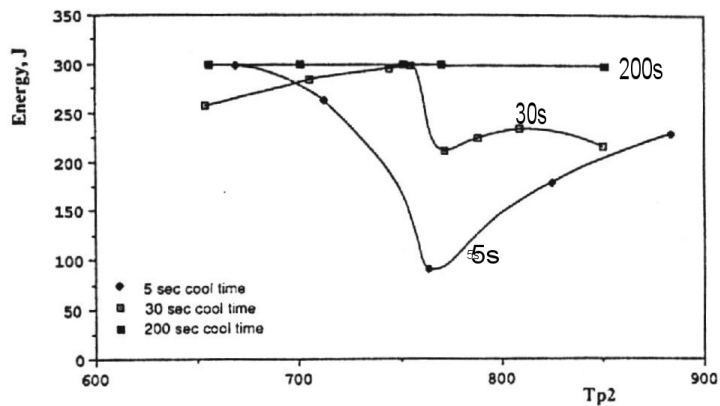


figure I. 29 : Energie Charpy à 20°C en fonction de la température de réchauffage intercritique T_{p2} , montrant l'effet de différents critères de refroidissement $\Delta t^{800^{\circ}\text{C}/500^{\circ}\text{C}}$ durant le deuxième cycle thermique sur la ténacité de la ZAC intercritique [DAV93].

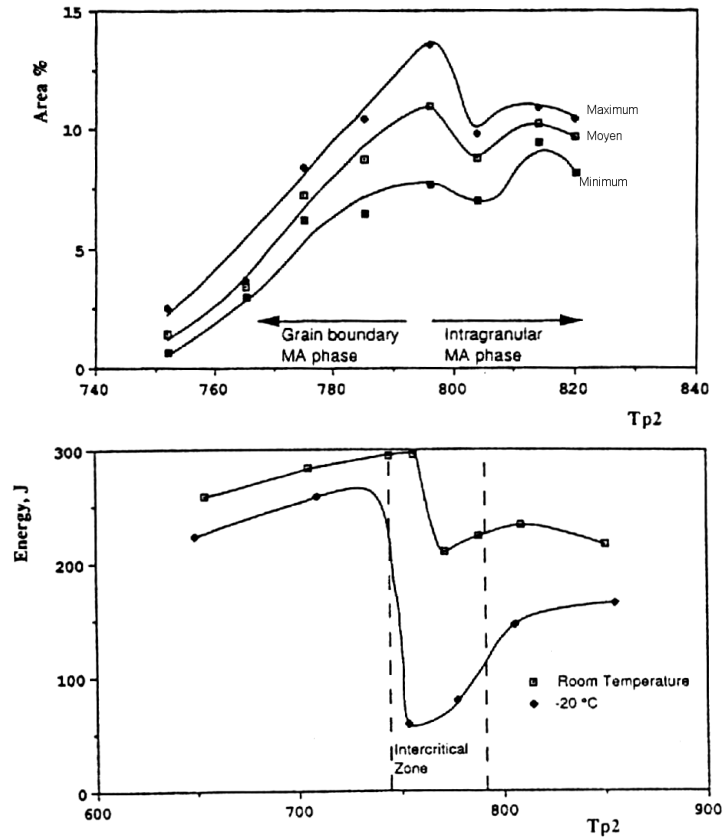


figure I. 30 : a) Données d'analyse d'images montrant l'évolution de la fraction surfacique de composés M-A avec la température de pic T_{p2} lors d'un réchauffage intercritique [DAV93], b) Energie Charpy à 20°C et -20°C en fonction de T_{p2} montrant la chute de ténacité dans la zone intercritique. [DAV93]. $\Delta^{800^\circ\text{C}/500^\circ\text{C}}=30\text{s}$.

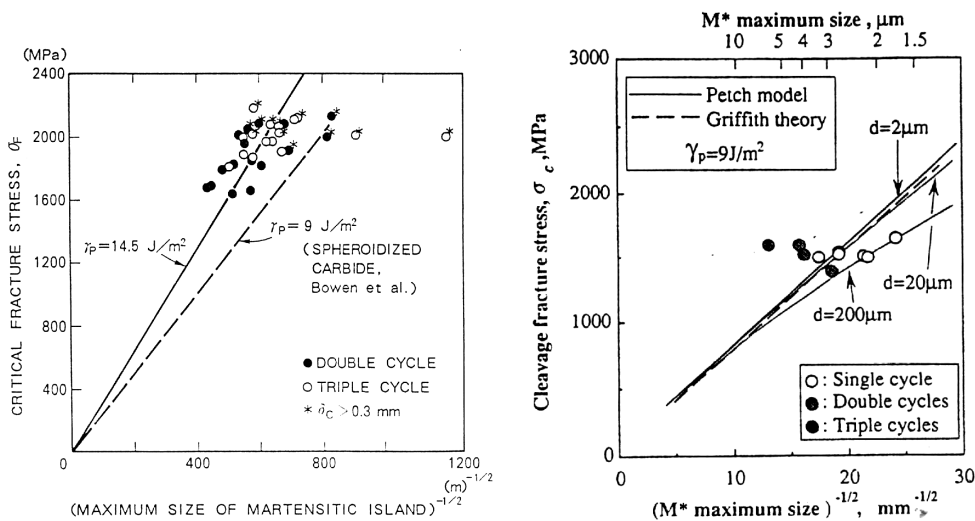


figure I. 31 : Relation entre la contrainte critique de clivage et la taille maximale des îlots de martensite-austénite. a) [AIH88], b) [TAG93]

Tagawa et al. [TAG93] et Aihara et al. [AIH88] ont estimé la contrainte critique de clivage de ZAC en relation avec la taille maximale des particules M-A. Ces résultats sont résumés à la figure I. 31. La contrainte de Griffith calculée pour une fissure en forme de sou (« penny shape ») ainsi que la contrainte critique prévue par le modèle de Petch, σ_F^{Petch} , sont également représentées sur la figure I. 31.

$$\sigma_F^{\text{Petch}} = \left[\frac{8\mu\gamma_p}{\pi(1-\nu)C_0} - \frac{k_y^2 d}{8\pi^2 C_0^2} \right]^{+1/2} - \frac{k_y d^{+1/2}}{2\sqrt{2}\pi C_0} \quad \text{Eq. I. 51}$$

Bien que la variation de σ_F avec la taille maximale de composés M-A soit faible, une relation linéaire est proposée par les deux auteurs (cf. tableau I. 3). Elle suggère que la taille des composés M-A est un paramètre de première importance qui contrôle la ténacité des ZAC : la microfissure, de la dimension d'un composé M-A, agit comme une fissure de Griffith pour amorcer la rupture par clivage. En réalité, la forme proposée par le modèle de Petch semble plus adaptée pour décrire l'évolution de la contrainte critique de clivage avec la taille des composés M-A : palier de contrainte critique pour les petites tailles de particules. Ce modèle, proposée par Tagawa [TAG93] et qui fait intervenir la taille de grain ferritique dans l'expression de la contrainte critique de clivage n'est cependant pas très probant.

Ces résultats controversés mettent en évidence la difficulté de déterminer l'unité microstructurale qui contrôle la rupture par clivage dans le cas de microstructures complexes telles que les ZAC.

γ_p (J/m ²)	Entité microstructurale	Référence
9	Composés M-A	[TAG93]
14,5	Composés M-A	[AIH88]
7 à 20	Particules TiN	[ROD98]
9	Carbures sphéroïdaux	[BOW86]

tableau I. 3 : Valeurs de l'énergie de surface effective des composés M-A et des carbures.

L'effet des composés M-A sur les mécanismes de rupture a été largement étudié et fait l'objet du paragraphe suivant.

Les mécanismes

Il est souvent admis que la rupture des particules M-A [DAV94] ou la décohésion à l'interface M-A/matrice [KIM91, LEE93] ou proche de l'interface [CHE84] agit comme une fissure de Griffith pour l'amorçage de la rupture fragile.

Aihara et Haze [AIH88] ont ainsi remarqué la présence de composés de martensite au point d'amorçage de la rupture par clivage, ainsi que des fissures secondaires formées à l'interface entre un composé et la matrice ferritique ou entre deux composés de seconde phase. Les auteurs n'observent pas de composés rompus : au taux de refroidissement étudié, il se peut que la martensite retrouve une certaine ténacité par auto-revenu. Davis [DAV94], en revanche, observe des composés M-A rompus, tandis que Kawabata et al. [KAW92] observent les deux mécanismes (rupture et décohésion) sur des éprouvettes de flexion 3 points. Il semble admis que la rupture de particules est plus critique vis-à-vis de la rupture par clivage. Pourtant, les conditions d'apparition des deux mécanismes ne sont jamais clairement distinguées et les auteurs évoquent le plus souvent les conditions « d'amorçage » dans leur globalité. D'une manière générale, on explique l'amorçage sur les composés M-A par des effets de concentrations locales de contraintes et de triaxialité des contraintes internes pouvant conduire à la formation de micro-fissures [TIA97]. Ces concentrations de contraintes locales peuvent être engendrées par :

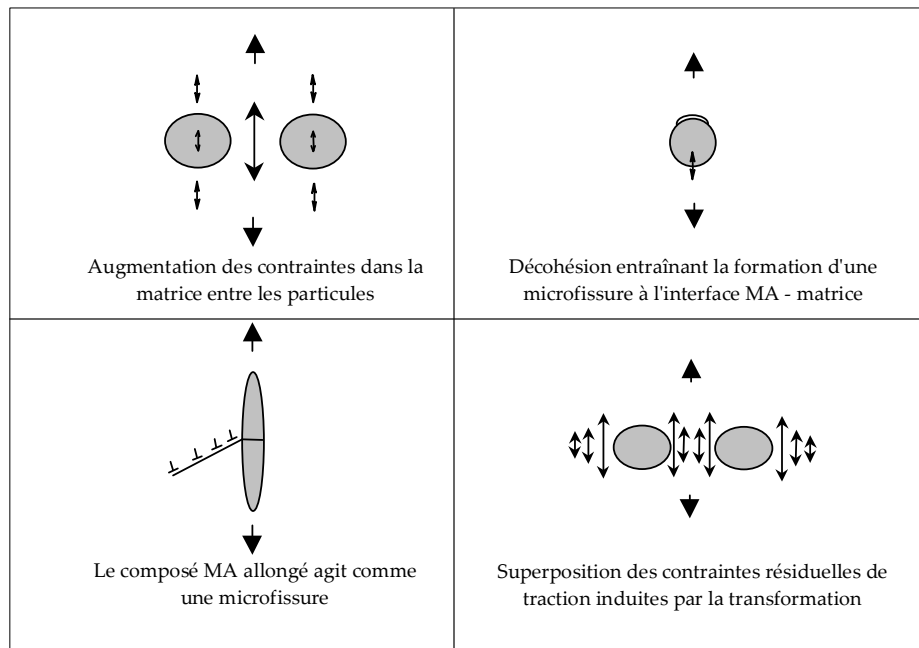


figure I. 32 : Représentation schématique des différents mécanismes d'endommagement sur les composés M-A proposés par Davis et al. [DAV94].

1. La transformation austénite → martensite qui induit des contraintes résiduelles à l'interface. La composante de traction favorisent le clivage dans la ferrite.
En effet, la transformation austénite → martensite induit une déformation par cisaillement de composante égale à 0,22 et une composante de dilatation égale à 0,01. La martensite se forme avec des plans d'accommodation pour réduire la composante de cisaillement. Malgré cela, la dilatation en volume reste importante, de l'ordre de 2 à 4%. Quelques auteurs ont ainsi pu mettre en évidence l'effet néfaste de l'austénite résiduelle présente initialement dans le matériau sur la résilience : La déstabilisation de l'austénite en martensite favorise l'amorçage de la rupture par un effet d'élévation locale de contrainte [HAN93, TAI91, VER90].
2. Une différence significative de dureté (ou de limite d'élasticité) entre le composé M-A et la matrice.
3. Une accumulation de la déformation dans la ferrite due à une partition de la déformation entre particule M-A et matrice. Les incompatibilités de déformation qui en résultent conduisent le plus souvent à des décohésions entre les composés et la matrice. Ces décohésions entraînent des effets de concentrations de contrainte, en particulier le long des réseaux « en collier » de M-A [DAV94].
4. Les effets de morphologie (forme et distribution des particules). Les effets de morphologie et de distribution des composés M-A ont été étudiés expérimentalement. Des travaux réalisés sur l'acier utilisé dans cette étude ont montré que la ténacité était d'autant meilleure que les composés étaient allongés (rapport de forme supérieur à 4) et petits [KAP97]. Davis et King [DAV94, DAV96], Ikeuchi [IKE95] et Mintz [MIN97] ont récemment discuté l'effet des morphologies en « réseau » ou en « collier » (composés M-A massifs disposés aux anciens joints de grains austénitiques) sur les mécanismes de rupture. Ces morphologies sont les plus critiques en termes de tenue au choc. Les sites d'amorçage sont alors situés entre deux composés M-A massifs proches voisins. En considérant les concentrations de contraintes et de déformations dans les composés M-A et dans la matrice environnante, plusieurs auteurs [KAW94, MOL97, TOY00] ont montré numériquement que les particules allongées peuvent agir comme des zones dures fragilisantes en produisant les plus fortes incompatibilités de déformation avec la matrice. Les études de Matsuda [MAT94] conduisent aux conclusions opposées. Ce point mérite d'être clarifié.

Les différents mécanismes d'amorçage de la rupture par clivage recensés dans la littérature ont été résumés par Davis et King [DAV94] et sont représentés schématiquement à la figure I. 32.

La majorité des études s'accordent donc à conclure que les composés M-A, en étant plus durs que la matrice ferritique, jouent le rôle de sites d'amorçage, détériorant ainsi les propriétés de résilience dans une large gamme de température.

L'effet des composés M-A sur les mécanismes de propagation, mis en évidence expérimentalement par Verrier et al. [VER90] (cf figure I. 26) et par Okada et al. [OKA95] reste en revanche très peu étudié et mal connu. En observant des propagations préférentielles de fissures le long des interfaces M-A/matrice, Okada et al. [OKA95, MAT94] et Tian [TIA96] établissent que la propagation est favorisée par l'augmentation du nombre d'interfaces « fragiles » entre les composés M-A massifs et la matrice. Hrivnak [HRI95] évoque également la possibilité d'une contribution des composés M-A sur la propagation du clivage par réamorçage.

2.2.4 Amélioration de la ténacité en ZAC : les remèdes?

Une des principales voies d'amélioration de la ténacité en ZAC est de réduire la fraction volumique de composés M-A. Cela peut se faire par la réduction du volume total de ZAC dans lesquelles ces composés se forment et/ou par la limitation de leur formation dans ces zones grâce au contrôle de la composition chimique du métal de base [MEE97]. Pour répondre au premier point, des procédures de soudage par dépôts successifs de passes à énergie de soudage contrôlée ont été développées avec succès pour minimiser la fraction volumique de ICCGHAZ. La réduction du niveau d'éléments d'alliage favorisant la formation des composés M-A dans la ZAC intercritique est une autre voie

efficace d'amélioration de la ténacité (voir les revues bibliographiques faites par [VER90] et [KAP91]). Ces éléments sont, par ordre décroissant d'influence : B [RAM86], N et C, suivis des éléments carburigènes : Nb, V, Mo et Cr. L'effet de Mn est moins significatif. Un abaissement de la teneur en Si, Al et P favorise la décomposition des composés M-A lors d'un soudage multi-passes.

Les moyens d'éviter la formation de bainite grossière et de composés M-A dans les ZAC de soudures monopasses (intercritiques ou à gros grains), dont la teneur augmente toujours avec les fortes énergies de soudage, sont semblables à ceux mentionnés pour les soudures multipasses : limiter l'énergie de soudage⁷ et/ou réduire le niveau total d'éléments d'alliage, le niveau d'impuretés et de ségrégations. Dans ce cadre, les aciers thermo-mécaniques (« TMCP ») obtenus par laminage contrôlé sont très intéressants [MEE97].

Les essais sur ZAC simulées thermiquement ont également montré la relation directe entre la température de transition FATT et la taille de grain « efficace » (UCP). L'affinement des grains d'austénite mère, et par conséquent de la bainite supérieure qui germe à partir de ces joints de grains γ peut être obtenu par la présence de fins précipités dispersés et stables jusqu'à une température proche de la température de fusion. On s'attend alors à une amélioration de la ténacité, comme c'est le cas pour la ferrite aciculaire.

L'amélioration de la ténacité à basse température par le contrôle de la taille de grain « efficace » dans les ZAC est devenue un nouvel enjeu pour les producteurs d'aciers. Les tendances les plus récentes consistent à introduire des inclusions très stables, comme par exemple des oxydes de titane, pour réduire la taille de grain efficace des zones à gros grains et agir comme sites de germination de ferrite aciculaire intragranulaire. Ces développements sont destinés au soudage à très haute énergie et pour les applications où une ténacité très élevée est exigée. Pour être efficaces, les additions doivent rester très faibles et de telle sorte que les particules d'oxydes soient extrêmement fines. Cela demande de contrôler très précisément les procédés de métal fondu et des temps de refroidissement très grands lors de la solidification, ce qui est désormais possible par les procédés de fabrication continus.

2.3 Conclusions

Sur le plan thermique, le soudage est caractérisé par un apport important et localisé de chaleur sur la pièce soudée, qui en fait une véritable opération de traitement thermique. Il en résulte des transformations microstructurales très importantes dans le métal de base.

La résistance à la rupture fragile des Zones Affectées par la Chaleur est conditionnée par la microstructure induite par le cycle thermique de soudage. L'effet de ces cycles sur les propriétés à rupture peut s'interpréter en termes de : (i) taille de grain « efficace », (ii) présence de composés de seconde phase M-A, qui ont un effet néfaste sur la ténacité.

Un certain nombre de chercheurs suggèrent que la rupture par clivage est contrôlée par l'amorçage d'une micro-fissure, mais la plupart soulignent que la propagation est l'étape critique de la rupture. Dans ce cas, la micro-fissure critique est toujours associée à une unité microstructurale spécifique de ces aciers. De nombreuses entités microstructurales, telles que le paquet bainitique ou martensitique, les particules de carbures non dissoutes ou revenues, les inclusions non métalliques, les composés M-A, etc., ont été suggérées.

Si l'influence fragilisante du composé M-A est largement reconnue, les conditions dans lesquelles cette unité microstructurale spécifique devient critique vis-à-vis du clivage ne sont toujours pas clairement définies. Dans le cas de microstructures complexes, les paramètres microstructuraux qui contrôlent le clivage ne sont pas explicitement déterminés. Le problème est particulièrement intéressant dans le cas des ZAC ou des aciers « dual-phase », dont les microstructures consistent en une matrice bainitique ou

⁷ Les énergies couramment employées pour souder des aciers structuraux de limite d'élasticité de 355 MPa et de 40 mm d'épaisseur (ou plus) sont limitées à 3,5 à 4 kJ/mm. Pour les aciers de limite d'élasticité égale à 450 MPa, ces énergies de soudage sont réduites à 3 kJ/mm.

ferritique et en des composés M-A dispersés dans cette matrice. Jusqu'à présent, les principaux résultats ont montré que des micro-fissures se forment sur les composés M-A et que ces micro-fissures de la taille des composés M-A contrôlent la rupture par clivage de ces aciers. Mais peu d'attention a été portée au rôle de la taille de paquet bainitique ou la taille de grain ferritique (peut-être parce que cette taille était jusque récemment difficile à déterminer sans ambiguïté). Dans ce cas pourtant, la taille de paquet peut éventuellement être un facteur important pour la rupture par clivage (figure I. 33).

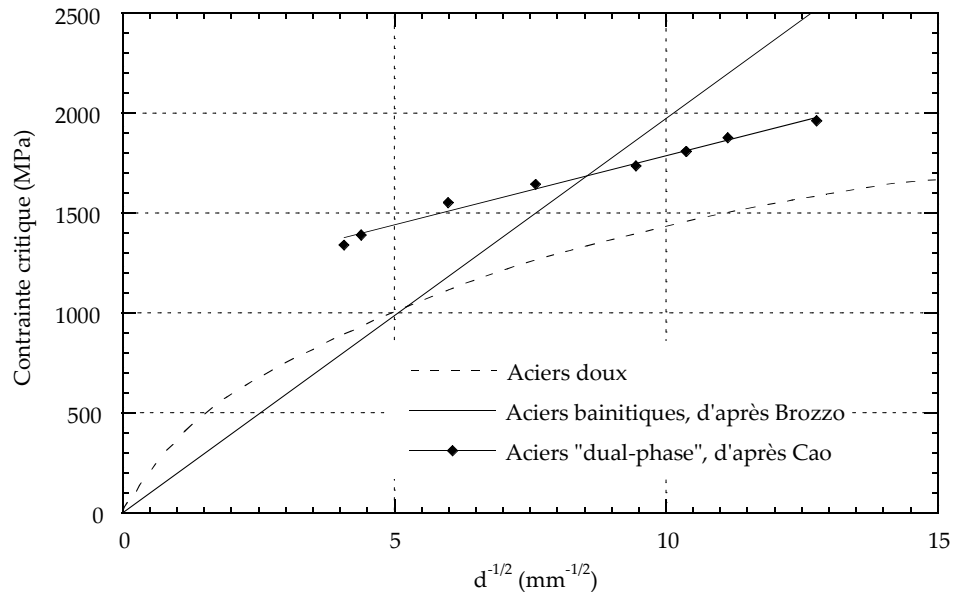


figure I. 33 : Comparaison des contraintes critiques de clivage obtenues sur des aciers doux [CUR80], des aciers bainitiques [BRO77] et un acier « dual-phase » [CAO97] (d'après [CAO97]). d est la taille de grain ferritique ou de paquet bainitique.

De même, les relations entre les mécanismes de clivage et les conditions d'essai sont rarement évoquées. Le mécanisme de rupture par clivage est considéré comme indépendant des conditions d'essai (i.e. de la température d'essai, de la vitesse de déformation et de la géométrie de l'éprouvette) tant que le mécanisme de déformation plastique (glissement ou maclage) est identique. Pourtant, quelques travaux théoriques [LIN87] et expérimentaux [LIN95, CAO97] évoquent la possibilité d'un changement de mécanisme avec la température.

Enfin, la nature martensitique ou austénitique du composé M-A ainsi que la stabilité thermomécanique de l'austénite résiduelle restent le plus souvent indéterminées.

3 Objectifs de l'étude et démarche adoptée

Le cadre général de l'étude consiste à prévoir (pour améliorer) la ténacité des ZAC en fonction de leurs microstructures. Plus précisément, les objectifs du travail de thèse sont d'apporter des éléments de réponse aux questions suivantes :

- Quels sont les mécanismes de rupture par clivage des microstructures bainitiques ? En particulier, comment définir la taille de grain efficace de microstructures en lattes ?
- Dans le cas de microstructures complexes, quelle est l'étape critique de la rupture ? Quelle est la barrière microstructurale la plus forte pouvant s'opposer à la propagation d'une microfissure de clivage ? Est-ce l'interface M-A – matrice ou le joint de grain efficace ?
- Quelle est l'influence des composés de seconde phase (martensitiques et/ou austénitiques) sur les mécanismes de rupture ? Que dire de la stabilité thermomécanique de l'austénite résiduelle ?
- Comment décrire la rupture par clivage en présence de fortes déformations plastiques ?
- Quelles solutions éventuelles peut-on envisager pour l'amélioration des microstructures et de la ténacité en ZAC ?

La démarche générale entreprise consiste à **relier les caractéristiques microstructurales aux propriétés de rupture de ZAC**. Caractérisations microstructurales et mécaniques sont donc menées de front. L'objectif étant la compréhension des phénomènes de rupture et non la caractérisation de ténacité sur joints réels, l'étude est menée à partir d'**une seule tôle** à laquelle on fait subir différents **cycles thermiques de simulation de soudage** générant **différentes microstructures**.

Le métal de base, de microstructure ferrito-perlitique, constitue une référence en matière de propriétés à rupture. Il est présenté en détail au **chapitre II**. Trois microstructures « judicieuses » en termes de rupture par clivage et représentatives de conditions de soudage réelles ou envisagées sont proposées. On analyse de façon détaillée et comparée les propriétés mécaniques (traction sur éprouvettes lisses et entaillées, flexion) et de ténacité (résilience et essais sur éprouvettes fissurées) des différentes microstructures. Ces résultats mettent en évidence, au moins qualitativement, l'effet de certains paramètres microstructuraux (encore mal définis) sur la rupture par clivage : « matrice bainitique » et composés « M-A ». Leur étude détaillée fait l'objet des chapitres III et IV :

La description des structures en lattes est complexe. Pourtant, la connaissance de la cristallographie des structures bainitiques apparaît essentielle pour l'interprétation des propriétés de ténacité. Dans le **chapitre III**, une investigation approfondie de ces structures est envisagée grâce à la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD). On caractérise en particulier les désorientations entre entités cristallographiques, et on les discute par une approche phénoménologique de la transformation martensitique. Les corrélations entre désorientations et mécanismes de germination des structures bainitiques sont examinées.

Les nombreux résultats issus de la bibliographie ajoutés à ceux obtenus dans le chapitre II mettent en évidence le rôle très endommageant des « composés M-A ». Pourtant, peu de chercheurs se sont attachés à définir précisément ce qui se cache sous ce terme générique. C'est l'un des objectifs du **chapitre IV**. La nature (martensite ou austénite), la composition chimique et la fraction de ces composés sont fortement influencées par les processus de formation au cours des cycles de soudage et conditionnent en retour certaines propriétés de rupture. Les mécanismes de formation des composés M-A sont donc caractérisés expérimentalement et comparés à des prévisions thermodynamiques à l'équilibre et au para-équilibre et confrontés à un modèle cinétique. On étudie par ailleurs la stabilité thermomécanique de l'austénite résiduelle par des expériences originales de diffraction des neutrons et de MET in situ.

Les microstructures étant bien caractérisées, il s'agit de préciser les mécanismes de rupture, à savoir, déterminer l'unité microstructurale contrôlant la rupture par clivage et clarifier les relations entre mécanisme de clivage et conditions d'essai (température, géométrie...). Dans le **chapitre V**, l'analyse détaillée des processus de rupture est réalisée grâce à la technique de l'émission acoustique et à l'observation minutieuse des coupes longitudinales et des faciès de nombreuses éprouvettes testées et/ou rompues à différentes températures. Ces examens sont discutés à l'aide d'une approche micro-mécanique de l'amorçage appliquée aux éprouvettes axisymétriques entaillées.

Caractérisations microstructurales et identification des mécanismes physiques conduisent tout naturellement à envisager une modélisation de la ténacité par une « approche locale de la rupture fragile ». Dans le **chapitre VI**, le modèle de Beremin est appliqué au métal de base et aux ZAC en vue de prédire l'évolution de la ténacité avec la température. Un modèle d'approche locale basé sur les mécanismes de rupture des ZAC est présenté et appliqué dans la deuxième partie de ce chapitre. La rupture est décrite par la succession de trois processus élémentaires : rupture d'un composé M-A, franchissement de l'interface M-A/matrice et franchissement des joints de paquets efficaces.

Chapitre II

Les matériaux de l'étude

1	<i>Composition, traitements thermiques et microstructures.....</i>	49
1.1	Le métal de base.....	49
1.2	Les Zones Affectées par la Chaleur.....	55
2	<i>Propriétés mécaniques et ténacité.....</i>	65
2.1	Procédures expérimentales	65
2.2	Caractéristiques de traction.....	65
2.3	Traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées.....	69
2.4	Courbes de transition de résilience	73
2.5	Flexion 4 points.....	73
2.6	Ténacité	75
3	<i>Conclusions.....</i>	83

Chapitre II

Les matériaux de l'étude

Au cours des dix dernières années, les produits sidérurgiques ont évolué pour aboutir au développement d'aciers structuraux micro-alliés à haute limite d'élasticité obtenus par laminage contrôlé. En particulier, les teneurs en carbone ont diminué, la propreté inclusionnaire, la résistance et la ténacité ont été améliorées. Ces aciers, initialement développés pour remplir les besoins de l'industrie pétrochimique et gazière, ont trouvé des applications croissantes pour une large variété de structures. Parallèlement, l'accroissement des rendements de mise en œuvre des produits a nécessité l'utilisation d'opérations de soudage à forte énergie. Dans ce contexte, l'obtention d'une soudabilité accrue et plus particulièrement l'amélioration de la ténacité de la soudure sont des enjeux décisifs. Cette soudure est fonction du matériau d'apport, du métal de base et de la procédure de soudage qui conditionnent la structure et son aptitude à la rupture fragile.

Dans ce chapitre, on s'intéresse aux caractéristiques métallurgiques et mécaniques du métal de base et de certaines zones affectées par la chaleur. Quatre microstructures ont été considérées dans cette étude :

- *Le métal de base. Cet acier « moderne » micro-allié est obtenu par laminage à température contrôlée, et destiné à la construction navale et offshore. Ses propriétés mécaniques constituent une référence pour l'étude des ZAC.*
- *Trois zones affectées par la chaleur, reconnues pour être très fragiles. Du fait de la nature hétérogène et étroite des ZAC sur joints réels, une technique de simulation thermique a été utilisée pour reproduire ces zones.*

Les caractérisations microstructurales générales sont présentées dans ce chapitre. L'analyse plus précise des structures bainitiques et des composés de seconde phase contenus dans les ZAC sera reprise plus en détail aux chapitres III et IV. Les propriétés mécaniques (traction, résilience, ténacité) sont également exposées.

1 Composition, traitements thermiques et microstructures

1.1 Le métal de base

1.1.1 Composition et rôle des éléments d'addition

Le métal de base est un acier micro-allié à basse teneur en carbone E450 TMCP obtenu par laminage contrôlé. Le laminage est suivi d'un traitement de recuit à 580°C qui permet d'homogénéiser les propriétés mécaniques dans l'épaisseur de la tôle. Cette nuance, fournie par Dillinger Hüttenwerke sous forme de tôle de 40 mm d'épaisseur, est couramment employée dans la construction offshore. Sa composition chimique est donnée au tableau II. 1.

C	Si	Mn	P	S	Al	N	Cu	Mo	Ni	Cr	V	Nb	Ti	B	C _{eq} ¹
70	320	1500	12	1	27	6	164	119	468	59	2	14	2	0.1	398

tableau II. 1 : Composition pondérale et carbone équivalent du métal de base (10³%)

La propriété essentielle de soudabilité des aciers structuraux impose une forte limitation sur la composition chimique des nuances (et le carbone en particulier). Pour développer des aciers à haut grade possédant une bonne ténacité, l'affinement de la taille de grain par les procédés de laminage thermo-mécanique à température contrôlée est essentiel. L'effet des différents éléments d'alliage peut se résumer ainsi :

- La faible teneur en carbone et en éléments d'alliage (faible C_{eq}) permet de garantir la soudabilité de l'acier.
- Les éléments d'alliage gammagènes (Mn, Ni, Cu) améliorent la trempabilité de l'acier en abaissant la température de transformation austénite → ferrite et en favorisant ainsi la germination de grains fins de ferrite. Ils ont également un effet durcissant par solution solide.
- Le silicium agit par effet de solution solide.
- L'aluminium est employé comme désoxydant lors des traitements en poche de l'acier. A l'état solide, il se combine à l'azote pour former des nitrures d'aluminium.
- Les éléments de micro-alliage fortement carburigènes (Nb, V, Ti) entraînent la précipitation à haute température de fins carbures et carbonitrures. Ils retardent ainsi la recristallisation de l'austénite et limitent la croissance du grain (lors de la déformation à chaud), ce qui affine la structure obtenue après refroidissement.
- Le chrome et le molybdène sont des éléments trempants et durcissants.
- La faible teneur en impuretés (P et S) est caractéristique d'une grande propreté inclusionnaire et garantit une bonne résistance à la corrosion.

1.1.2 Microstructure

La microstructure de cet acier est ferrito-perlitique (figure II. 1a). La taille de grain est hétérogène et varie de 2 à 10 μm à quart épaisseur et de 2 à 20 μm à mi-épaisseur. Les distributions de taille de grains à mi-épaisseur et en peau de tôle sont présentées à la figure II. 2a. Une filiation de dureté Vickers sous une charge de 10 kg a été réalisée dans l'épaisseur de la tôle (figure II. 2b). Une légère augmentation de la dureté depuis le cœur vers la peau de la tôle peut être reliée à un affinement du grain ferritique (via les relations de Hall et Petch et les tables de correspondance dureté - résistance).

¹ %C_{eq} = %C + $\frac{\%Mn}{6}$ + $\frac{\%Cr + \%Mo + \%V}{5}$ + $\frac{\%Cu + \%Ni}{15}$ [DEA38].

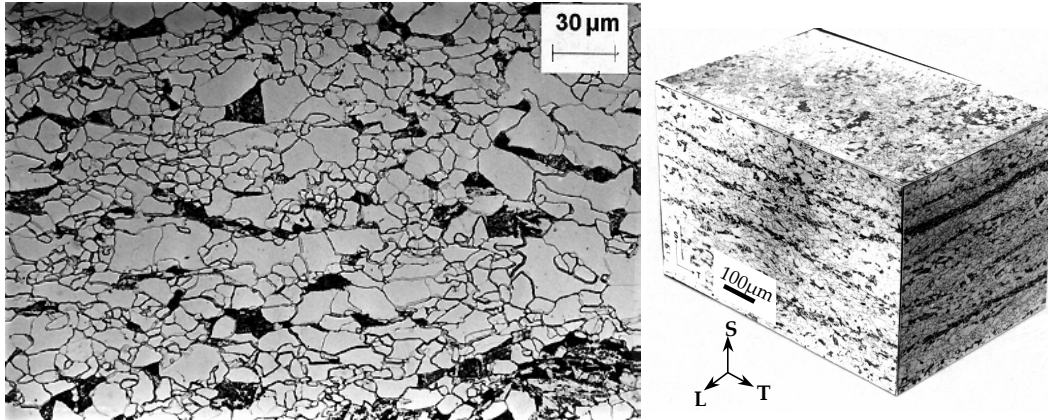


figure II. 1 : a) Microstructure ferrito-perlitique du métal de base à mi-épaisseur, face S-T, après une attaque métallographique au nital 3% (Microscopie optique) ; b) Microstructure de laminage du métal de base après une attaque métallographique au nital 3%. N.B. :L, T et S désignent respectivement les sens long, travers et travers court de laminage.

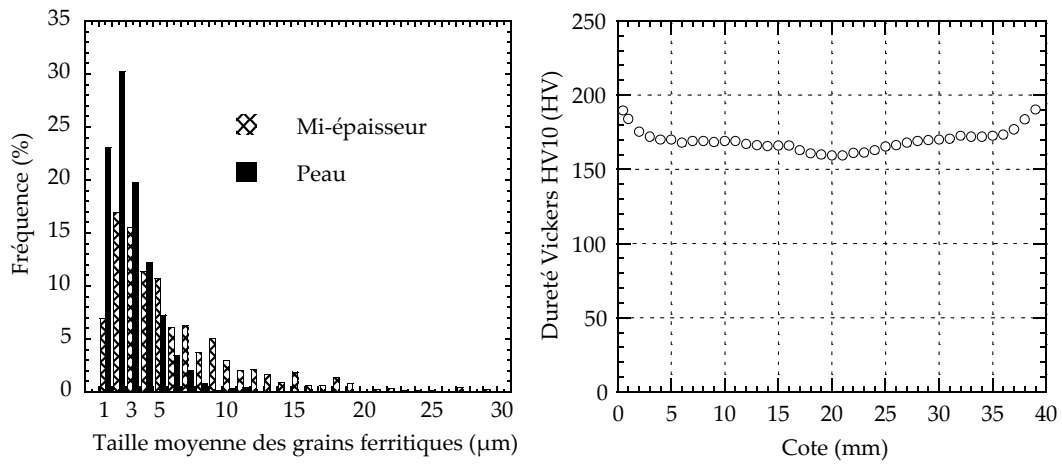


figure II. 2 : a) Histogrammes de répartition des tailles de grains ferritiques dans le métal de base, à mi-épaisseur et en peau de la tôle. b) Filiation de dureté Vickers dans l'épaisseur de la tôle sous une charge de 10kg (Chaque point représente la moyenne de trois mesures).

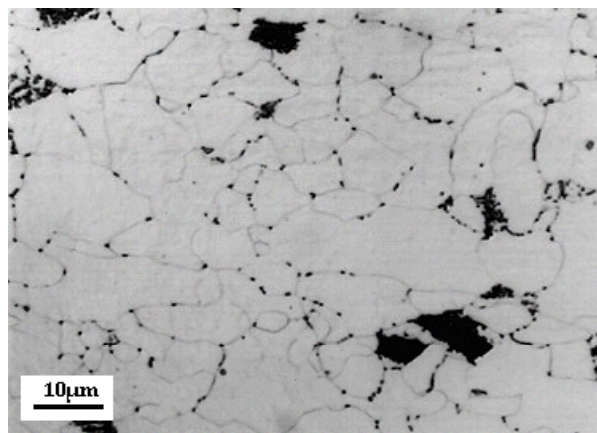


figure II. 3 : Nombreux carbures de fer révélés par une attaque métallographique au picral 4%, aux joints de grains ferritiques. Les joints de grains sont très légèrement mis en évidence par une attaque au nital 2% (Microscopie optique).

Une attaque au réactif picral 4% permet de mettre en évidence de nombreux carbures aux joints de grains ferritiques (figure II. 3).

Du fait de la faible teneur en carbone, la fraction de perlite reste faible, de l'ordre de 11%. L'observation au MEB permet de résoudre la perlite qui se présente sous un aspect dégénéré, non lamellaire (figure II. 4). Une structure de laminage en bandes est nettement visible (figure II. 1b). Ces bandes de perlite sont riches en éléments d'alliage (figure II. 5). En revanche, les profils de concentration ne révèlent pas de macro-ségrégation majeure entre le cœur et la peau de la tôle.

Malgré une anisotropie très légère de morphologie des grains (figure II. 1a), le métal de base ne présente pas d'anisotropie de texture cristallographique (figure II. 6).

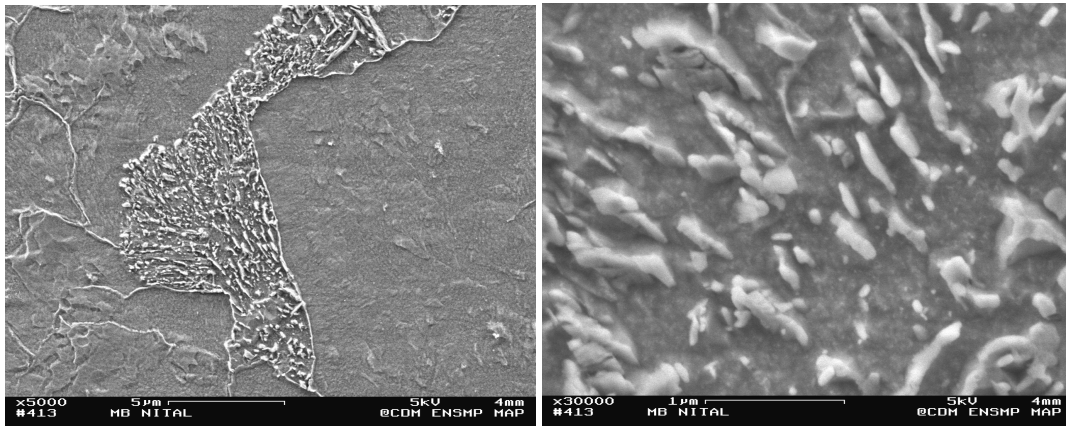


figure II. 4 : a) Perlite dégénérée non lamellaire, révélée par une attaque au nital 2% (Microscopie électronique à balayage ; b) Détail.

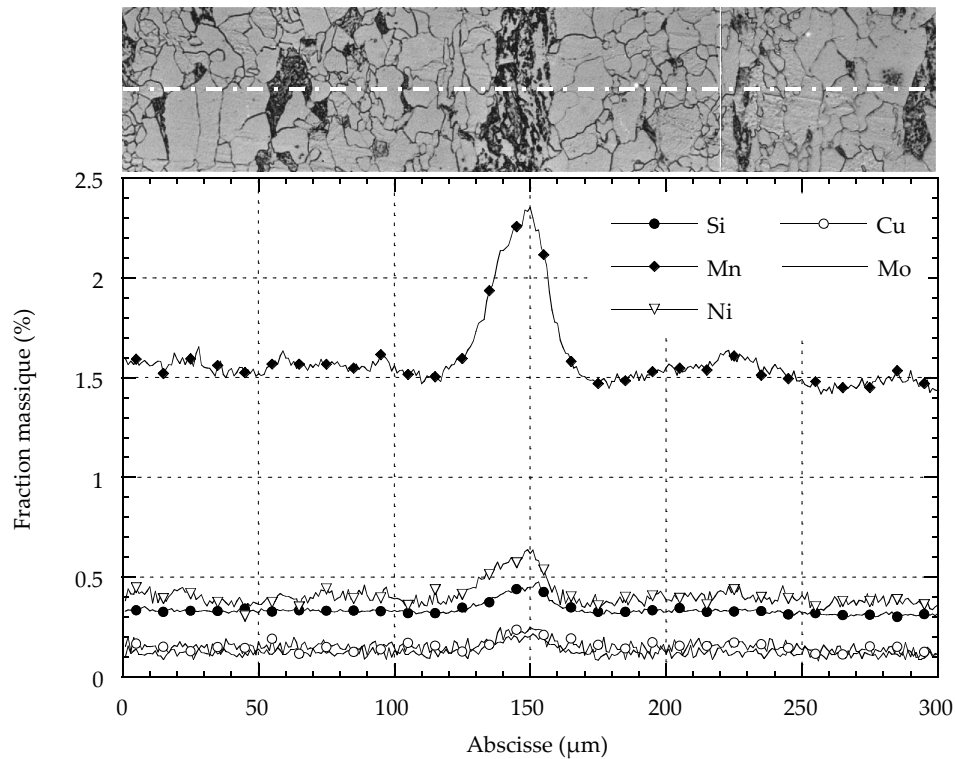


figure II. 5 : Analyse de la teneur en éléments d'alliage dans une bande de perlite et micrographie correspondante.

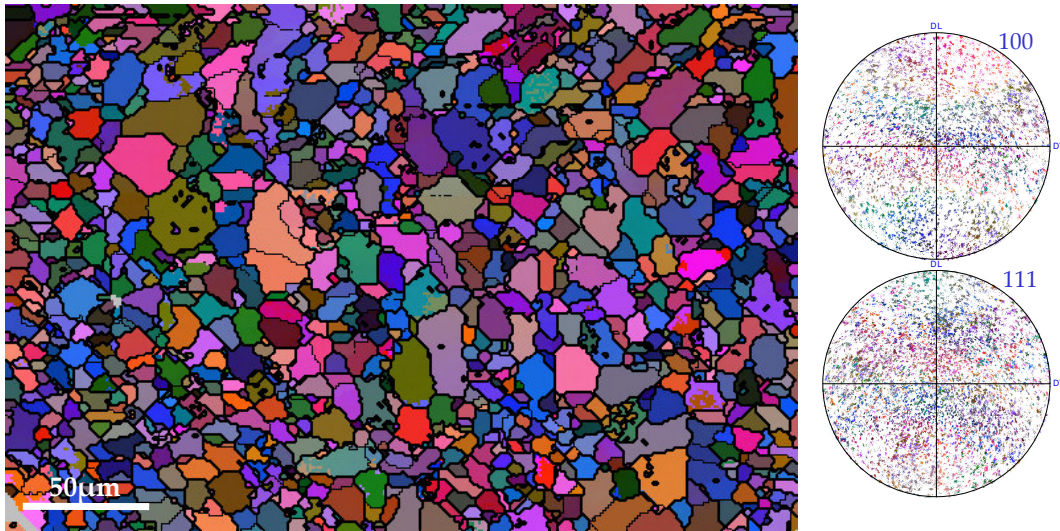


figure II. 6 : Cartographie EBSD du métal de base à mi-épaisseur, face S-T, et figures de pôles correspondantes relatives aux orientations {100} et {111}.

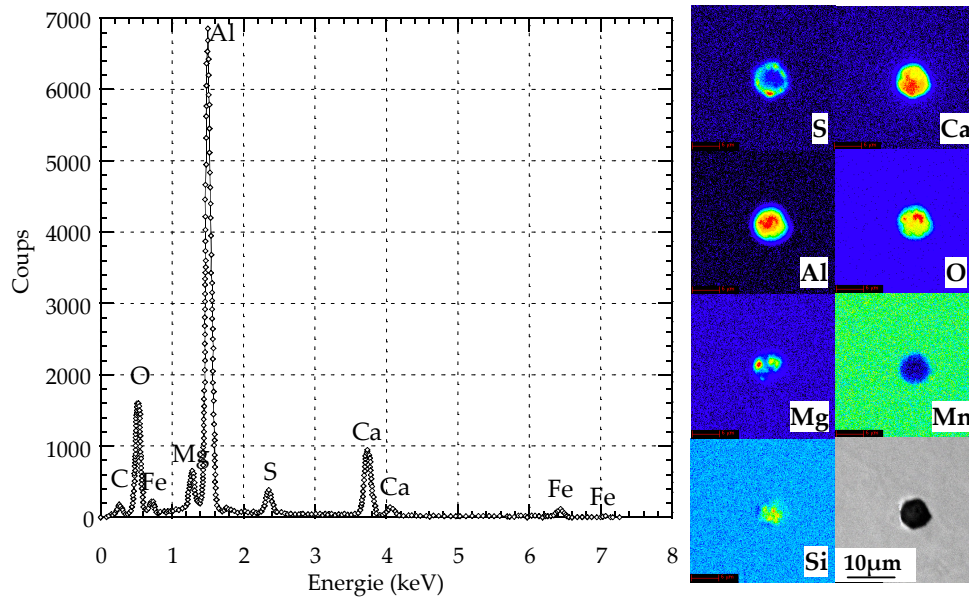


figure II. 7 : a) Spectre EDS d'une inclusion biphasée, b) Cartographies X d'une inclusion mixte d'oxydes (Al_2O_3 , CaO , MgO et SiO_2) et de sulfures (CaS).

1.1.3 Caractérisation inclusionnaire

La nature des inclusions a été déterminée par spectrométrie à dispersion d'énergie des rayons X sur un faciès de rupture ductile au MEB (pointés) (figure II. 7a) et au spectromètre à sélection de longueur d'onde des rayons X sur une coupe polie (cartographies à la microsonde de Castaing) (figure II. 7b). Les deux types d'analyse révèlent la présence :

- D'oxydes Al_2O_3 , CaO et MgO formés avant la solidification du métal (\varnothing 3 à 5 μm).
- De sulfures de calcium CaS formés par réaction secondaire sur CaO (\varnothing 3 à 5 μm).
- De nombreuses inclusions mixtes $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{CaS}$ et quelques oxydes mixtes à base d'aluminium et de silicium (SiO_2) (\varnothing 3 à 5 μm).
- De carbures de niobium de petite taille (\varnothing 500 nm)

Ces composés, moins déformables que les sulfures de manganèse, gardent une forme sphérique (facteur de forme moyen=1,2) sans orientation ni alignement préférentiels dans la direction du laminage.

Les observations sur la rupture par clivage du métal de base semblent montrer que l'amorçage se fait sur des inclusions, dans le cas des éprouvettes rompues après de très faibles déformations. Dans le but de modéliser la rupture du métal de base, on a donc cherché à évaluer sa teneur inclusionnaire ainsi que la distribution en taille des inclusions. Cette quantification est réalisée par analyse d'images grâce au système Péricolor. Une plage de 2,5mm×2,5mm sur un plan de type T-S à mi-épaisseur de la tôle a été analysée. Cette surface est balayée en automatique par des champs successifs de 50 μm ×50 μm . Tous les champs douteux sont validés manuellement. L'histogramme des sections interceptées des inclusions est donné à la figure II. 8. Le diamètre moyen des inclusions est de 2 μm ; leur nombre par unité de surface est de 92 inclusions/mm² (soit une fraction volumique d'environ 3,8.10⁻⁴).

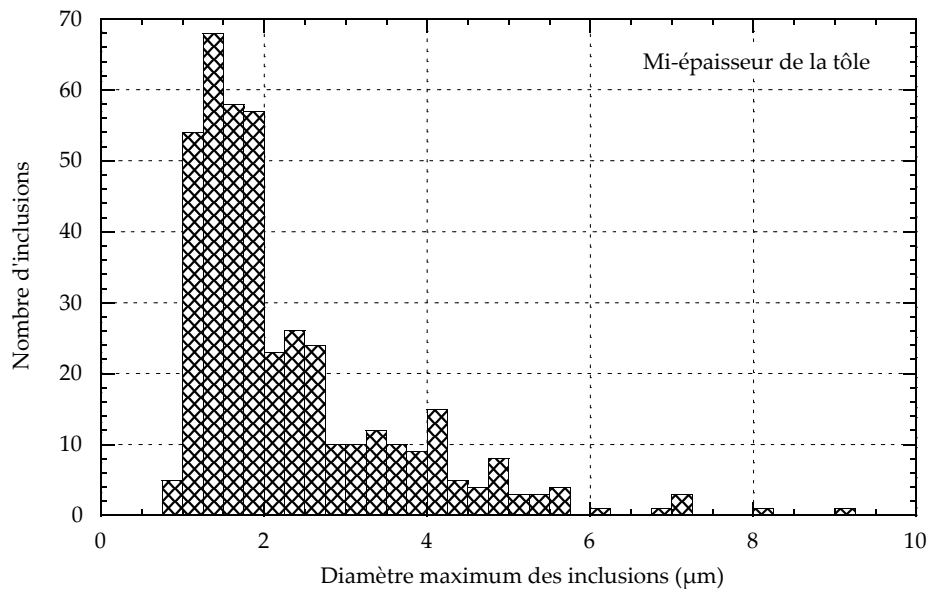


figure II. 8 : Histogramme de répartition du diamètre moyen des inclusions dans le métal de base, à mi-épaisseur.

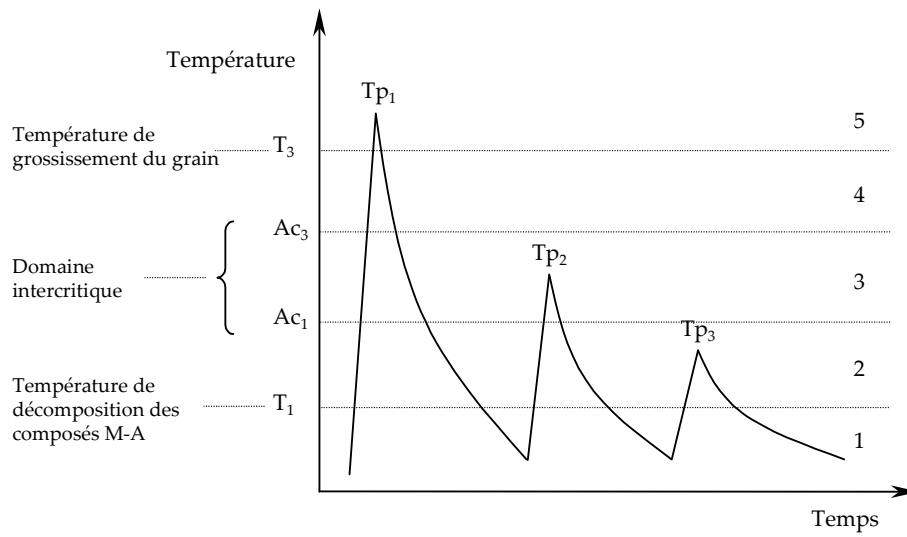


figure II. 9 : Exemple de cycle thermique du modèle de Devillers et Kaplan, d'après [DEV92].

Ac ₁ (métal de base)	Ac ₃ (métal de base)	Ac ₁ (CGHAZ)	Ac ₃ (CGHAZ)	T ₁	T ₃
745°C	940°C	730°C	940°C	450°C	1150°C

tableau II. 2 : Valeurs des isothermes caractéristiques du modèle de Devillers et Kaplan. $\dot{T}_{chauffage} = 520^{\circ}\text{C}/\text{s}$.

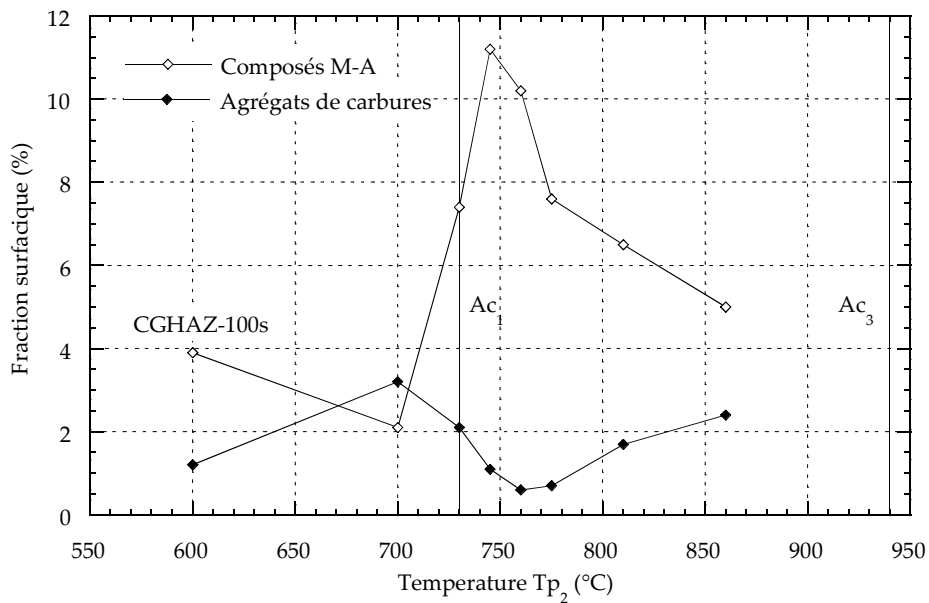


figure II. 10 : Influence de la température de réchauffage intercritique sur la teneur en composés M-A et en carbures formés.

1.2 Les Zones Affectées par la Chaleur

1.2.1 Schématisation de la ZAC, Modèle métallurgique

La ZAC d'un joint soudé multipasse est formée d'un continuum de structures métallurgiques complexe lié aux dépôts successifs des cordons de soudure (cf. Chapitre I). Néanmoins, de nombreuses études effectuées sur des ZAC simulées, en condition monopasse (un pic thermique), ou multi-passes (deux ou trois pics), conduisent à proposer certaines simplifications métallurgiques. Dans le modèle de Devillers et Kaplan [DEV92], l'échelle de températures atteintes dans la ZAC est divisée en cinq domaines (figure II. 9). Les quatre isothermes caractéristiques qui les délimitent correspondent :

- à la température de grossissement important du grain austénitique T_3 , auquel on associe souvent une chute de ténacité. Cette température T_3 dépend de la composition chimique de l'acier, ainsi que de la présence de précipités susceptibles de freiner la croissance du grain austénitique au chauffage (précipités dispersoïdes, nitrures de titane...).
- aux températures de début et de fin de transformation austénitique en condition de chauffage rapide Ac_1 et Ac_3 . Dans ce domaine intercritique, la baisse de ténacité est liée à la formation de composés Martensite-Austénite (M-A).
- à une température T_1 de restauration de la ténacité pour les microstructures ayant subi un passage fragilisant dans le domaine de température intercritique. Lorsque la température de troisième pic (Tp_3) est supérieure à T_1 , les composés M-A issus du traitement précédent sont décomposés en ferrite et carbures, et la ténacité s'en trouve améliorée.

1.2.2 Détermination des paramètres du modèle

Les températures caractéristiques du modèle (T_3 , Ac_1 , Ac_3 et T_1) ont été déterminées expérimentalement à l'IRSID et sont présentées au tableau II. 2.

Ac_1 et Ac_3 ont été mesurées par dilatométrie à partir d'une microstructure ferrito-perlitique et à partir d'une ZAC à gros grains, avec une vitesse de chauffe de 520°C/s proche des conditions réelles de soudage. Afin de mieux comprendre la transformation austénitique dans le domaine intercritique, l'influence de la température de réchauffage intercritique sur le pourcentage de composés M-A formés a été étudiée [JAN98] (figure II. 10). La courbe a une forme caractéristique « en cloche » : sur la partie croissante de la courbe, le pourcentage en M-A formé augmente avec le taux de transformation de la réaction $\alpha \rightarrow \gamma$. Sur la partie descendante de la courbe, il y a croissance des zones austénitiques au chauffage, meilleure répartition du carbone et donc diminution de la trempabilité de ces zones au refroidissement. Les observations métallurgiques d'I. Jankowski vont dans ce sens. La position du point Ac_1 déterminée par dilatométrie est cependant surprenante : il y a formation de composés M-A (donc transformation $\alpha \rightarrow \gamma$) avant $Ac_1=730^\circ\text{C}$. Plusieurs explications sont envisageables :

- La température de transformation locale, influencée par les teneurs locales en carbone dans les zones préférentielles de formation des M-A est inférieure au Ac_1 global mesuré par dilatométrie.
- L'imprécision sur la lecture de Ac_1 sur les courbes de dilatométrie (décollement de la courbe) est de l'ordre de 15°C.

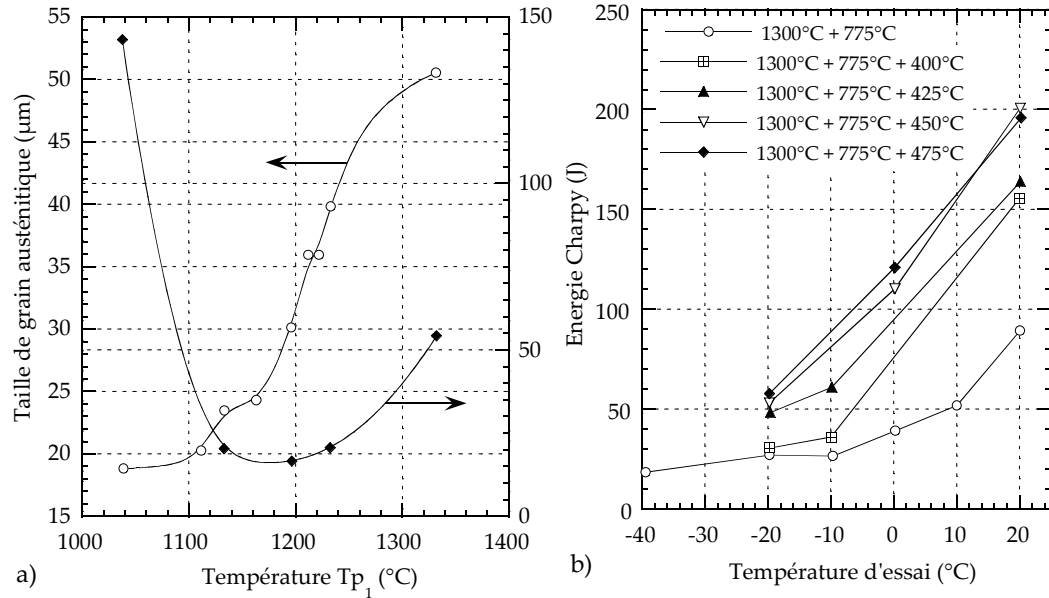


figure II. 11 : a) Détermination de la température de grossissement de grain T_3 ; b) Détermination de la température de restauration de ténacité T_1 , d'après [STU97]

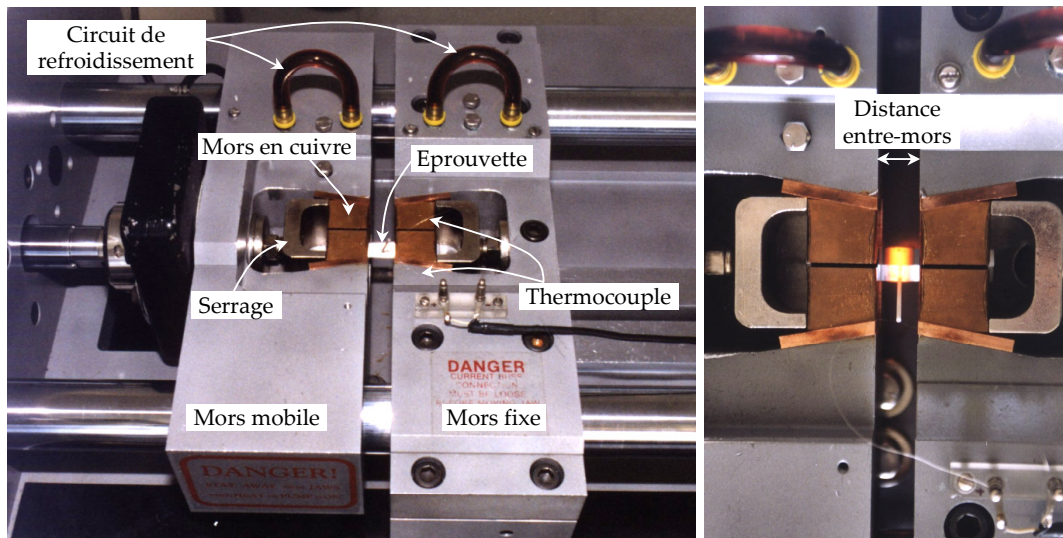


figure II. 12 : Machine de traitement thermomécanique Gleebler RPI 1500 à l'IRSID.

Chauffage	Puissance maximale	75kVA
	Fréquence du courant	50Hz
	Vitesse maximale de chauffe	8000°C/s
	Température maximale de chauffage	T_{fusion}
Refroidissement	Vitesse maximale de refroidissement par conduction	$\leq 300^\circ\text{C/s}$
	Vitesse maximale de refroidissement par gaz ou eau pulsés	$\leq 10000^\circ\text{C/s}$
Ebauches	Longueur maximale	550mm
	Section maximale	200mm ²

tableau II. 3 : Principales caractéristiques de la machine Gleebler RPI 1500

La température T_3 de grossissement de grain austénitique a été déterminée par Sturel [STU97] au moyen d'essais de résilience et de mesures de tailles de grains pour différents traitements thermiques monocycles (figure II. 11a). La température $T_3=1150^\circ\text{C}$ est associée à une transition en terme d'énergie de rupture et à un grossissement important du grain austénitique. La température $T_1=450^\circ\text{C}$ a également été estimée [STU97]. Pour cela, des simulations à 2 pics comprenant un traitement de grossissement de grain ($T_{p1}=1300^\circ\text{C}$) et un revenu intercritique fragilisant ont été réalisées. Un troisième pic de température maximale T_{p3} variable a ensuite été appliqué (figure II. 11b).

1.2.3 Structures simulées

Simulations thermiques

A cause de l'étroitesse (quelques millimètres) et de la nature hétérogène des ZAC, les caractérisations microstructurales et mécaniques sur ZAC réelle après soudage sont difficiles. Une technique de simulation des traitements thermiques de soudage a donc été utilisée. De nombreux auteurs ont montré que les essais sur ZAC simulées aboutissent au même classement de ténacité que ceux sur ZAC réelles, mais pas aux mêmes valeurs absolues [d'après DAV94]. En général, les résultats de ténacité sur simulations sont plus pessimistes, car une seule microstructure est échantillonnée, tandis qu'un gradient de microstructures est présent dans les ZAC réelles. Par ailleurs, la plupart des simulations ne rendent pas compte de la présence de contraintes résiduelles dans les joints réels. Pour autant, les essais sur ZAC simulées restent un moyen satisfaisant, économique et reproductible de caractérisation générale, de classement de ténacité et de compréhension des micro-mécanismes de rupture.

A l'IRSID, ces simulations sont réalisées sur une machine de traitement thermomécanique Gleeble RPI 1500 (figure II. 12), dont les principales caractéristiques sont fournies au tableau II. 3. Le chauffage se fait par effet Joule et le refroidissement par conduction naturelle dans les mors refroidis à l'eau. Le cycle thermique est piloté par un thermocouple Chromel-Alumel², et ajusté à la consigne à une fréquence de 100Hz. La zone homogène obtenue dépend de la distance entre les mors conducteurs de la machine. Elle peut être révélée par des mesures de dureté Vickers et vaut environ un tiers de la distance entre mors [MIC97]. Le traitement thermique est réalisé sur des ébauches (cylindriques ou parallélépipédiques) prélevées dans le sens travers long à mi-épaisseur de la tôle. Les éprouvettes d'essais mécaniques sont ensuite usinées, de telle sorte que leur zone utile (entaille, fissure...) soient situées à l'aplomb du thermocouple de contrôle, dans la zone homogène.

Choix des cycles thermiques

Pour les aciers modernes à haute limite d'élasticité, les microstructures de ZAC les plus dommageables correspondent le plus souvent à la zone à gros grains (CGHAZ) et à la zone à gros grains réchauffée dans le domaine de température intercritique (ICCGHAZ) (cf. Chapitre I). Dans le cas particulier de l'acier de l'étude, des essais de rupture sur structures Wide-Plate préfissurées le long de la ligne de fusion d'un joint soudé réel ont été réalisés [STU97, STU99]. Les 7 essais révèlent clairement les zones d'amorçage au niveau de l'isotherme A_c1 correspondant à la dernière passe de recouvrement. Microscopiquement, ces amorces coïncident avec la zone intercritique générée par le dernier cordon, et correspondent à une structure à gros grains relativement riche en îlots M-A grossiers (ICCGHAZ). Afin de comprendre l'influence de ces derniers, il semble par ailleurs intéressant de faire varier la fraction volumique et la taille des composés M-A dans la matrice bainitique.

² Les thermocouples Chromel-Alumel sont utilisés jusqu'à 1350°C dans les conditions particulières de chauffage et refroidissement rapides (i.e. sans temps de maintien à haute température). Au delà, ou pour des temps de maintien plus longs à température élevée, on utilise des thermocouples de platine – platine rhodié.

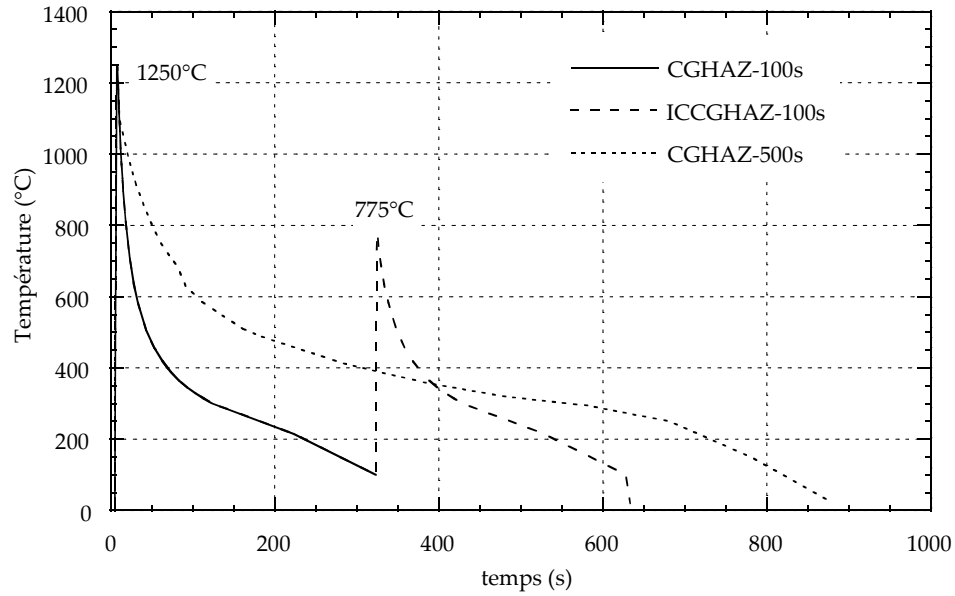


figure II. 13 : Cycles thermiques de simulation des Zones Affectées par la Chaleur.

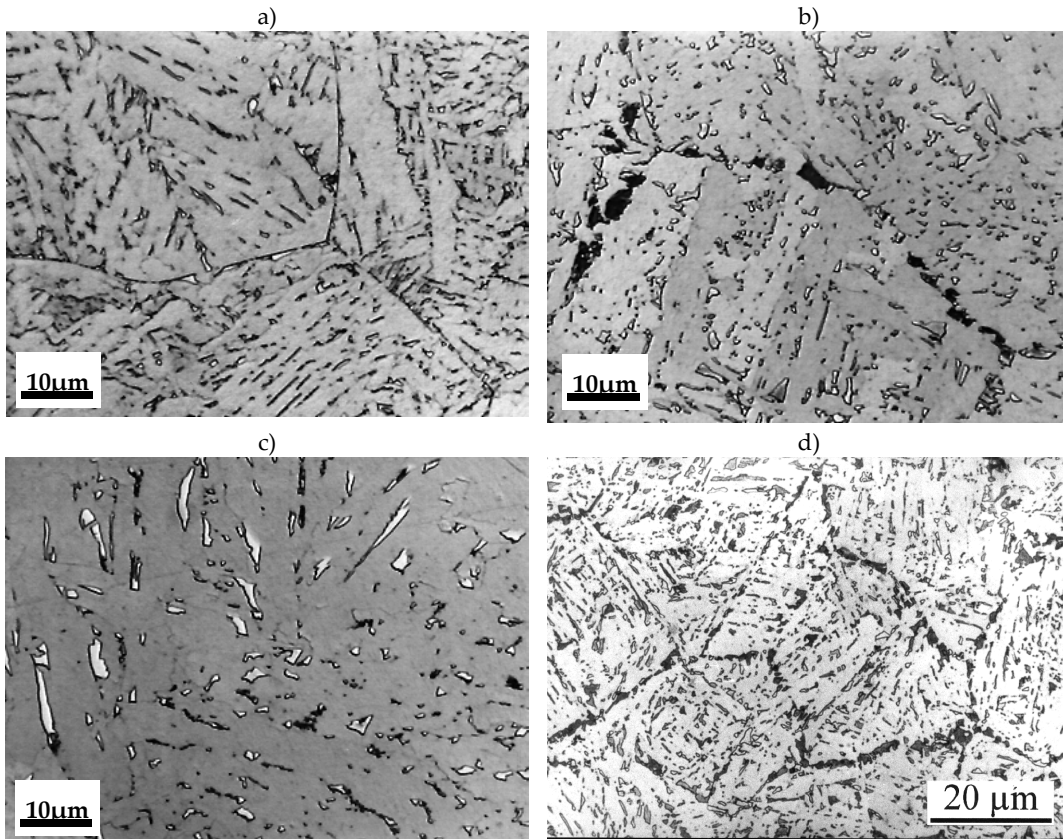


figure II. 14 : Micrographies optiques des microstructures de ZAC simulées après attaque métallographique au métabisulfite 1%. a) CGHAZ-100s : $T_{p1}=1250^{\circ}\text{C}$, $\Delta t_{700^{\circ}\text{C}/300^{\circ}\text{C}}=100\text{s}$; b) ICCGHAZ-100s : $T_{p1}=1250^{\circ}\text{C}$ + $T_{p2}=775^{\circ}\text{C}$, $\Delta t_{700^{\circ}\text{C}/300^{\circ}\text{C}}=100\text{s}$; c) CGHAZ-500s : $T_{p1}=1250^{\circ}\text{C}$, $\Delta t_{700^{\circ}\text{C}/300^{\circ}\text{C}}=500\text{s}$; d) M4 : $T_{p1}=1250^{\circ}\text{C}$ + $T_{p2}=745^{\circ}\text{C}$, $\Delta t_{700^{\circ}\text{C}/300^{\circ}\text{C}}=100\text{s}$.

Les deux microstructures, CGHAZ et ICCGHAZ, ont donc été retenues pour l'étude des mécanismes de rupture. La température maximale de la ZAC à gros grains est maintenue constante et supérieure à T_3 ($T_{p1}=1250^{\circ}\text{C}>T_3$). La température de réchauffage intercritique, $T_{p2}=775^{\circ}\text{C}$, est choisie de telle sorte que l'austénitisation partielle de CGHAZ conduise à une fraction surfacique élevée de composés M-A (cf. figure II. 10). Par ailleurs, la tendance actuelle étant d'augmenter les capacités de production et donc les énergies de soudage, l'effet d'une forte énergie de soudage sur la ténacité de la zone à gros grains est traité. Deux vitesses de refroidissement sont étudiées : $\Delta t^{700^{\circ}\text{C}/300^{\circ}\text{C}}=100\text{s}$ et 500s (ou $\Delta t^{800^{\circ}\text{C}/500^{\circ}\text{C}}=25\text{s}$ et 120s respectivement) ; elles correspondent respectivement à des énergies de soudage moyenne ($35\text{kJ}/\text{cm}^*$) et élevée ($100\text{kJ}/\text{cm}^*$).

Les trois cycles thermiques réalisés à partir du métal de base sont présentés à la figure II. 13 et au tableau II. 4. Ils ont été déterminés expérimentalement ainsi qu'à partir de modèles thermiques de soudage (cf. Chapitre I, figure I.9) et correspondent aux conditions du procédé SAW (Submerged Arc Welding) : tôle préchauffée à une température de 100°C , correspondant aussi à la température de maintien entre passes, vitesse moyenne de soudage de $70\text{cm}/\text{minute}$.

N.B. : Une quatrième microstructure de ZAC a été étudiée beaucoup plus brièvement (microstructure et résilience uniquement), et correspond à une zone à gros grains ($T_{p1}=1250^{\circ}\text{C}$) réchauffée dans le domaine intercritique à $T_{p2}=745^{\circ}\text{C}$, $\Delta t^{700^{\circ}\text{C}/300^{\circ}\text{C}}=100\text{s}$. Cette microstructure, choisie pour sa teneur très élevée en composés M-A (figure II. 10), sera désignée par la suite par « M4 ».

	Premier pic		Second pic	
	T_{p1} ($^{\circ}\text{C}$)	$\Delta t^{700^{\circ}\text{C}/300^{\circ}\text{C}}$ (s)	T_{p2} ($^{\circ}\text{C}$)	$\Delta t^{700^{\circ}\text{C}/300^{\circ}\text{C}}$ (s)
CGHAZ-100s	1250	100	-	-
ICCGHAZ-100s	1250	100	775	100
CGHAZ-500s	1250	500	-	-
M4	1250	100	745	100

tableau II. 4 : Détail des cycles thermiques de simulation des ZAC à gros grains et des ZAC intercritiques.

1.2.4 Microstructures

Ces microstructures seront étudiées plus en détail dans les chapitres III (Microstructures bainitiques) et IV (Etude des composés M-A).

Description générale des microstructures simulées

Les microstructures de ZAC simulées CGHAZ et ICCGHAZ sont principalement constituées de bainite supérieure, dont la microstructure est contrôlée par les conditions du premier cycle thermique (figure II. 14). CGHAZ-100s, ICCGHAZ-100s et M4 ont la même microstructure bainitique. Dans ces trois microstructures, l'héritage de l'ancien grain austénitique est assez marquée. La taille moyenne de ces grains (mesurée par la méthode des intercepts linéaires) est de $56\ \mu\text{m}$. La figure II. 14c présente la microstructure de la ZAC à gros grains correspondant à une énergie de soudage élevée (donc à une vitesse de refroidissement plus lente) révélée par une attaque au métabissulfite. Le long passage dans le domaine austénitique (au-dessus de Ar_3) provoque un grossissement important du grain austénitique ($\varnothing=76\ \mu\text{m}$); le refroidissement lent donne naissance à une bainite granulaire dans laquelle la structure en lattes est peu marquée.

L'examen en microscopie optique après attaque au métabissulfite révèle la présence de nombreuses secondes phases. N.B. : D'autres attaques sont présentées en annexe A. La zone à gros grains CGHAZ-100s est caractérisée par une microstructure de bainite en lattes comprenant une densité de carbures élevée. Outre les carbures répartis aux interfaces des lattes de ferrite, il existe de nombreux carbures (ou phases carburées) aux anciens joints de grains austénitiques. On remarque également la présence de quelques composés martensite – austénite (figure II. 14a). Ceux-ci résultent de la transformation incomplète de l'austénite en bainite lors du refroidissement.

* Pour une tôle d'épaisseur 40mm .

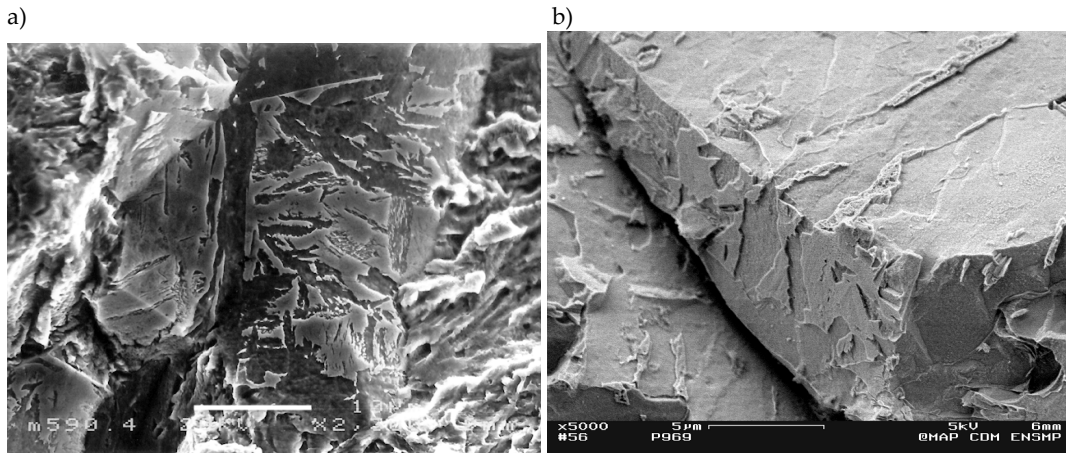


figure II. 15 : a) Faciès de préfissuration par fatigue d'une éprouvette de flexion 3 points de CGHAZ 100s. L'attaque Villela permet de révéler les composés M-A situés aux anciens joints de grains austénitiques dans les zones de rupture intergranulaire. Le trait représente 10µm. b) Faciès de rupture d'une éprouvette de flexion 4 points rompue à -196°C . ZAC ICCGHAZ-100s. L'attaque Villela permet d'appréhender la géométrie tridimensionnelle des composés M-A.

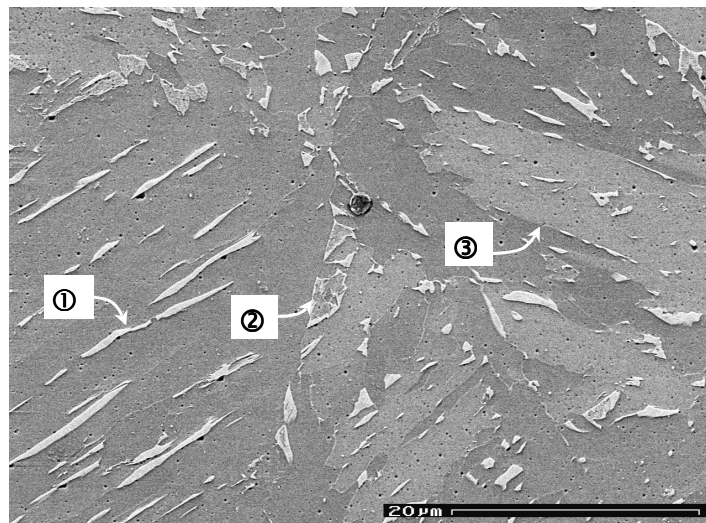


figure II. 16 : Micrographie MEB-FEG de la microstructure ICCGHAZ-100s, après une attaque colorante au réactif Klemm. ① Composé d'austénite résiduelle interlatte, ② Composé mixte Martensite-Austénite situé sur l'ancien joint de grain austénitique, ③ Joint de paquet bainitique.

Sur un faciès de fatigue intergranulaire attaqué, on remarque la présence de larges plages en relief qui ont la forme de « galettes » de faible épaisseur ($<1\mu\text{m}$), étalées sur la surface de l'ancien grain austénitique, et dont la largeur varie de 5 à $20\mu\text{m}$ (figure II. 15). Ces plages semblent correspondre à des composés M-A.

Les ZAC intercritiques ICCGHAZ-100s et M4 contiennent beaucoup plus de composés M-A que CGHAZ-100s (figure II. 14b et d). Ces composés proviennent de la germination et de la croissance de l'austénite à partir des carbures et des composés M-A pré-existants durant le réchauffage intercritique. Ils sont donc situés aux anciens joints de grains austénitiques et aux interlattes de bainite. Les composés M-A disposés aux anciens joints de grains sont massifs (leur taille varie de $0,5\mu\text{m}$ à quelques microns) et forment un réseau quasi-continu « en collier ». Entre les lattes de bainite, les M-A sont fins et allongés. L'observation par Microscopie Électronique à Balayage en haute résolution et sous très basse tension d'accélération (1kV) a permis d'étudier la répartition et la morphologie des différents composés (martensite, austénite, composés mixtes martensite-austénite) au sein de l'ancien grain austénitique (figure II. 16) :

- Les composés massifs sont principalement situés aux anciens joints de grains austénitiques et sont le plus souvent composés de martensite, ou de martensite et d'austénite. Certains des composés de petite taille peuvent également être constitués d'austénite.
- Au contraire, les composés allongés entre les lattes de bainite sont presque exclusivement constitués d'austénite résiduelle. De la cémentite interlatte est souvent associée à ces composés. Cette tendance peut s'expliquer par l'effet stabilisant d'une teneur en carbone plus élevée et/ou par l'effet de confinement dans l'austénite résiduelle interlatte.

Dans le cas de la ZAC CGHAZ-500s, on remarque la présence de gros composés de seconde phase (de 1 à quelques microns) répartis de manière assez homogène dans l'ancien grain γ (figure II. 14c). Ces composés sont surtout constitués d'austénite. Ils sont parfois décomposés en carbures ou perlite. Le refroidissement lent permet en effet de stabiliser l'austénite par un enrichissement en carbone et d'éviter une trempe éventuelle de ces zones en martensite. On remarque plus rarement la présence de quelques composés mixtes martensite-austénite.

Comparaison avec les ZAC réelles

Les microstructures de ZAC simulées ont été comparées à celles observées sur joint réel, dans le cas d'une énergie de soudage de 35kJ/cm (figure II. 17). Les microstructures bainitiques en lattes « réelles » sont bien reproduites par les cycles de simulation : même taille d'ancien grain austénitique, même répartition des carbures pour la ZAC CGHAZ-100s. La ZAC intercritique « réelle » contient en revanche moins de composés M-A que la ZAC simulée, mais on retrouve la morphologie « en collier » mentionnée au paragraphe ci-dessus.

Quantité de composés M-A

Le dosage des composés M-A a été effectué par analyse d'images au microscope électronique à balayage. L'attaque Villela permet de déterminer la fraction surfacique des composés M-A et des carbures.

La microstructure ICCGHAZ-100s contient 8,2 % de composés M-A et carbures, contre seulement 4,5% pour la microstructure CGHAZ-100s. La plupart de ces composés sont sous forme de carbures dans la microstructure CGHAZ-100s. CGHAZ-500s contient 6,0% d'îlots M-A et carbures. L'histogramme de distribution des tailles des composés M-A montre que ces derniers sont plus gros dans ICCGHAZ-100s et CGHAZ-500s que dans CGHAZ-100s (figure II. 18).

Le taux d'austénite résiduelle a été déterminé par sigmamétrie et par diffraction des rayons X, sur le diffractomètre D5000 de Siemens en géométrie classique $\theta/2\theta$ [OLI98] (tableau II. 5).

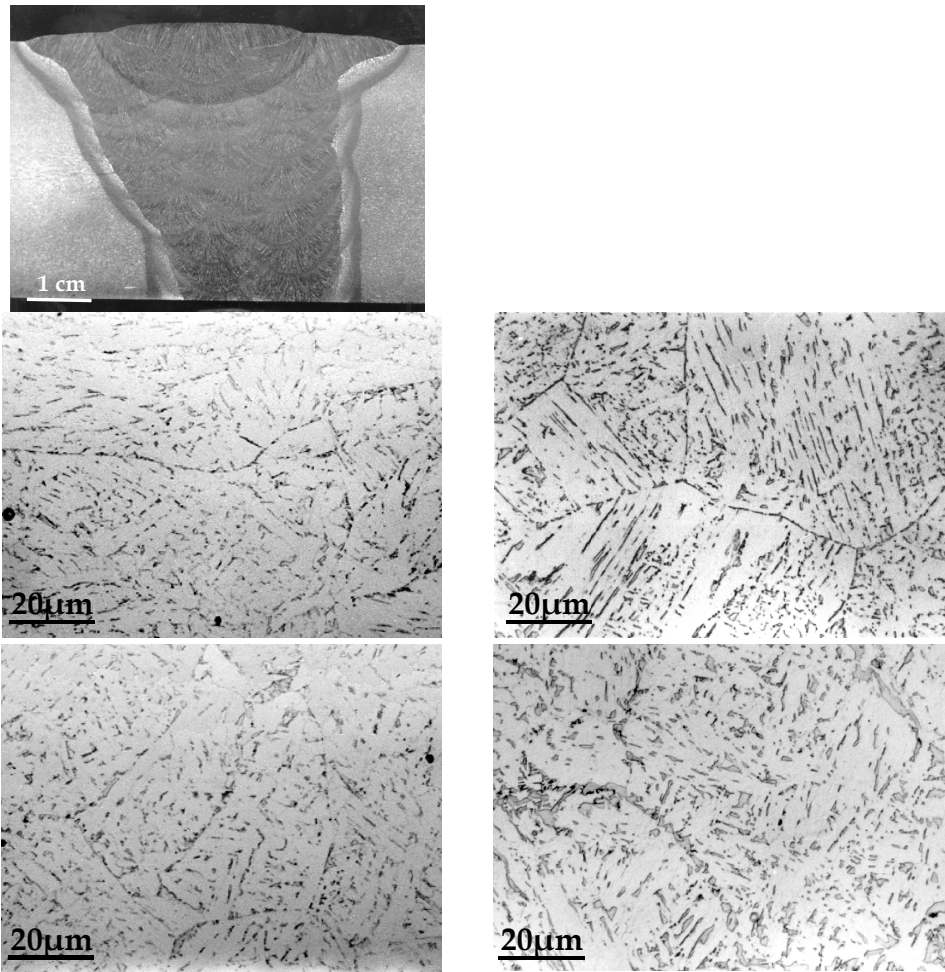


figure II. 17 : Microstructures de ZAC réelles et simulées (Microscopie optique, attaque Villela) : a) CGHAZ-100s réelle, b) CGHAZ-100s simulée, c) ICCGHAZ-100s réelle, d) ICCGHAZ-100s simulée

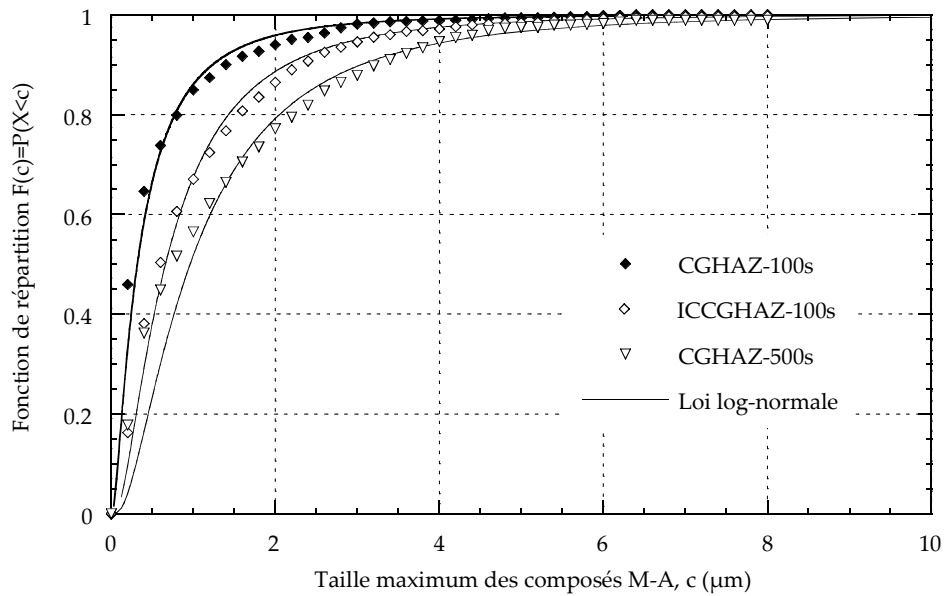


figure II. 18 : Fonctions de distribution des composés M-A et des carbures, déterminées par analyse d'images.

	CHGAZ-100s	ICCGHAZ-100s	CGHAZ-500s
%M-A + carbures	4,5	8,2	6,0
Feret maximal moyen M-A + carbures (μm)	0,6	1,0	1,3
Feret minimal moyen M-A + carbures (μm)	0,2	0,4	0,6
% austénite résiduelle (Données RX)	$2,3\pm 0,5$	$4,2\pm 0,3$	$4\pm 0,4$
% austénite résiduelle (Sigmamétrie)	≈ 2	≈ 5	≈ 5

tableau II. 5 : Résultats des mesures quantitatives des composés de secondes phases (carbures, M-A, austénite résiduelle) par analyse d'images, par sigmamétrie (cf. annexe A) et diffraction des rayons X.

Dans le cas particulier de la microstructure ICCGHAZ-100s, on montre quantitativement que les composés M-A intragranulaires sont plus allongés que ceux situés aux anciens joints de grains austénitiques [ORA00] (figure II. 19).

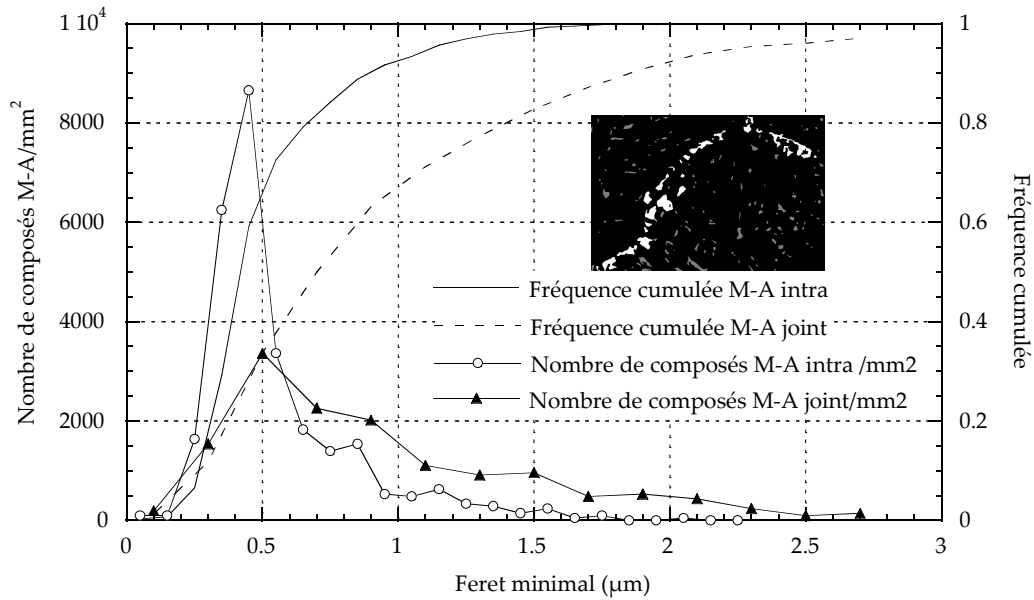


figure II. 19 : Histogrammes et fréquences cumulées des composés M-A intragranulaires et aux joints de grains austénitiques dans la microstructure ICCGHAZ-100s

Microstructure	Rp _{0.2} ou Re ₁ (MPa)	R _m (MPa)	Ap (%)	A (%)	Z (%)	n	Dureté (HV10)	R _m / Rp _{0.2}
Métal de base	433	534	2,95	22	77	0,186	168	1,23
CGHAZ-100s	586	696	-	22	82	0,079	225	1,19
ICCGHAZ-100s	534	687	-	24,5	73	0,12	203	1,28
CGHAZ-500s	481	619	-	25,5	78	0,14	184	1,29

tableau II. 6 : Propriétés en traction du métal de base et des ZAC à 20°C
(Sens travers long, mi-épaisseur, 10⁻³s⁻¹).

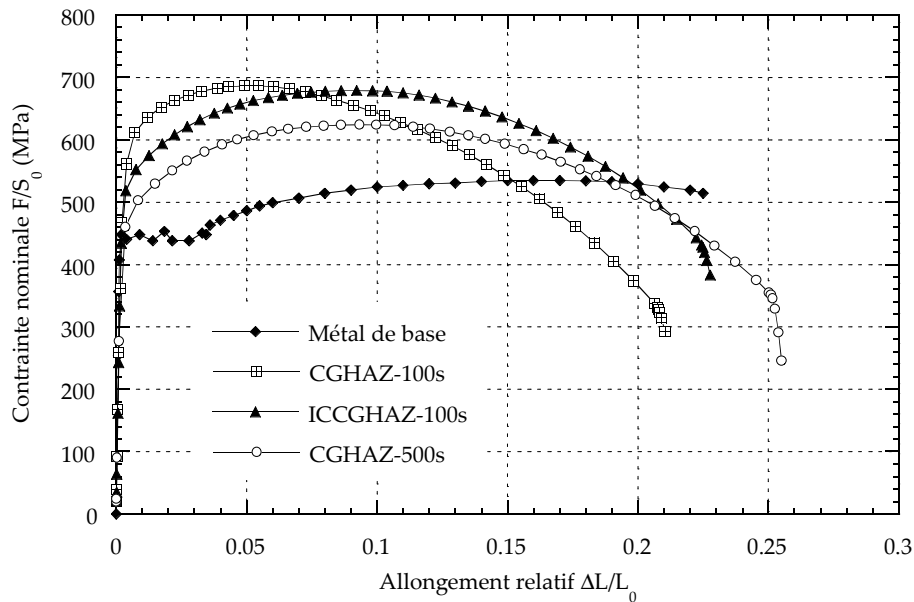


figure II. 20 : Courbes conventionnelles de traction du métal de base et des ZAC à 20°C (Sens travers long, mi-épaisseur, 10⁻³s⁻¹)

2 Propriétés mécaniques et ténacité

2.1 Procédures expérimentales

Les comportements en traction du métal de base et des ZAC ont été déterminés par des essais quasi statiques sur des éprouvettes lisses à des températures variant de -196°C à l'ambiante. Des essais Charpy ont été réalisés sur éprouvettes entaillées en V dans le but de déterminer les courbes de transition en résilience des différents matériaux. Des essais sur éprouvettes axisymétriques entaillées ont été réalisés à différentes températures (de -196°C à 20°C) afin d'étudier les mécanismes de rupture et déterminer les paramètres de l'approche locale de la rupture fragile, m et σ_u . Des géométries de flexion 4 points entaillées ont été testées dans le but de mesurer les contraintes critiques de clivage. Des éprouvettes de flexion 3 points fissurées ($B=10\text{mm}$, $W=20\text{mm}$, $a/W=0,5$) ont permis de déterminer la ténacité (CTOD et K_{Ic}) des différentes microstructures. Toutes les éprouvettes (traction, Kcv et AE) sont prélevées à mi-épaisseur, dans le sens travers de la tôle. Les géométries de ces éprouvettes sont présentées en annexe B. Pour les ZAC simulées, l'usinage est réalisé après les traitements thermiques sur ébauches.

2.2 Caractéristiques de traction

La caractérisation et les lois de comportement des différentes microstructures ont été établies à partir d'essais de traction quasi-statique à différentes températures (de -196°C à 20°C). Pour le métal de base, des éprouvettes de diamètre 5mm ont été utilisées (TB5). Pour les structures simulées, des mini-éprouvettes de diamètre 2,5mm (ELT10) et de longueur de base 10mm ont été prélevées dans les ébauches traitées à la machine Gleeble. Pour ces éprouvettes, la distance entre-mors utilisée lors des traitements Gleeble est de 30mm, ce qui garantit une zone homogène dans toute la zone utile de l'éprouvette ELT10 ($\approx 10\text{mm}$).

Ces essais ont été réalisés sur une machine de traction électromécanique ZWICK de 200kN, équipée d'une enceinte cryostatique refroidie par un gaz d'azote. Le débit d'azote est régulé par une électrovanne en fonction de la température de consigne et de la température de l'éprouvette, mesurée par un thermocouple Chromel-Alumel soudé sur son fût. On impose le déplacement de la traverse de manière à obtenir une vitesse de déformation quasi-statique de 10^{-3}s^{-1} . Les différentes caractéristiques mécaniques conventionnelles sont définies en début de manuscrit.

Les propriétés de traction du métal de base déterminées à la température ambiante sont présentées au tableau II. 6. Les courbes conventionnelles présentent un crochet de traction suivi d'un palier assez marqué ($A_p \approx 3$ à 6%) correspondant à la déformation plastique hétérogène du fût de l'éprouvette lors de la propagation des bandes de Piobert-Lüders (figure II. 20). L'apparition de ce palier est un phénomène physique lié à la formation d'atmosphères de Cottrell (ancrage des dislocations par les atomes interstitiels), mais qui dépend de la géométrie de la structure (longueur utile de l'éprouvette notamment).

Les effets des cycles thermiques de soudage sur les propriétés en traction sont résumés dans le tableau II. 6. Du fait de la trempé bainitique, la résistance à la traction des ZAC simulées est supérieure à celle du métal de base (figure II. 20). Par ailleurs, la limite d'élasticité et la résistance à la traction décroissent quand le critère de refroidissement $\Delta T_{700^{\circ}\text{C}/300^{\circ}\text{C}}$ augmente. Ceci peut s'expliquer par l'affinement de la microstructure (loi de Hall et Petch) et des paquets bainitiques plus gros dans la microstructure CGHAZ-500s que dans les microstructures CGHAZ-100s et ICCGAZ-100s. La capacité d'érouissage des ZAC simulées (à l'exception de CGHAZ-100s), mesurée par le rapport $R_m/R_{p0,2}$, est plus élevée que dans le métal de base. Ceci pourrait être attribué à un effet de plasticité induite par la transformation martensitique sur la limite d'élasticité (effet TRIP), puisque l'on n'observe pas de plateau de Lüders sur les ZAC simulées. La transformation de l'austénite en martensite induite par la déformation a été mise en évidence (cf. chapitre IV). Elle est cohérente avec la ductilité élevée de ces microstructures à température ambiante.

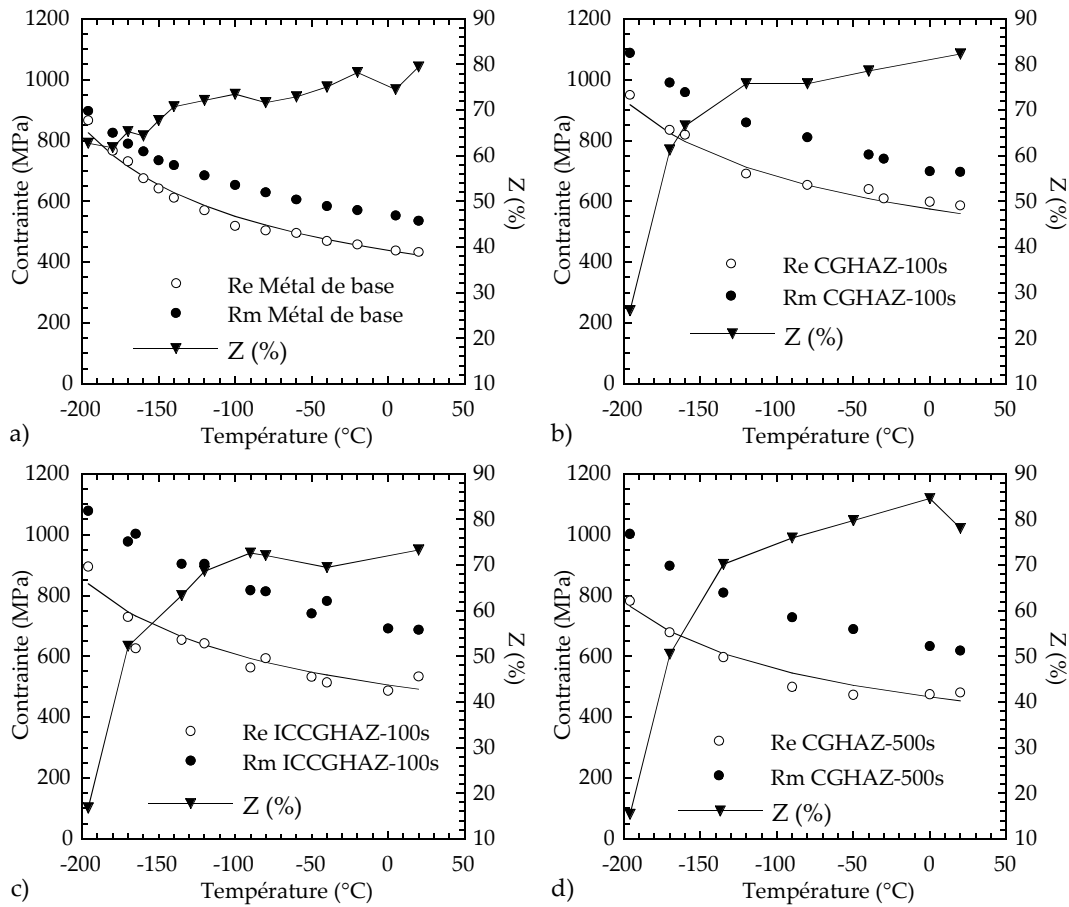


figure II. 21 : Evolution de la limite d'élasticité (Re_i ou $Rp_{0,2}$), de la résistance à la traction (Rm) et du taux de réduction d'aire à rupture (Z) en fonction de la température : a) Métal de base, b) CGHAZ-100s, c) ICCGHAZ-100s, d) CGHAZ-500s. (Chaque point correspond à une moyenne de 2 à 4 essais)

	a	b	$\dot{\epsilon}$ (s^{-1})
Métal de base	4,5	-0,53	10^{-3}
CGHAZ-100s	4,04	-0,367	10^{-3}
ICCGHAZ-100s	4,21	-0,438	10^{-3}
CGHAZ-500s	4,07	-0,405	10^{-3}

tableau II. 7 : Paramètres d'ajustement de la loi de Zener-Hollomon pour les différentes microstructures.

La figure II. 21 présente l'évolution de la limite d'élasticité R_e , de la résistance à la traction R_m et du taux de réduction d'aire à rupture Z en fonction de la température d'essai. Les évolutions de $R_e(T)$ et $R_m(T)$ peuvent être ajustées par une loi de Zener-Hollomon [ZEN94] basée sur une équivalence entre la température et la vitesse de déformation :

$$R_e = 10^a \cdot \left[T \cdot \log_{10} \left(\frac{10^8}{\dot{\epsilon}} \right) \right]^b \quad \text{Eq. II. 1}$$

où a et b sont des constantes,
 T est la température (K)
 $\dot{\epsilon}$ est la vitesse de déformation (s^{-1})

Les résultats des ajustements des coefficients a et b sont donnés au tableau II. 7. Les caractéristiques conventionnelles ainsi que les courbes de chargement à différentes températures sont détaillées en annexe B.

Des lois de comportement ont été identifiées à partir de ces essais pour des utilisations ultérieures dans les calculs par éléments finis à différentes températures. Le comportement élasto-plastique des ZAC est décrit par :

- un domaine élastique défini par $E=210000\text{MPa}$ et $\nu=0,3$
- un domaine élasto-plastique défini par la limite d'élasticité du matériau R_0 et un écrouissage constitué de deux composantes isotropes :

$$\sigma = R_0 + Q_1 \cdot (1 - e^{-b_1 \epsilon_p}) + Q_2 \cdot (1 - e^{-b_2 \epsilon_p}) \quad \text{Eq. II. 2}$$

Le premier terme d'écrouissage (variables Q_1 et b_1) ajuste la courbe de traction aux déformations élevées tandis que le second (variables Q_2 et b_2) ajuste la courbe aux faibles déformations. Le terme R_0 n'est pas ajusté : il est fixé égal à la limite d'élasticité expérimentale. Les quatre paramètres ajustables Q_1 , b_1 , Q_2 et b_2 sont déterminés par une méthode itérative à l'aide de l'optimiseur ZéBuLoN 8.0. Les résultats de ces ajustements sont présentés à la figure II. 22 et sont détaillés en annexe B.

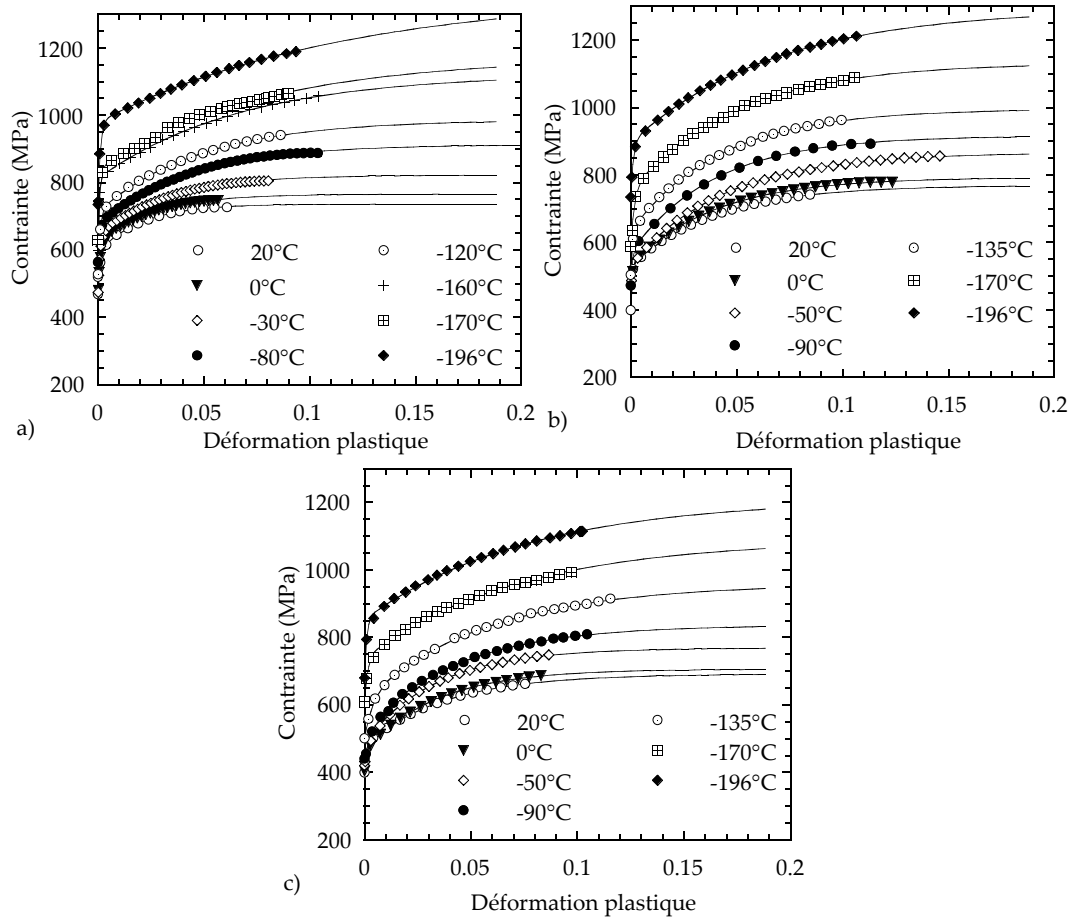


figure II. 22 : Résultats des ajustements des lois de comportement à partir des essais de traction sur les ZAC à différentes températures. a) CGHAZ-100s, b) ICCGAZ-100s, c) CGHAZ-500s. Les symboles et les traits continus correspondent respectivement aux courbes expérimentales et aux ajustements.

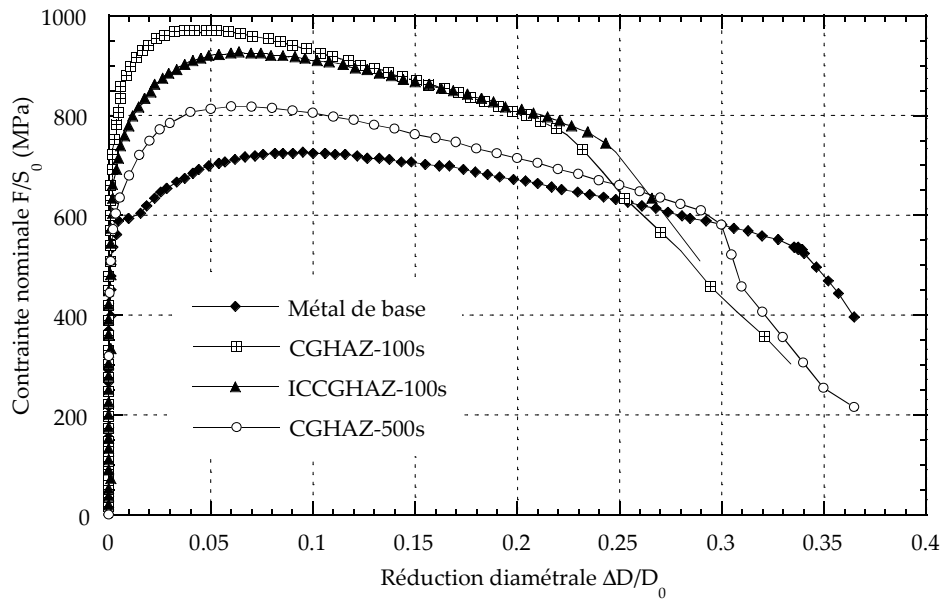


figure II. 23 : Courbes de chargement à 20°C obtenues sur éprouvettes AE4-50. Métal de base et ZAC.

2.3 Traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées

Dans le cadre de l'approche locale de la rupture, développée depuis la fin des années 70, les caractéristiques de l'endommagement ductile et fragile sont classiquement déterminées à partir d'essais sur éprouvettes axisymétriques entaillées (AE). Ces éprouvettes permettent de solliciter un volume important de matière dans un champ de contrainte-déformation relativement homogène comparé au cas des structures fissurées, tout en élevant le niveau général des contraintes. Leur propriété d'axisymétrie autorise par ailleurs une modélisation bidimensionnelle simple, rapide et néanmoins relativement proche de la réalité tridimensionnelle.

L'analyse mécanique de ces éprouvettes faite par Bridgman suppose que les déformations radiales et tangentielles sont égales et uniformes dans la section minimale ($z=0$), et que les isostatiques sont des cercles. Sous ces hypothèses, on peut déterminer analytiquement le profil des contraintes dans la section minimale (figure II. 24).

Les calculs par éléments finis montrent que pour les faibles rayons d'entaille, la triaxialité et la déformation plastique sont maximales au centre de l'éprouvette. En revanche, pour des entailles aiguës (ou en début de chargement), la déformation est maximale au fond de l'entaille.

Quatre géométries d'éprouvettes ont été utilisées, qui diffèrent par leur rayon en fond d'entaille R : AE10-50 (uniquement pour le métal de base), AE4-50, AE2-50, AE0,2-50 (uniquement pour les ZAC). Ces éprouvettes AE sont homothétiques à l'échelle $\frac{1}{2}$ des éprouvettes plus couramment utilisées (cf. annexe B). Leur taux de triaxialité, défini par le rapport de la contrainte moyenne hydrostatique sur la contrainte moyenne équivalente, varie au cours du chargement et vaut en moyenne 1,4 pour une éprouvette AE4-50 et 1,7 pour une éprouvette AE2-50.

Les essais sont dépouillés en termes de déformation moyenne et contrainte axiale moyenne, définies par :

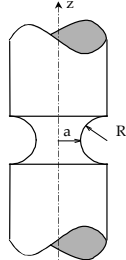
$$\varepsilon_{\text{moy}} = 2 \cdot \ln \left(\frac{\phi_0}{\phi} \right) \quad \text{Eq. II. 3}$$

$$\sigma_{\text{moy}} = \frac{4 \cdot F}{\pi \phi^2} \quad \text{Eq. II. 4}$$

où ϕ_0 est le diamètre initial de l'éprouvette, ϕ est le diamètre courant (mesuré par un capteur diamétral placé sur la section minimale de l'éprouvette) et F est la charge mesurée.

Les courbes de chargement $\sigma_{\text{moy}} = f(\varepsilon_{\text{moy}})$ à 20°C sont présentées à la figure II. 23. L'évolution de ces courbes avec la température est détaillée en annexe B.

La déformation à rupture ε_r est définie comme la déformation moyenne pour laquelle la macro-fissure commence à se propager. Sur les courbes de chargement à 20°C, ce point correspond au changement brutal de pente.

$$\begin{cases} \sigma_{rr} = \sigma_{\theta\theta} = \sigma_{\text{eq}} \cdot \ln \left(1 + \frac{a^2 - r^2}{2aR} \right) \\ \sigma_{zz} = \sigma_{\text{eq}} \cdot \left(1 + \ln \left(1 + \frac{a^2 - r^2}{2aR} \right) \right) \\ \frac{\sigma_m}{\sigma_{\text{eq}}} = \frac{1}{3} + \ln \left(1 + \frac{a^2 - r^2}{2aR} \right) \end{cases}$$


The diagram shows a cross-section of a notched tensile specimen. A vertical dashed line represents the z-axis, and a horizontal dashed line represents the r-axis. The specimen has a central neck with a minimum diameter of 2a. The radius of the fillet transition is R. The diagram illustrates the stress distribution across the neck, with shaded regions indicating the stress profile.

figure II. 24 : Analyse des éprouvettes axisymétriques entaillées par Bridgman.

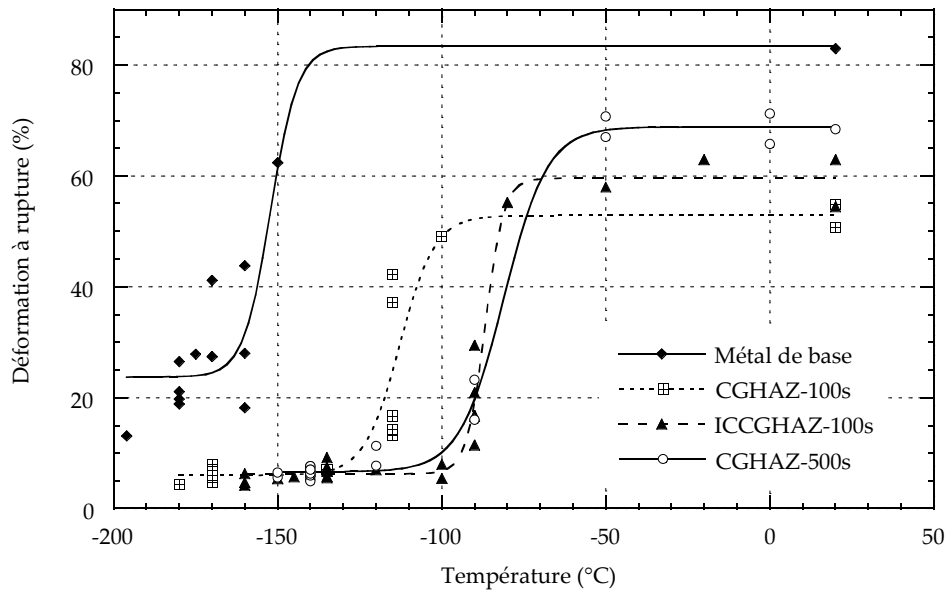


figure II. 25 : Courbes de transition obtenues sur les éprouvettes AE4-50, exprimées en termes de déformation moyenne à rupture.

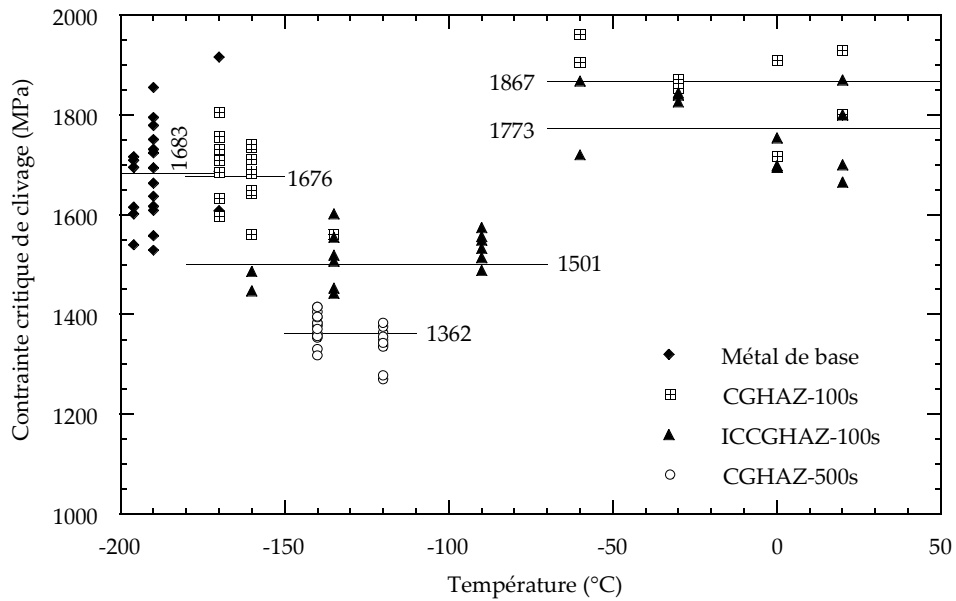


figure II. 26 : Contraintes critiques de clivage déterminées par le calcul par éléments finis des différentes éprouvettes axisymétriques entaillées, et évolution avec la température.

La figure II. 25 représente les déformations à rupture d'éprouvettes AE4-50 pour les différentes microstructures en fonction de la température d'essai. Les courbes de transition sont ajustées en utilisant l'algorithme de Levenberg-Marquardt par une fonction de la forme :

$$\epsilon_r = m_1 + m_2 \times \tanh\left(\frac{T - m_3}{m_4}\right) \quad \text{Eq. II. 5}$$

où m_i sont des constantes à identifier.

Les courbes de transition fragile-ductile montrent l'effet défavorable des traitements thermiques de soudage sur la ductilité de ces matériaux. Cet effet est d'autant plus marqué pour la ZAC intercritique et CGHAZ-500s. La perte de ductilité se caractérise par un décalage de la température de transition : $\approx +40^\circ\text{C}$ pour CGHAZ-100s, $\approx +70^\circ\text{C}$ pour ICCGHAZ-100s et CGHAZ-500s, par rapport au métal de base. Elle se caractérise également par une baisse de la déformation moyenne sur le plateau fragile ($\approx 80\%$). Sur le plateau supérieur, en revanche, les microstructures ICCGHAZ-100s et CGHAZ-500s sont plus ductiles que CGHAZ-100s, ce qui confirme les résultats déjà obtenus sur les éprouvettes lisses (cf. figure II. 20), et suggère la possibilité d'un effet « TRIP ».

L'utilisation de différents rayons d'entaille permet de mettre en évidence l'effet du taux de triaxialité des contraintes sur les déformations à rupture. Les quelques essais réalisés permettent de dégager la tendance suivante : plus la triaxialité augmente, plus la déformation à rupture est faible.

Les contraintes critiques de clivage ont été déterminées à partir des calculs par éléments finis des éprouvettes axisymétriques entaillées (figure II. 26 et tableau II. 8). La contrainte critique de clivage est définie comme la plus grande contrainte principale calculée au point de Gauss pour l'incrément correspondant à la déformation à rupture expérimentale. Trois tendances se dégagent de ces résultats :

1. A basse température (AE4-50 et AE2-50), les contraintes critiques de clivage du métal de base et de CGHAZ-100s sont comparables, tandis que celles de ICCGHAZ-100s et CGHAZ-500s sont nettement inférieures. Il semble donc que la plus grande fragilité de CGHAZ-100s par rapport au métal de base soit due à un durcissement du matériau (σ_y plus élevée) plutôt qu'à une ténacité plus faible (à σ_y donnée). Les ZAC ICCGHAZ-100s et CGHAZ-500s sont « intrinsèquement » plus fragiles (i.e. ténacités plus faibles à σ_y donnée).
2. De -196°C à -80°C , les contraintes critiques de clivage semblent indépendantes de la température.
3. Les contraintes critiques déterminées à partir d'essais sur éprouvettes AE0,2-50 à plus haute température (de -60°C à 20°C) sont significativement plus élevées (bien que le mode de rupture soit du clivage pur). Ces résultats mettent en évidence la possibilité d'un changement de mécanisme de rupture avec la température et/ou le taux de triaxialité (cf. Chapitre V).

	Total		Basse température		Haute température	
	$\bar{\sigma}_c$ (MPa)	Ecart type (MPa)	$\bar{\sigma}_c$ (MPa)	Ecart type (MPa)	$\bar{\sigma}_c$ (MPa)	Ecart type (MPa)
Métal de base	1683	98	1683	98	-	-
CGHAZ-100s	1735	115	1676	73	1868	78
ICCGHAZ-100s	1617	156	1501	76	1773	30
CGHAZ-500s	1362	35	1362	35	-	-

tableau II. 8 : Valeurs des contraintes critiques moyennes et des écarts types, dans les cas où (i) toutes les éprouvettes sont prises en compte, (ii) seules les éprouvettes rompues à basses températures (i.e. $< -80^\circ\text{C}$) sont prises en compte, (iii) seules les éprouvettes rompues à hautes températures sont prises en compte ($\geq -60^\circ\text{C}$).

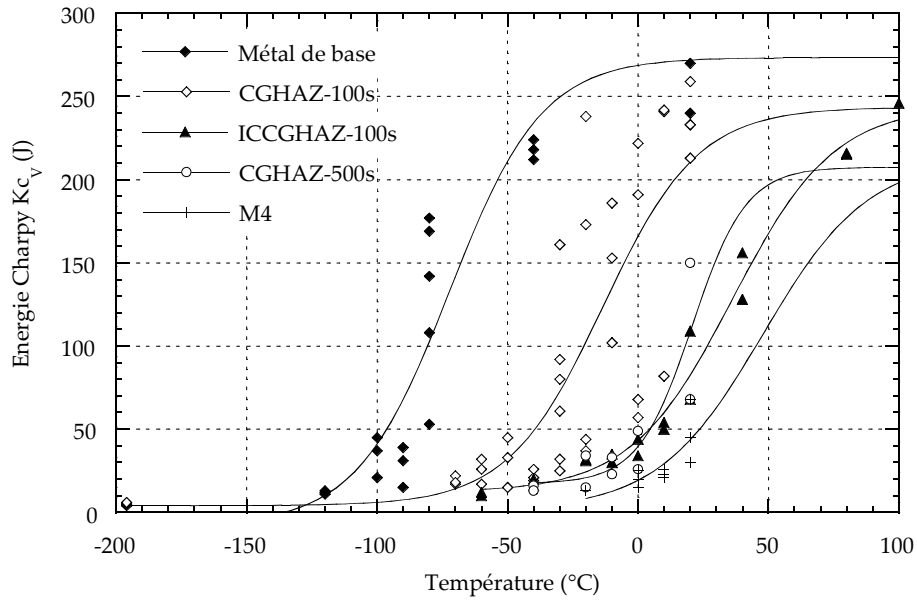


figure II. 27 : Courbes de transition en résilience du métal de base et des différentes ZAC

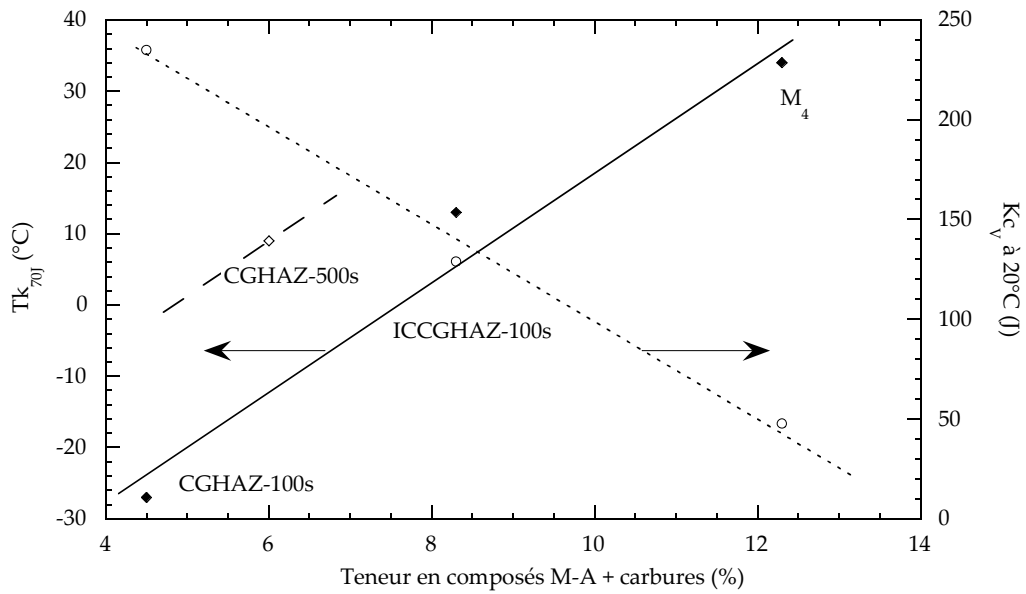


figure II. 28 : Influence de la teneur en composés M-A sur l'énergie Charpy à 20°C et sur la température TK70J

2.4 Courbes de transition de résilience

Les courbes de transition de résilience (figure II. 27) montrent l'effet néfaste des traitements thermiques de soudage sur la température de transition fragile-ductile. Réchauffage intercritique et refroidissement lent détériorent tous deux les propriétés à l'impact, l'un jouant essentiellement sur les composés M-A, l'autre sur les tailles des paquets bainitiques et des anciens grains austénitiques :

- $TK_{28J} = -100^{\circ}C$ pour le métal de base
- $TK_{28J} = -40^{\circ}C$ pour CGHAZ-100s
- $TK_{28J} = -15^{\circ}C$ pour ICCGHAZ-100s
- $TK_{28J} = -15^{\circ}C$ pour CGHAZ-500s
- $TK_{28J} = +10^{\circ}C$ pour M4

Les résultats sur la microstructure CGHAZ-100s sont très dispersés. La courbe de transition de résilience fait en particulier apparaître une bimodalité de rupture dans le début du domaine de transition : des résiliences élevées correspondant à un Tk_{28J} de $-40^{\circ}C$ et des ruptures beaucoup moins énergétiques, très semblables à celles observées pour ICCGHAZ-100s et correspondant à un Tk_{28J} de $-15^{\circ}C$. Dans la microstructure CGHAZ-100s, la probabilité de trouver un défaut susceptible d'amorcer une fissure de clivage (gros composé M-A par exemple) dans la zone déformée plastiquement est beaucoup plus faible que dans la microstructure ICCGHAZ-100s. Elle est néanmoins non nulle et tout semble se passer comme si, dans le cas d'un amorçage sur un gros M-A, les propriétés à l'impact de CGHAZ-100s suivaient celles de ICCGHAZ-100s.

La figure II. 28 montre l'évolution de Tk_{70J} (température de transition correspondant à une énergie Charpy de 70J) en fonction de la fraction surfacique de composés M-A. Tk_{70J} augmente linéairement avec la quantité de M-A pour une microstructure donnée de la matrice. Le rôle observé des composés M-A sur l'amorçage de la rupture fragile explique qualitativement cette croissance du Tk_{70J} avec la quantité d'îlots M-A (cf. chapitre V). On ne peut cependant négliger le rôle de la microstructure bainitique puisque CGHAZ-500s, qui ne contient que 5% de composés M-A a un Tk_{70J} supérieur à ICCGHAZ-100s qui en contient 8%. La faible tenue à l'impact de CGHAZ-500s peut être attribuée à une microstructure bainitique plus grossière.

2.5 Flexion 4 points

Des essais quasi-statiques³ de flexion 4 points ont été réalisés à basse température (de $-196^{\circ}C$ à $-120^{\circ}C$) afin d'étudier les mécanismes de rupture par clivage (géométrie en annexe B). En particulier, il est plus facile d'interrompre des essais avant rupture sur une géométrie de flexion pour laquelle il existe une zone en compression en arrière de la fissure plutôt que sur une géométrie de traction. Les courbes charge-flèche ont été enregistrées. Ces essais ont également permis de déterminer analytiquement les contraintes critiques de clivage des différentes microstructures. Lorsque la charge maximale est atteinte (ligament entièrement plastifié), le champ de contrainte est uniforme sur une bonne partie du ligament et la contrainte principale maximale de traction équivaut à la contrainte critique de clivage. La température correspondante est notée T_{gy} . θ étant l'angle de l'entaille :

$$\sigma_c = \sigma_{yy}^{\max} = 2 \times \frac{\sigma_y}{\sqrt{3}} \left[1 + \frac{\pi}{2} - \frac{\theta}{2} \right] \quad \text{Eq. II. 6}$$

Les courbes de transition de charge à rupture en fonction de la température sont représentées à la figure II. 29. Sur ces courbes, la variation de la charge limite M_L en fonction de T est également tracée.

$$M_L = 0.69 \times \frac{\sigma_y}{\sqrt{3}} (W - a)^2 \quad \text{Eq. II. 7}$$

³ Vitesse de déplacement du vérin=0,2mm/min.

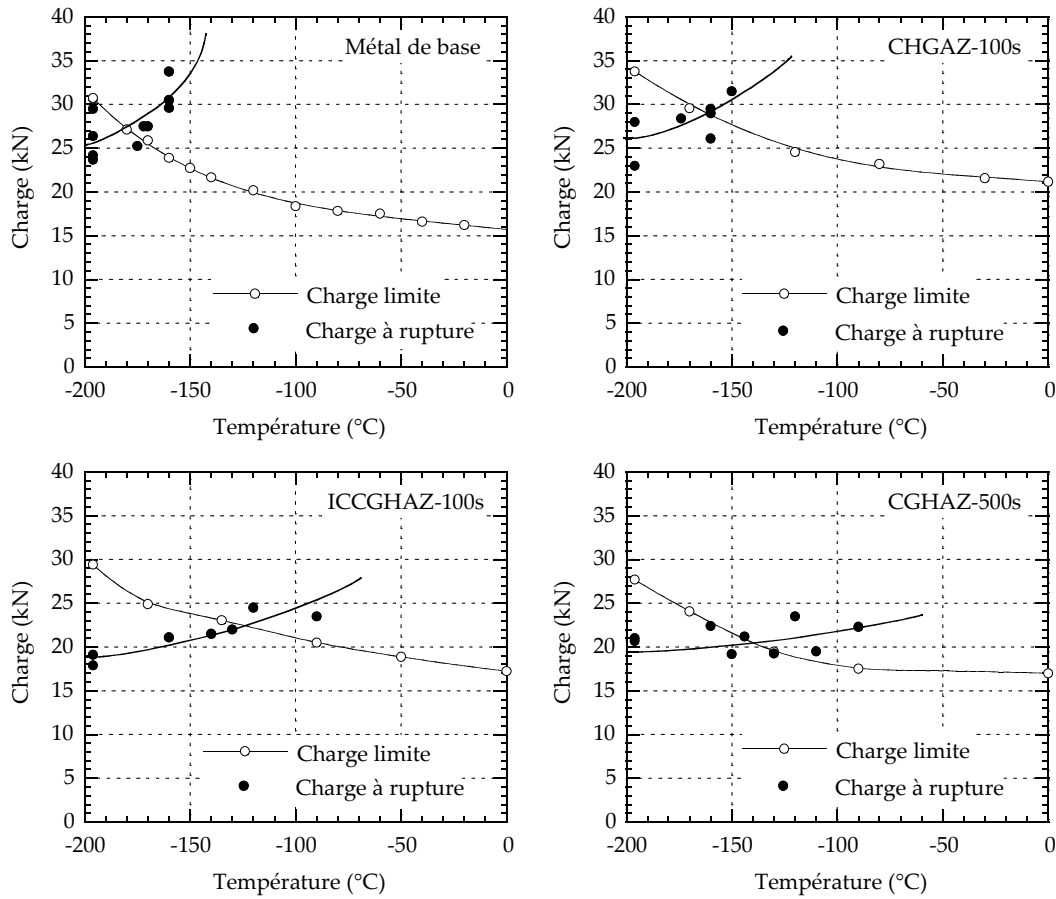


figure II. 29 : Courbes de transition des essais de flexion 4 points

	σ_c (MPa)	T_{gy} (°C)
Métal de base	1926	-180
CGHAZ-100s	2062	-160
ICCGHAZ-100s	1637	-130
CHGAZ-500s	1383	-140

tableau II. 9 : Contraintes critiques de clivage déterminées analytiquement à partir des essais de flexion 4 points.

Les résultats du calcul analytique de σ_c et les températures T_{gy} sont donnés dans le tableau II. 9. Les valeurs de T_{gy} ne font que confirmer les résultats des essais de traction sur éprouvettes AE et de résilience : la ZAC réchauffée dans le domaine intercritique est plus fragile que CGHAZ-100s, elle-même plus fragile que le métal de base.

Ces contraintes critiques sont sensiblement plus élevées que celles déterminées par éléments finis sur les éprouvettes axisymétriques entaillées surtout dans le cas des microstructures initiale (1926MPa au lieu de 1683MPa) et CGHAZ-100s (2062MPa au lieu de 1676MPa). Ces différences peuvent s'expliquer par la taille de la zone sollicitée, qui est très différente selon les géométries d'éprouvettes.

2.6 Ténacité

Le dimensionnement des structures fissurées s'appuie sur la mesure de la ténacité du matériau, i. e. sa résistance à la propagation brutale d'une fissure. Au début des années 60, le développement de la mécanique de la rupture (linéaire élastique ou élasto-plastique) a permis d'établir des critères de rupture basés sur l'« approche globale ». Cette approche permet de caractériser la résistance à l'amorçage et à la propagation de fissure par un paramètre de chargement global. Ces paramètres sont le facteur d'intensité des contraintes critique (K_{Ic}), ou l'intégrale de Rice (J_{Ic}), lorsque la plasticité devient étendue en pointe de fissure.

2.6.1 Effet de plasticité généralisée

La mesure de la ténacité K_{Ic} n'est valide que dans des conditions de plasticité fortement confinée et pour un état de déformations planes. La validité de cette mesure est donc soumise à des restrictions sur la géométrie des éprouvettes (épaisseur B et longueur de fissure a) et sur la température (via la limite d'élasticité $R_{p0.2}$). Suivant la norme ASTM E399-90, ces restrictions sont données par les relations suivantes :

$$B, (W - a) \geq 2,5 \left(\frac{K_{Ic}}{R_{p0.2}} \right)^2 \quad \text{Eq. II. 8}$$

Dans le domaine de la transition, compte tenu de la taille des éprouvettes utilisées (B=10mm, W-a=10mm), cette condition est difficile à vérifier et la plasticité n'est plus confinée à la pointe de la fissure. La mécanique linéaire élastique de la rupture n'est plus applicable. Dans ce contexte, la mécanique élasto-plastique de la rupture introduit deux nouveaux paramètres : l'ouverture critique de fissure (CTOD pour « Crack Tip Opening Displacement ») et l'intégrale de contour J. Les valeurs critiques de CTOD et de J donnent des mesures de ténacité, quasiment indépendantes de la taille des éprouvettes, même lorsque la plasticité est relativement importante en pointe de fissure. Il existe des limites de validité de ces paramètres, beaucoup moins restrictives que pour K_{Ic} .

• Mesure de CTOD

La mesure de l'ouverture critique de fissure δ suit la norme ASTM E1290-89. δ est la somme des contributions élastique δ_{el} et plastique δ_{pl} :

$$\delta_{el} = \frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_y E} \quad \text{Eq. II. 9}$$

La composante plastique est déterminée en supposant que l'éprouvette fléchit autour d'une rotule plastique. Le déplacement plastique des lèvres de la fissure V_p peut être relié au CTOD plastique δ_{pl} par :

$$\delta_{pl} = \frac{r_p(W-a) \cdot V_p}{r_p(W-a) + a} \quad \text{Eq. II. 10}$$

où r_p est une constante (comprise entre 0 et 1) qui définit la position relative de la rotule : $r_p=0,44$ pour les éprouvettes SENB (flexion 3 points). Bien que les normes ne définissent pas de restriction sur la mesure du CTOD, des études récentes montrent que les CTOD peuvent être déterminés sur des éprouvettes fortement entaillées à condition que : $B, b_0 \geq 300\delta_c$.

• *Mesure de J_{Ic}*

En assimilant le comportement élasto-plastique à l'élasticité non-linéaire, Rice a développé les bases d'une méthodologie de la mécanique de la rupture étendue bien au-delà des limites fixées par la mécanique linéaire élastique de la rupture. Le taux de restitution d'énergie non linéaire J s'écrit comme une intégrale curviligne, indépendante du chemin d'intégration. Dans la pratique, J est déterminé pour les éprouvettes de flexion 3 points par la norme ASTM E813-89 comme :

$$J = J_{el} + J_{pl} \quad \text{Eq. II. 11}$$

où la composante élastique de J , J_{el} , est donnée par :

$$J_{el(i)} = \frac{K_{(i)}^2 (1 - \nu^2)}{E} \quad \text{Eq. II. 12}$$

avec :

$$K_{(i)} = \frac{P_i S}{B \cdot W^{3/2}} \cdot f(a_0 / W) \quad \text{Eq. II. 13}$$

$$f(a_0 / W) = \frac{3(a_0 / W)^{1/2} [1,99 - (a_0 / W)(1 - a_0 / W) \cdot (2,15 - 3,93(a_0 / W) + 2,7(a_0 / W)^2)]}{2(1 + 2a_0 / W)(1 - a_0 / W)^{3/2}} \quad \text{Eq. II. 14}$$

et où la composante plastique de J , J_{pl} , est donnée par :

$$J_{pl(i)} = \frac{2A_{pl(i)}}{B(W - a_0)} \quad \text{Eq. II. 15}$$

- i : Point sur la courbe charge (P) – flèche
- $A_{pl(i)}$: Aire sous la courbe charge – flèche au point i
- B : Epaisseur de l'éprouvette
- S : Distance entre les appuis = $4W$

La ténacité est couramment définie par un pseudo-facteur d'intensité des contraintes à partir de l'intégrale de contour J par :

$$K_J = \sqrt{\frac{EJ}{(1 - \nu^2)}} \quad \text{Eq. II. 16}$$

On définit également la ténacité maximale correspondant au chargement limite, caractéristique de la plasticité généralisée dans tout le ligament. K_{Jmax} est donnée par :

$$K_{Jmax} = \sqrt{\frac{E \cdot b \cdot R_{p0,2}}{30}} \quad \text{Eq. II. 17}$$

2.6.2 Procédures expérimentales

Des éprouvettes de mécanique de la rupture ont été utilisées pour déterminer la ténacité du métal de base et des ZAC. Ces éprouvettes standard, de type « KF20 », sont entaillées, préfiurées à la température ambiante et chargées en flexion 3 points (géométrie en annexe B). Les éprouvettes sont prélevées dans le sens travers, à mi-épaisseur de la tôle. L'entaille est usinée de telle sorte que la propagation se fasse selon la direction de laminage (Sens T-L de prélèvement).

Elles sont caractérisées par une largeur $B=10\text{mm}$, une hauteur $W=20\text{mm}$ et un rapport a/W visé après préfissuration de 0,5. La préfissuration est produite par le chargement cyclique de l'éprouvette entaillée, sous un rapport de charge de 0,1 et une charge maximale inférieure à 4,5kN, ce qui est conforme à la norme ASTM E399-90. Le nombre de cycles est d'environ $4,5 \cdot 10^5$.

Les distributions complexes de contraintes résiduelles dans les soudures (et à moindre échelle dans les ZAC simulées) peuvent altérer la préfissuration par fatigue. Les fronts de fatigue sont typiquement irréguliers. Différentes méthodes d'obtention de fronts rectilignes sont couramment employées : flexion inverse, rapport de charge élevé et compression locale. Cette dernière méthode, reconnue comme la plus efficace et la moins pénalisante, consiste à comprimer le ligament d'une déformation plastique d'environ 1% dans l'épaisseur. Cette compression locale peut réduire légèrement la ténacité. Towers et Dawes [d'après AND91] concluent cependant que les bénéfices de la technique masquent ses désavantages, particulièrement en l'absence d'alternative viable. La compression locale a donc été appliquée aux éprouvettes simulées.

Durant les essais, l'enregistrement de la charge, de la flèche et de l'ouverture (par l'intermédiaire d'un extensomètre placé sur les lèvres de l'entaille) permet de déterminer l'intégrale J ainsi que l'ouverture critique en pointe de fissure CTOD selon les normes ASTM E813-89 et E1290-89. La mesure de l'évolution du potentiel électrique en pointe de fissure par la technique de courant continu permet de détecter les amorçages de fissuration ductile. Suivant les notations conventionnelles de la norme ASTM E1290-89, les éprouvettes qui se sont rompues par clivage sans propagation stable ductile, par clivage précédé d'une avancée stable de fissure ($>200\mu\text{m}$) ou qui ont atteint le point maximum de la courbe de chargement sont désignées par les indices c , u et m respectivement.

2.6.3 Résultats

Les courbes de transition de ténacité, exprimées en termes de K_J ou de CTOD sont présentées à la figure II. 30 et à la figure II. 31. Les tableaux de résultats détaillés sont présentés en annexe B.

Dans tous les cas, l'évolution de la ténacité avec la température est caractéristique des propriétés des aciers dans le domaine de la transition fragile-ductile :

- Peu de mesures de K_{Ic} sont valides, excepté à très basse température.
- La dispersion des résultats est importante, et augmente avec la température.
- Les éprouvettes rompent dans un mode de plasticité généralisée dans la partie haute de la courbe de transition (Métal de base et CGHAZ-100s).

La fragilité des microstructures ICCGAZ-100s et de CGHAZ-500s, déjà observée sur les essais de résilience et sur les essais de traction sur AE, est confirmée par les points expérimentaux. Elle se traduit, là encore, par un décalage des températures de transition (figure II. 32) : $\sim+90^\circ\text{C}$, $\sim+120^\circ\text{C}$, $\sim+130^\circ\text{C}$ entre le métal de base et CGHAZ-100s, ICCGAZ-100s et CGHAZ-500s respectivement. Ces décalages sont plus importants que pour les autres types d'éprouvettes (tableau II. 10). Ils mettent en évidence la sensibilité des ZAC vis-à-vis des structures fissurées.

Décalage (approximatif) des températures de transition des ZAC par rapport à celle du métal de base (MB)			
	Ténacité	AE4-50	Résilience K_{Cv}
MB→CGHAZ-100s	+90°C	+40°C	+50°C
MB→ICCGHAZ-100s	+120°C	+70°C	+90°C
MB→CGHAZ-500s	+130°C	+70°C	+90°C

tableau II. 10 : Valeurs des décalages des températures de transition des ZAC par rapport à celle du métal de base, pour les différentes géométries d'éprouvettes et modes de sollicitation.

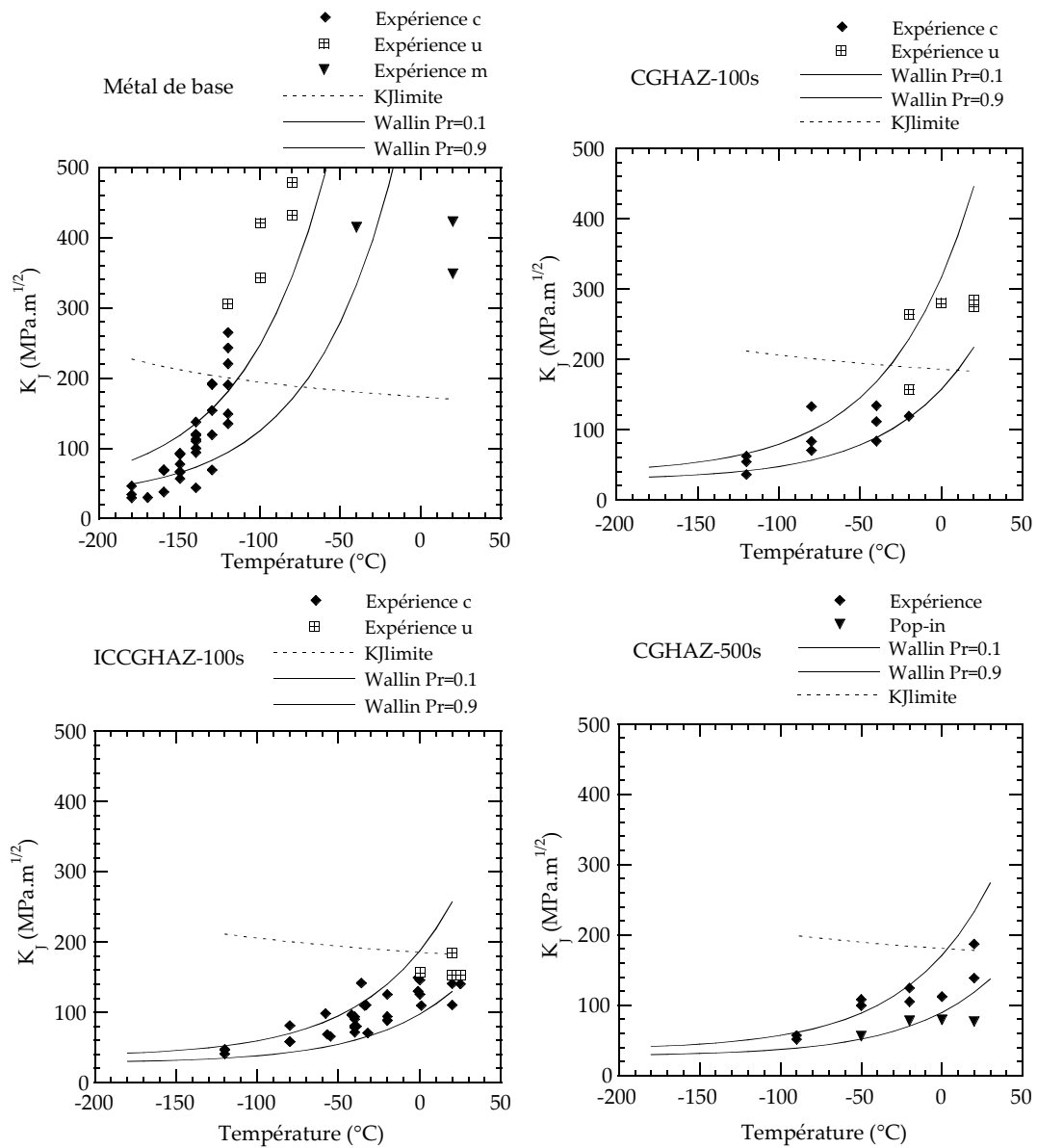


figure II. 30 : Courbes de transition de ténacité et prévisions à 10% et 90% de probabilité de rupture par l'approche de Wallin (cf. § suivant). N.B. : c=clivage, u=propagation stable puis clivage, m=charge limite atteinte et dépassée.

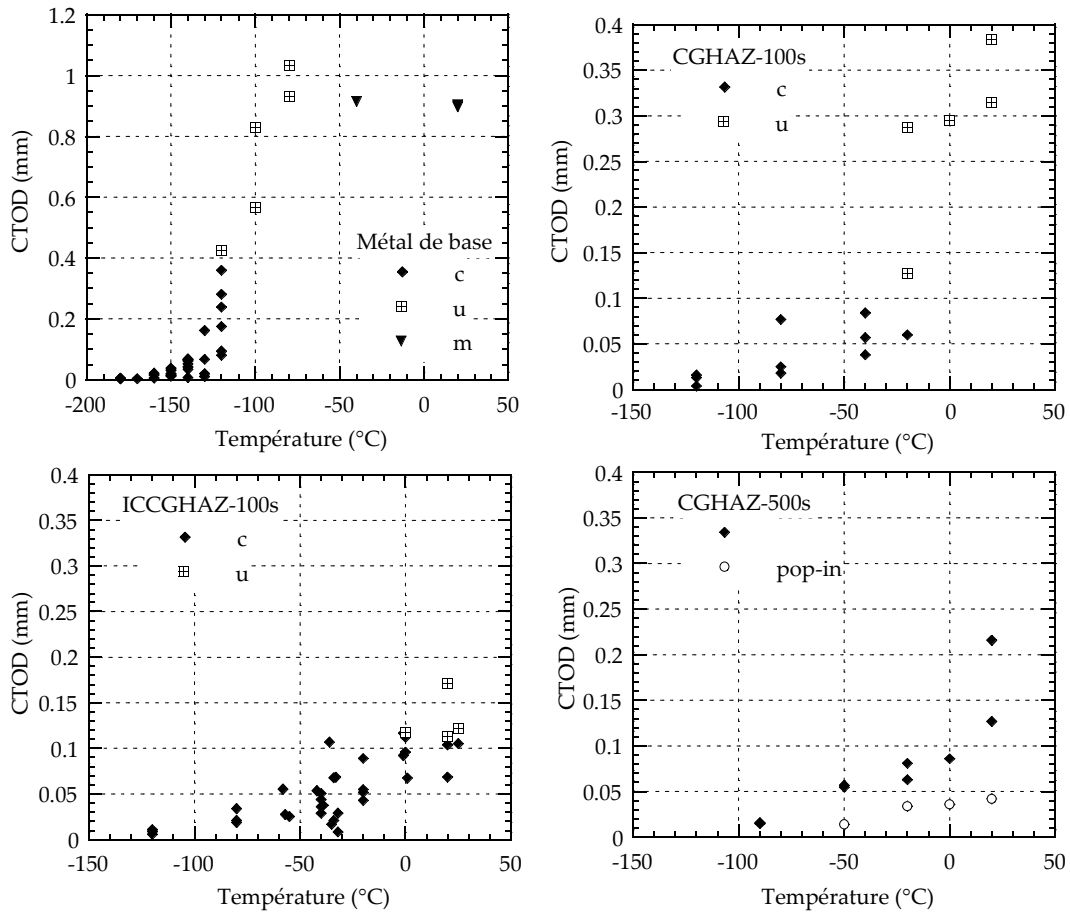


figure II. 31 : Courbes de transition de CTOD.

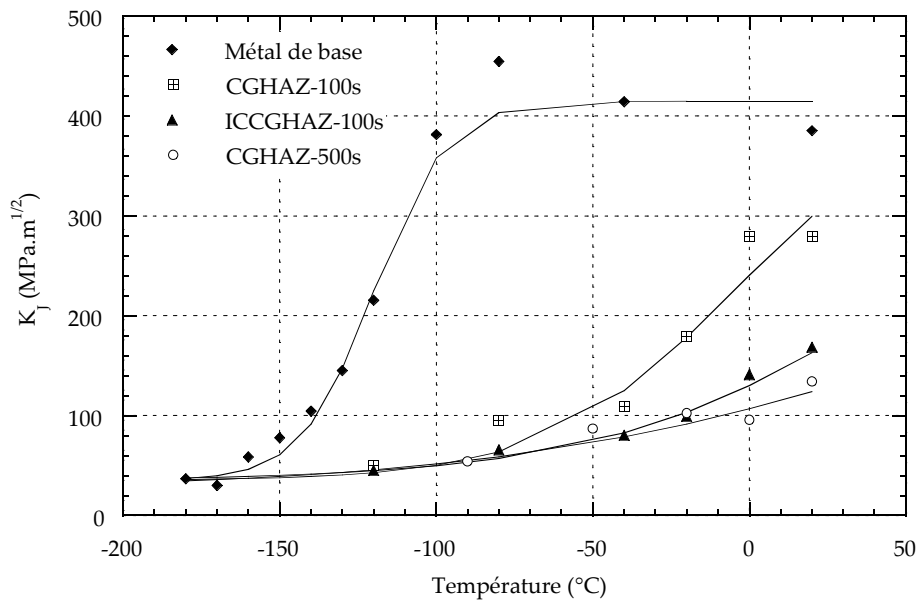


figure II. 32 : Courbes de transition de ténacité pour le métal de base et ZAC simulées. Chaque point représente la moyenne de deux à quatre essais.

La ZAC CGHAZ-500s, fragilisée par une structure bainitique plus grossière, a une température de transition fragile-ductile proche de la température ambiante (semblable à celle de ICCGAZ-100s). Les valeurs de ténacité sont par ailleurs très dispersées du fait des nombreux « pop-ins » enregistrés (figure II. 33). Les valeurs de ténacité sont calculées selon la procédure standard pour la valeur de la charge au premier « pop-in » important⁴ ; ou pour la valeur de la charge à rupture en l'absence de « pop-in » important. Le phénomène de « pop-in » peut apparaître lors d'essais de rupture par clivage en contrôle de déplacement et pour des microstructures comportant des joints de paquets [ZHA99]. Il est dû au fait que la rupture locale par clivage d'un paquet peut conduire à une chute momentanée de la charge, mais que lorsque la fissure se propage d'un paquet à un autre, l'orientation cristallographique et la microstructure ont changé, si bien que le travail nécessaire au franchissement du joint de paquet est plus élevé. Il est donc possible que la fissure locale s'arrête. Pour que continue la rupture par clivage et pour franchir les barrières, il faut alors augmenter la charge. Il se peut que d'autres pop-ins apparaissent alors avant la rupture finale.

Si la même éprouvette est testée en contrôle de charge, simulant ainsi les conditions réelles de chargement qui peuvent exister dans des tubes sous pression par exemple, la rupture finale peut se produire dès l'amorçage et le début de la propagation d'une fissure de clivage. En ce qui concerne l'intégrité des structures, les valeurs de K_{Ic} mesurées au premier pop-in lors d'un essai en contrôle de déplacement, sont donc des valeurs sûres, même si elles sont conservatives.

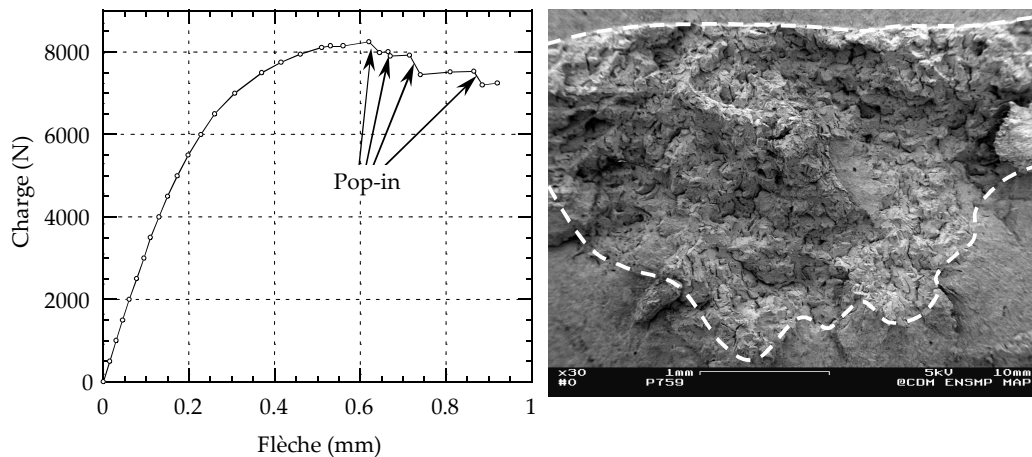


figure II. 33 : a) Courbe de chargement d'une éprouvette KF20 testée à 20°C et présentant de nombreux Pop-in ; b) Faciès de rupture d'une éprouvette interrompue après l'apparition d'un pop-in et ouverte par fatigue.

2.6.4 Approche par la courbe maîtresse de Wallin

La description de la dispersion des résultats de ténacité par la courbe maîtresse de Wallin fait l'objet d'une norme ASTM 1921-97. Cette dernière décrit la procédure de détermination de la température « pivot » T_0 . Cette température T_0 intervient dans l'expression de la courbe « maîtresse » de référence exprimant l'évolution de la ténacité médiane $K_{Jc (med)}$ avec la température (cf. Chapitre I). Une approche statistique permet alors d'établir les courbes enveloppes inférieure et supérieure et estimer la dispersion expérimentale. On rappelle que :

$$P_R = 1 - \exp \left[- \frac{B_{(x)} \cdot (K_{Jc(x)} - K_{min})^4}{B_{(IT)} \cdot (K_{med(IT)} - K_{min})^4} \cdot \ln(2) \right] \quad Eq. II. 18$$

⁴ L'importance du pop-in est mesurée par l'écart entre les pentes des droites joignant l'origine (dans un graphe Charge-ouverture des lèvres) et la charge maximale et la charge après pop-in. Si cet écart est supérieur à 5%, le pop-in est considéré comme important.

Il existe deux voies possibles de détermination de T_0 : la première à partir d'essais de ténacité, la seconde à partir des courbes de transition de résilience. La description synthétique de ces procédures fait l'objet du paragraphe suivant.

• Détermination à partir d'essais de ténacité (« Méthode 1 ») :

① Convertir les valeurs de ténacité expérimentales en K_{Jc} équivalentes à des éprouvettes d'épaisseur 1 pouce :

$$K_{Jc(1T)} = K_{\min} + [K_{Jc(x)} - K_{\min}] \cdot \left(\frac{B_x}{B_{1T}} \right)^{1/4}, \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} \quad \text{Eq. II. 19}$$

N.B. : $K_{\min} = 20 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$.

S'il y a perte de confinement, i.e. si $K_{Jc} > K_{J \max}$, ou si la propagation ductile stable avant clivage dépasse 5% de la longueur initiale de ligament b_0 , la valeur de la ténacité mesurée est prise égale à la valeur limite $K_{J \max}$, i.e. :

$$K_{J \max} = \sqrt{\frac{b_0 \cdot E \cdot \sigma_0}{30}} \quad \text{Eq. II. 20}$$

② Déterminer K_0 pour des températures telles que $K_{Jc(i)} \approx 100 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

$$K_0 = \left[\sum_{i=1}^N (K_{Jc(i)} - K_{\min})^4 / (N - 0.3068) \right]^{1/4} + K_{\min}, \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} \quad \text{Eq. II. 21}$$

où N est le nombre d'éprouvettes ($N_{\text{recommandé}} \geq 6$).

③ Déterminer $K_{Jc(\text{med})}$

$$K_{Jc(\text{med})} = 0.9124 \cdot (K_0 - K_{\min}) + K_{\min}, \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} \quad \text{Eq. II. 22}$$

④ Déterminer T_0

$$T_0 = T - \frac{1}{0.019} \cdot \ln \left[\frac{K_{Jc(\text{med})} - 30}{70} \right] \quad \text{Eq. II. 23}$$

N.B.: Le paramètre T_0 est a priori relativement indépendant de la température d'essai. T_0 peut être déterminé en faisant la moyenne des paramètres T_0 calculés pour différentes températures d'essai.

• Détermination à partir d'une courbe de transition de résilience (« Méthode 2 ») :

La température T_0 peut également être déterminée à partir de données de résilience. Elle s'exprime comme la somme de la température de transition T_{k28J} et d'une constante C qui dépend de la taille nT^* des éprouvettes de ténacité :

$$T = T_{k28J} + C(nT) \quad \text{Eq. II. 24}$$

avec $C(0,4T) = -32^\circ\text{C}$

Les deux méthodes de détermination de T_0 ont été appliquées (tableau II. 11). Les prévisions de probabilité de rupture à 10% et 90% des éprouvettes de ténacité sont présentées à la figure II. 30 (Méthode 1), et à la figure II. 34 (Méthode 2). Concernant la méthode 1 (figure II. 30), les prévisions données par la courbe maîtresse sont en bon accord avec les mesures expérimentales, excepté pour le métal de base. Dans ce dernier cas, l'existence d'une ténacité seuil dans l'expression de la probabilité de rupture (Eq. II.17) ne permet pas de prédire les ténacités à très basses températures. Les températures T_0 déterminées à partir des essais de résilience sont trop basses, ce qui implique une mauvaise prévision des résultats expérimentaux.

* $T=1$ pouce=25,4mm

Microstructure	T ₀ (°C)	T ₀ déterminée à partir des essais de résilience (°C)
Métal de base	-130	-132
CGHAZ-100s	-45	-72
ICCGHAZ-100s	-12	-47
CGHAZ-500s	-6	-47

tableau II. 11 : Résultats de l'identification de la température pivot T₀

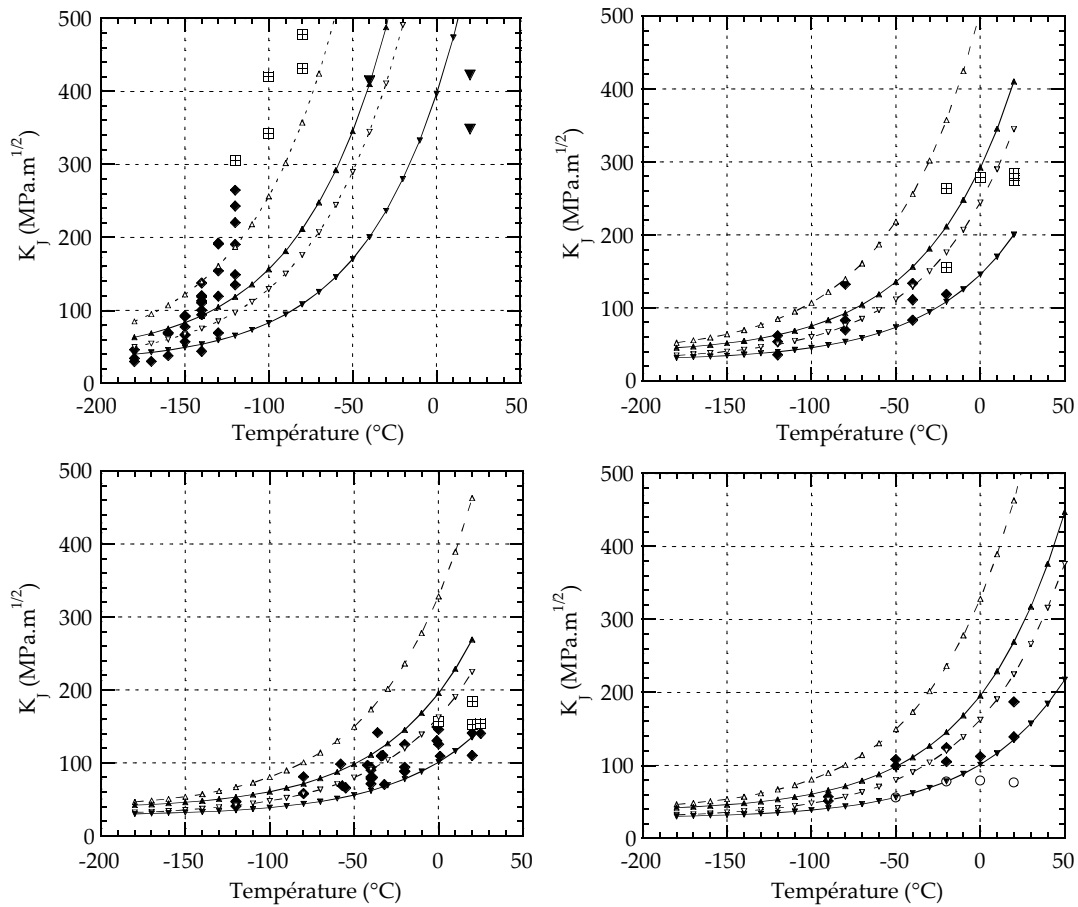


figure II. 34 : Prédiction des courbes de transition de ténacité du métal de base et des ZAC à partir des données de résilience : en prenant T₀=TK_{28J}-32°C (Wallin), ou T₀=TK_{28J}. a) Métal de base, b) CGHAZ-100s, c) ICCGHAZ-100s, d) CGHAZ-500s.

- ▽----- T₀=TK_{28J}-32°C, P_r=0,1
- △----- T₀=TK_{28J}-32°C, P_r=0,9
- ▼----- T₀=TK_{28J}, P_r=0,1
- ▲----- T₀=TK_{28J}, P_r=0,9

La constante $C(0.4T)$ qui permet de bien prédire les courbes de transition de ténacités doit être nulle. Ceci signifie que la simple connaissance du T_{k2S} permet de bien prédire les courbes de transition de ténacité sur éprouvettes KF20.

3 Conclusions

Le métal de base, de microstructure ferrito-perlitique, a été caractérisé en détail dans la mesure où il constitue une référence pour l'étude des ZAC. Les traitements thermiques simulés de soudage permettent de reproduire assez fidèlement les microstructures de ZAC à gros grains (CGHAZ) et de ZAC à gros grains réchauffée dans le domaine intercritique (ICCGHAZ) obtenues sur joints soudés réels. Ces microstructures sont constituées de bainite supérieure et de particules de seconde phase. La microstructure CGHAZ-100s comporte de nombreux carbures et quelques petits composés Martensite-Austénite (M-A) disposés entre les lattes et aux anciens joints de grains austénitiques. La microstructure ICCGHAZ-100s est caractérisée par une forte densité en composés Martensite-Austénite formés lors du réchauffage intercritique. L'augmentation de l'énergie de soudage ($\Delta T^{700^{\circ}\text{C}/300^{\circ}\text{C}}=500\text{s}$) entraîne un grossissement du grain austénitique et la formation de composés massifs intragranulaires d'austénite résiduelle, parfois décomposés en agrégats de carbures.

Les courbes de transition (déformation à rupture sur éprouvettes AE, résilience et ténacité) confirment le caractère fragilisant des traitements thermiques de soudage, surtout lorsque ces derniers comportent un réchauffage dans le domaine intercritique, ou un refroidissement lent. Les températures de transition des ZAC sont en effet fortement influencées par des paramètres métallurgiques tels que la taille de grain « efficace » et la teneur des composés de seconde phase Martensite - Austénite (M-A). Ces entités microstructurales soupçonnées de prendre une part importante dans les mécanismes de rupture restent mal définies et feront l'objet d'études plus approfondies développées aux chapitres III et IV. Les valeurs des contraintes critiques de rupture sont en accord avec ces résultats expérimentaux. La fragilité de la zone à gros grains (CGHAZ-100s) par rapport au métal de base semble due à un durcissement du matériau. Les ZAC ICCGHAZ-100s et CGHAZ-500s sont intrinsèquement plus fragiles (ténacité plus faible à limite d'élasticité donnée).

Les essais de résilience et de ténacité mettent en évidence une grande dispersion dans les résultats, ce qui est caractéristique des phénomènes intrinsèques statistiques de la rupture fragile. Cette dispersion augmente avec la température ; elle est bien décrite par la courbe maîtresse de Wallin. Cette approche a été adaptée de telle sorte que la connaissance unique de la température de transition de résilience TK_{2S} permette de décrire l'évolution de la ténacité des ZAC avec la température et sa dispersion. S'il est d'une grande utilité pratique, ce modèle simple, sans réelles bases physiques, ne permet pas de prévoir (et encore moins d'améliorer) la ténacité d'une ZAC en fonction de sa microstructure. Pour ces raisons, le développement d'un modèle physique de prévision de la ténacité en ZAC reste intéressant et fera l'objet des chapitres V et VI.

Chapitre III

Etude cristallographique de la transformation bainitique

1	<i>Rappels bibliographiques</i>	87
1.1	Microstructures et morphologies	87
1.2	Cristallographie	89
2	<i>Caractérisations microstructurales</i>	91
2.1	Analyses EBSD des structures bainitiques.....	91
2.2	Analyse à l'échelle de la latte : MET	99
2.3	Discussion.....	103
3	<i>Mécanismes de germination de la bainite</i>	107
3.1	Détermination des températures de transformation par dilatométrie.....	107
3.2	Traitements thermiques interrompus.....	109
3.3	Germination par sélection de variants.....	111
4	<i>Discussion : quelques aspects de la théorie phénoménologique de la transformation martensitique</i>	113
4.1	Généralités.....	113
4.2	Application aux structures bainitiques des ZAC.....	115
5	<i>Conclusions</i>	122

Chapitre III

Etude cristallographique de la transformation bainitique

Les cycles thermiques de soudage impliquent des transformations de phase à l'état solide dans les zones affectées par la chaleur du joint soudé. La microstructure de la bainite est ainsi déterminée par le premier cycle de soudage. Ces changements de phase conditionnent en retour les propriétés en clivage de ces microstructures. La compréhension des mécanismes de rupture nécessite donc une définition précise des différentes entités cristallographiques constitutives des structures bainitiques : lattes, paquets de lattes, ancien grain austénitique...

Dans ce chapitre, l'étude précise de la cristallographie de la bainite est abordée grâce à l'utilisation de l'EBSA et de la microscopie électronique en transmission. On s'intéresse aux mécanismes de la transformation bainitique à l'aide d'essais interrompus par trempe martensitique. Dans un dernier temps, les résultats sont discutés grâce à une approche phénoménologique de la transformation martensitique appliquée aux microstructures bainitiques.

1 Rappels bibliographiques

1.1 Microstructures et morphologies

Parce qu'elles permettent d'obtenir des microstructures et des propriétés mécaniques très diverses, les transformations de phase font l'objet d'un nombre toujours croissant d'études. Dans les aciers, ces transformations de phase sont de deux types : Les transformations diffusionnelles conduisant à la formation de ferrite proeutectoïde et de perlite, et les transformations displacives, sans diffusion (ou « martensitiques »). Les courbes TTT de la plupart des aciers présentent cependant une large gamme de températures intermédiaires dans laquelle ne se forment ni perlite ni martensite. A la place, il se forme des structures de morphologies « aciculaires », communément appelées « bainite », en référence à Bain qui, avec Davenport, a découvert cette microstructure au cours de ses études sur la décomposition isotherme de l'austénite [DAV30].

Selon Hehemann et Aaronson [HEH72], trois définitions de la bainite peuvent être utilisées : (i) une définition microstructurale, (ii), une définition cinétique, et (iii) une définition cristallographique. La première définit la bainite comme un agrégat non-lamellaire de ferrite et de carbures. La définition cinétique est basée sur l'existence d'une courbe en C propre à la bainite, et sur le caractère « incomplet » de la transformation. Enfin, l'effet de relief observé lors de la transformation bainitique, les relations d'orientation, l'existence d'un plan d'habitat (...) permet de définir certaines caractéristiques cristallographiques de la bainite de façon similaire à la martensite.

La nature de la bainite change avec la température de transformation : quand la température de transformation diminue, la morphologie aciculaire de la phase ferritique évolue de la latte (aiguille facettée) à la plaquette ; la densité de dislocations augmente. Communément, deux formes de bainite sont distinguées : la bainite supérieure et la bainite inférieure. Cette distinction, initialement faite par Mehl en 1939, repose principalement sur la distribution de la seconde phase [MEH39].

- La **bainite supérieure** se forme entre 350°C et 550°C. Sa microstructure est constituée de lattes de ferrite longues et étroites. Ces lattes croissent en paquets. Dans ces paquets, les lattes parallèles (ayant un plan d'habitat bien défini) sont souvent séparées par des joints de grains de faible désorientation, ou par des particules de cémentite.
- La **bainite inférieure** se forme entre 250°C et 400°C et présente une microstructure et des caractéristiques cristallographiques très proches de celles de la bainite supérieure. A ces températures, la diffusion du carbone est plus lente et les particules de cémentite précipitent dans les plaquettes de ferrite. Il y a, de ce fait, deux types de précipités, ceux qui se forment dans l'austénite enrichie en carbone qui sépare les plaquettes de bainite, et ceux qui se forment dans la ferrite sursaturée. Ces derniers présentent la même relation d'orientation que les précipités qui se forment durant les traitements de revenu de la martensite, connue sous le nom de relation d'orientation de Bagaryatski: $[0\ 0\ 1]_{\text{Fe}_3\text{C}} // [-1\ 0\ 1]_{\alpha}$, $[1\ 0\ 0]_{\text{Fe}_3\text{C}} // [1\ 1\ 1]_{\alpha}$, $[0\ 1\ 0]_{\text{Fe}_3\text{C}} // [-1\ 2\ -1]_{\alpha}$.

Le terme de **bainite granulaire** est fréquemment employé pour décrire la bainite obtenue par refroidissement continu, notamment dans l'industrie, où la plupart des aciers subissent des traitements non isothermes (dans les ZAC par exemple). La microstructure se formant progressivement lors du refroidissement, les lattes de bainite peuvent être assez épaisses. Observée au microscope optique, la microstructure semble présenter des blocs de bainite et d'austénite, d'où l'adjectif « granulaire ». Une caractéristique importante de la bainite granulaire est l'absence de carbures dans la microstructure. Le carbone rejeté dans l'austénite la stabilise, de telle sorte que la microstructure finale contient de l'austénite, un peu de martensite à haute teneur en carbone, et de la ferrite. L'absence de carbures peut également être favorisée par l'ajout d'éléments d'alliage (Al et Si en particulier) qui retardent la précipitation de la cémentite.

La diversité et la complexité des microstructures ont gêné la compréhension de cette transformation, qui n'a pas, à ce jour, trouvé d'explication rationnelle unanime.

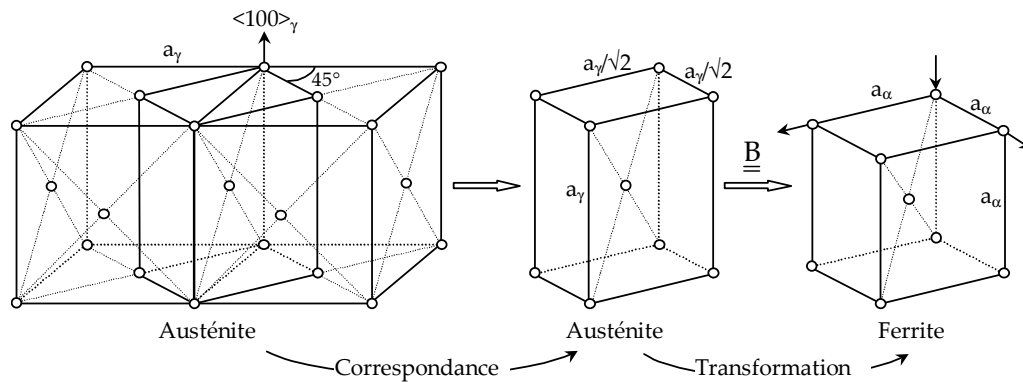


figure III. 1 : Transformation de Bain, d'après [BAI24]

Nom	Angles d'Euler	Angle et axe de rotation	Relation d'orientation
Bain	(45°, 0°, 0°)	45° [100]	(100) _γ //(100) _α [011] _γ //[001] _α
Kurdjumov-Sachs	(84,23°, 48,19°, 84,23°)	90° [112]	(111) _γ //(110) _α [1-10] _γ //[1-11] _α
Nishiyama-Wassermann	(80,26°, 48,19°, 45°)	95,27° [hkl]*	(111) _γ //(110) _α [11-2] _γ //[1-10] _α

* $h=1+\sqrt{2}+\sqrt{3}$, $k=1+\sqrt{2}+\sqrt{3}$, $l=\sqrt{2}$

- Relation de Kurdjumov-Sachs :

Un plan dense de l'austénite est parallèle à un plan dense de la ferrite : $\{111\}_\gamma // \{110\}_\alpha$

Dans ces plans denses (4 possibilités de plans denses $\{111\}_\gamma$), une direction dense de l'austénite (3 possibilités de directions $\langle 110 \rangle_\gamma$ dans le plan dense choisi) est parallèle à une direction dense de la ferrite (2 possibilités de direction dense) : $\langle 110 \rangle_\gamma // \langle 111 \rangle_\alpha$

Il y a donc 24 variants possibles.

- Relations de Nishiyama-Wassermann (NW) :

Un plan dense de l'austénite est parallèle à un plan dense de la ferrite : $\{111\}_\gamma // \{110\}_\alpha$

Dans ces plans denses (4 possibilités de plans denses $\{111\}_\gamma$), une direction $\langle 211 \rangle$ de l'austénite (3 possibilités de directions $\langle 1-21 \rangle_\gamma$ dans le plan dense choisi) est parallèle à une direction de la ferrite : $\langle 211 \rangle_\gamma // \langle 110 \rangle_\alpha$

Il y a donc 12 variants possibles.

tableau III. 1 : Données caractéristiques des relations d'orientation usuelles entre les réseaux FCC et CC lors d'une transformation à l'état solide.

Deux théories expliquant les mécanismes de la transformation bainitique s'affrontent encore : la théorie « displacive », défendue par H. Bhadeshia [BHA92, BHA99] et la théorie « diffusive » soutenue par H. Aaronson [AAR90]. Dans l'interprétation displacive, les réarrangements atomiques se produisant durant la transformation bainitique sont supposés se produire sans diffusion d'atomes substitutionnels. Du fait des températures de transformation élevées, la diffusion d'atomes interstitiels tel que le carbone (juste après la transformation) est cependant admise. L'école « diffusive » soutient quant à elle la nécessité d'une diffusion à courte distance des atomes substitutionnels (Fe et éléments d'alliage) à proximité de l'interface de croissance α/γ pour permettre le changement de structure.

Malgré l'effort de « classification » de certains auteurs [BRA90, KRA95], l'appellation de « bainite » de certaines microstructures est encore ouverte au débat [HIL00].

1.2 Cristallographie

Au cours de la transformation bainitique, le processus de croissance peut se décomposer en trois étapes : (i) transformation structurale CFC→CC, (ii) transfert des atomes de carbone vers l'austénite à travers l'interface, (iii) et enfin diffusion à longue distance dans le volume d'austénite de ce flux de carbone. La première étape est régie par des mécanismes cristallographiques qui aboutissent à des propriétés spécifiques : Relations d'orientations entre la phase mère et la phase fille (cf. §1.2.1) et plans d'habitat (cf. §1.2.2).

Si les données cristallographiques sont bien établies et très abondantes pour la martensite en plaquettes $(225)_\gamma$ et $(259)_\gamma$ ¹, elles le sont en revanche beaucoup moins pour la martensite en lattes et la bainite. Le lecteur intéressé pourra se référer aux travaux de Sandvik [SAN82], Ohmori [OHM91, OHM98], Luo [LUO92] et Kelly [KEL92].

1.2.1 Relations d'orientation

Un caractère particulier de la transformation bainitique (et martensitique) est l'existence de relations d'endotaxie, ou relations d'orientation, bien définies entre l'austénite mère et la bainite. Dans la région dite de Bain, la déformation de Bain transforme l'austénite en ferrite après une rotation de 45° autour de l'axe $\langle 100 \rangle_\gamma$ (figure III. 1).

D'après la figure III. 1, les relations d'orientation qu'engendre une telle transformation sont a priori rationnelles ($[001]_\gamma // [001]_\alpha$; $(001)_\gamma // (001)_\alpha$; $[110]_\gamma // [010]_\alpha \dots$). En réalité, elles correspondent à des minima d'énergie de germination et conduisent aux expressions classiques de relations d'orientation établies par Kurdjumov-Sachs et par Nishiyama-Wassermann :

$$(111)_\gamma // (101)_\alpha$$

$$[1-10]_\gamma \text{ angle } \alpha \text{ par rapport à } [11-1]_\alpha$$

$$[1-21]_\gamma \text{ angle } (5,26^\circ - \alpha) \text{ par rapport à } [10-1]_\alpha$$

où $\alpha=0^\circ$ pour les relations de Kurdjumov-Sachs (KS)

$$\alpha=2,5^\circ \text{ pour les relations de Greninger-Troiano (GT)}$$

$$\alpha=5,26^\circ \text{ pour les relations de Nishiyama-Wassermann (NW)}$$

Leurs caractéristiques sont données au tableau III. 1.

N.B. : Le passage des relations KS aux relations NW se fait par une rotation de 5,26° autour de la normale commune à $(111)_\gamma$ et à $(101)_\alpha$.

Dans le cas de la bainite, tous les auteurs s'accordent à dire que les orientations des différents variants sont dans la région de Bain. Durant la déformation de Bain², aucun plan n'est tourné de plus

¹ $(225)_\gamma$ et $(259)_\gamma$ désignent ici les plans d'habitat les plus couramment observés dans la martensite en plaquettes riche en carbone.

² Parmi les nombreuses correspondances CFC-CC possibles, on peut montrer que la correspondance de Bain est celle qui engendre les plus petites déformations principales.

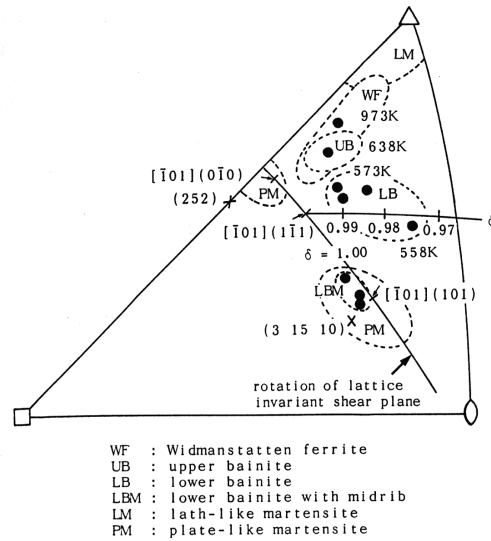


figure III. 2 : Plans d'habitat de la bainite, de la ferrite de Widmanstätten, et de la martensite [OHM91].

Référence	Composition	Température	Plan d'habitat	Angle avec (111) _γ
Hoekstra et al. [1978]	35NiCr8 (0,35%C)	365°C	(569) _γ	14,3
Rigsbee et Aaronson [1979]	Fe-0,62C-2Si	450-475°C	(586) _γ	11,1
Sandvik [1982]	Fe-0,76C-2,4Si	290, 320, 380°C	(0,373 0,663 0,649) _γ	13,4
Schlisser [1972]	Fe-1C-3,9Si	420°C	(253) _γ	20,5
Srinivasan et Wayman [1968]	Fe-1,1C-8Cr	285°C	(254) _γ	18,8
Martensite en lattes	%C ≤ 0,8	250-550°C	(557) _γ	9,45
Martensite en plaquettes	%C ≥ 0,8	≤ 250°C	(225) _γ	25,2

tableau III. 2 : Plans d'habitat de la bainite et de la martensite, d'après [QUI99].

Plan d'habitat (hkl) _γ	Proche de (557) _γ ou (223) _γ Plan (hkl) _γ à 9-12° de (111) _γ Des désorientations de quelques degrés par rapport au plan d'habitat exact (hkl) _γ sont possibles.
Direction de croissance	[1-10] _γ à peu près parallèle à [11-1] _α
Relations d'orientation	(111) _γ //(101) _α [1-10] _γ angle α par rapport à [11-1] _α α = 2,5 à 3,9° ; α ∈ [0,5°; 5,1°]
Changement de forme	Lattes faiblement désorientées, mais parfois en relation de macles.
Structure interne	Direction inconnue ; amplitude 0,3 ou plus.
Dislocations d'interface	Réseau dense de dislocations. Dislocations vis a/2[11-1] _α prédominantes. Réseau unique de dislocations a/2[111] _α parallèles, vis, approximativement parallèles à [07-5] _γ espacées de 2,6 à 6,3nm.

tableau III. 3 : Caractéristiques cristallographiques connues de la martensite en lattes, d'après [KEL92]

de 11° , si bien que deux plans (ou deux directions) correspondants peuvent être rendus parallèles par une déformation de réseau dans laquelle la déformation de Bain est combinée à une rotation d'angle inférieure à 11° . On montre plus précisément que les relations d'orientations entre la phase ferritique et l'austénite sont toujours proches des relations classiques KS et NW, même si elles ne peuvent jamais être décrites exactement par KS et NW. On trouve plus précisément que [KEL92] :

$$(111)_\gamma // (101)_\alpha \text{ (à } \pm 1 \text{ à } 2^\circ)$$

$$[1-10]_\gamma \text{ } 2,5^\circ \text{ à } 3,9^\circ \text{ de } [11-1]_\alpha, \text{ i.e. que } \alpha = 2,5^\circ \text{ à } 3,9^\circ \text{ avec } \alpha \text{ pouvant varier de } 0,5^\circ \text{ à } 5,1^\circ.$$

1.2.2 Plans d'habitat

Les relations KS et NW expriment qu'une famille de plans denses de γ de type $\{111\}_\gamma$ est parallèle à une famille de plans denses de la bainite de type $\{110\}_\alpha$. Pourtant, ces plans ne correspondent pas aux plans d'habitat. La nature du plan d'habitat provient du mécanisme de la transformation (aptitude de la phase fille à une accommodation par glissement ou par micromaillage, par exemple). Elle est décrite par la théorie phénoménologique de la transformation martensitique pour les transformations displacives. Sa structure dépend alors de l'optimisation de l'énergie élastique d'interaction entre phase mère et phase fille.

L'orientation du plan d'accolement varie beaucoup avec la composition chimique et la température de transformation. L'orientation du plan d'habitat présente une importante dispersion (tableau III. 2 et figure III. 2). On observe généralement que le plan d'habitat de la bainite supérieure est proche de $\{111\}_\gamma$ (entre $\{110\}_\alpha$ et $\{451\}_\alpha$) et que celui de la bainite inférieure est irrationnel. Dans le cas de la martensite en plaquettes, ces plans sont $\{225\}_\gamma$ et $\{259\}_\gamma$ dans les cas respectifs des relations KS et NW. Pour la martensite en lattes, Kelly [KEL92] a recensé les plans d'habitat mesurés expérimentalement : $\{111\}_\gamma$ près de $\{111\}_\gamma$, $4,5^\circ$ de $\{111\}_\gamma$, 12° de $\{111\}_\gamma$, $\{223\}_\gamma$ et $\{557\}_\gamma$. Dans tous les cas, le plan d'habitat $\{hkl\}_\gamma$ est proche de $\{557\}_\gamma$ ou $\{223\}_\gamma$ à $9-12^\circ$ de $\{111\}_\gamma$.

1.2.3 Cristallographie de la latte

Contrairement aux martensites en plaquettes, les bainites et les martensites en lattes ne présentent pas de structure interne de maillage. Elles sont caractérisées par un réseau dense de dislocations. Parmi les 4 vecteurs de Burgers $a/2\langle 111 \rangle_\alpha$ possibles, les dislocations vis $a/2[11-1]_\alpha$ sont prédominantes.

Les lattes sont allongées dans la direction $\langle 111 \rangle_\alpha$ (ou $\langle 110 \rangle_\gamma$) et se regroupent par paquets. Les orientations relatives des lattes adjacentes d'un paquet sont assez controversées : Pour un certain nombre d'auteurs, les lattes adjacentes d'un même paquet sont en relation de macle. Pour d'autres en revanche, les désorientations entre lattes sont faibles et n'excèdent pas 2 à 3° .

Les caractéristiques cristallographiques de la martensite en lattes, qui se rapprochent de celles de la bainite en lattes sont résumées au tableau III. 3.

2 Caractérisations microstructurales

La structure cristallographique est un facteur majeur influençant la rupture par clivage des métaux (cf. Chapitre I). Dans le cas des aciers bainitiques, cette structure est complexe et à plusieurs échelles : latte, paquet de lattes et ancien grain austénitique. Ces deux dernières entités microstructurales ont été étudiées par EBSD au microscope électronique à balayage (MEB). L'analyse cristallographique à l'échelle des lattes a été conduite par microscopie électronique en transmission.

2.1 Analyses EBSD des structures bainitiques

L'EBSD (Electron Back-Scatter Diffraction) ou diffraction des électrons rétrodiffusés est une technique d'analyse cristallographique relativement récente qui s'est développée dans les années 80 et qui a trouvé des applications très variées : géologie, étude des textures [RAN92] et de la solidification et plus récemment caractérisations des microstructures bainitiques [BOU98, GOU00].

Cette technique de diffraction des électrons rétrodiffusés, mise en œuvre en microscopie électronique classique à balayage, permet, par l'analyse des figures de Kikuchi, de déterminer l'orientation locale d'un volume de matière de $1\mu\text{m}^2$ sur 20nm de profondeur d'un échantillon massif. Les résolutions spatiales sont de l'ordre du micron sur les MEB à filament de tungstène, et $0,1\mu\text{m}$ sur les MEB-FEG. Le développement de systèmes d'indexation automatique des figures de diffraction permet d'obtenir des cartographies décrivant les orientations cristallographiques sur de larges zones.

Les systèmes utilisés respectivement à l'IRSID et à l'école des Mines de Paris opèrent dans un MEB JEOL DSM 6400 et dans un MEB-FEG fonctionnant à 20kV. La distance de travail est de 15mm, et l'échantillon est tilté à 70° . L'obtention de cartographies se fait par un balayage de la platine porte-échantillon ($\text{pas} \geq 1\mu\text{m}$), ou par balayage du faisceau ($\text{pas} \leq 1\mu\text{m}$). Pour chaque pointé, les clichés de diffraction de Kikuchi (ou EBSD) sont analysés par le logiciel Channel 4 de la société HKL Technologies (figure III. 3a). La procédure de reconnaissance d'image se fait dans l'espace de Hough (distance ρ à l'origine, angle θ avec l'horizontale) pour faciliter la détection des bandes (figure III. 3b). Les échantillons analysés sont préalablement polis mécaniquement puis dans un bain électrolytique (90ml de butoxyéthanol, 10ml d'acide perchlorique, à 5°C , sous une tension de 12V pendant 20 à 30min) pour éliminer l'érouissage de surface. Ils peuvent être très légèrement attaqués au nital 2%.

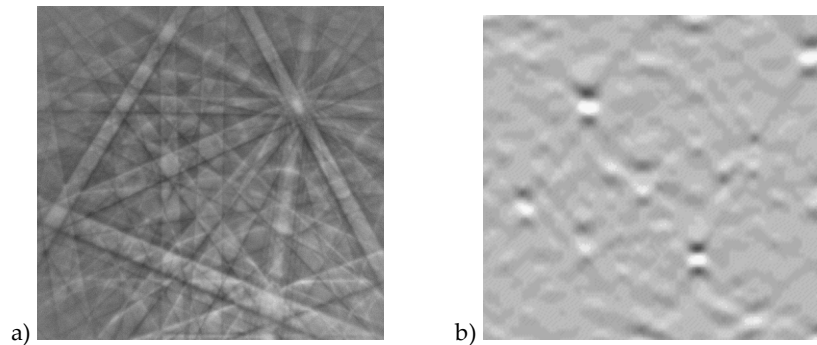


figure III. 3 : a) Cliché de Kikuchi et b) reconnaissance des bandes dans l'espace de Hough.

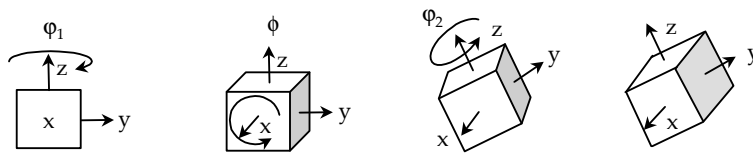
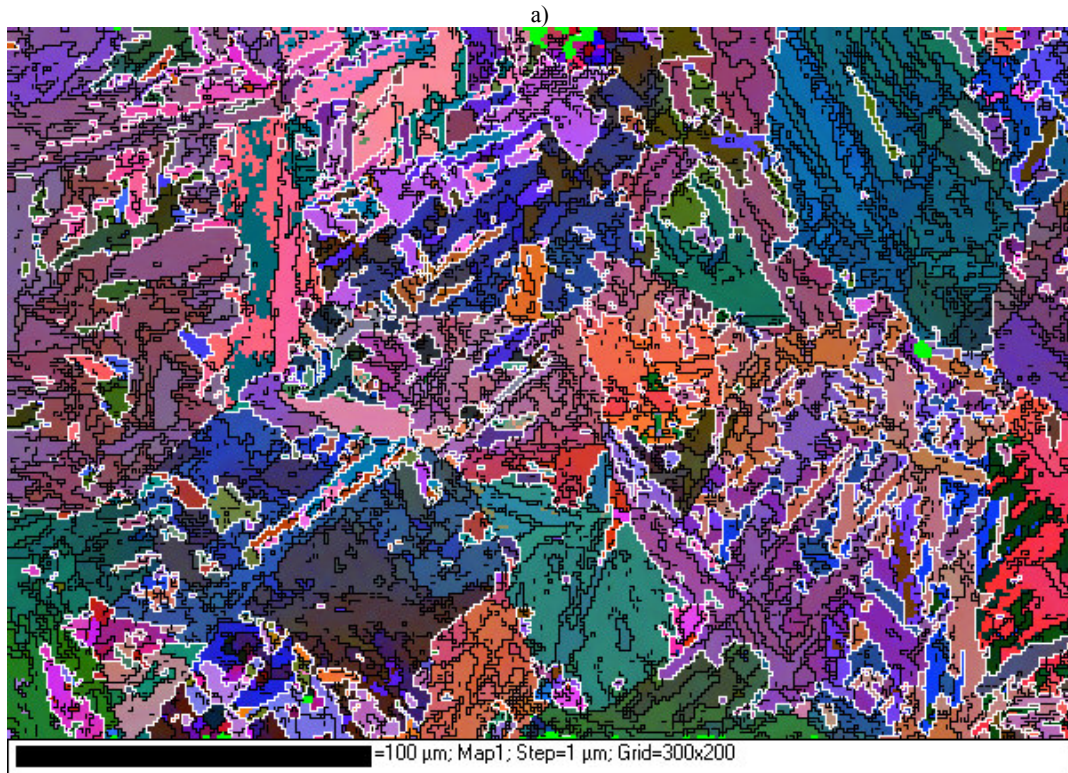


figure III. 4 : Définition des angles d'Euler (ϕ , Φ , ϕ_2) (Notation de Bunge).

La figure III. 5 présente des cartographies EBSD réalisées sur les différentes microstructures de ZAC. Les micrographies optiques correspondantes après attaque au nital 2% sont données à la figure III. 6. N.B. : Les structures bainitiques de CGHAZ-100s et ICCGHAZ-100s sont identiques. Bien que les études EBSD aient été réalisées sur les trois ZAC systématiquement, on ne présentera ici que les résultats concernant les ZAC à gros grains (CGHAZ-100s et CGHAZ-500s).

Les orientations cristallographiques locales sont décrites par les trois angles d'Euler ϕ , Φ , ϕ_2 par rapport au repère de l'échantillon³ (Leonhard Euler 1775) (figure III. 4). La colorisation des cartographies se fait relativement à ces trois angles auxquels le logiciel attribue trois échelles de couleurs (Bleu, Vert, Rouge). Sur les cartographies, chaque pixel représente une mesure EBSD. Lorsque la qualité des clichés de diffraction est mauvaise (superposition de deux clichés aux joints de grains, présence de secondes phases...), l'indexation est impossible. Le taux d'indexation obtenu sur les microstructures bainitiques est cependant relativement bon ($\approx 90\%$). Les cartographies présentées

³ N.B. : Les microstructures de ZAC n'étant pas texturées, aucune attention particulière n'a été donnée à l'orientation de l'échantillon sur la platine EBSD. Les informations cristallographiques sont locales et relatives les unes par rapport aux autres.



b)



figure III. 5 : Cartographies EBSD. a) CGHAZ-100s, b) CGHAZ-500s

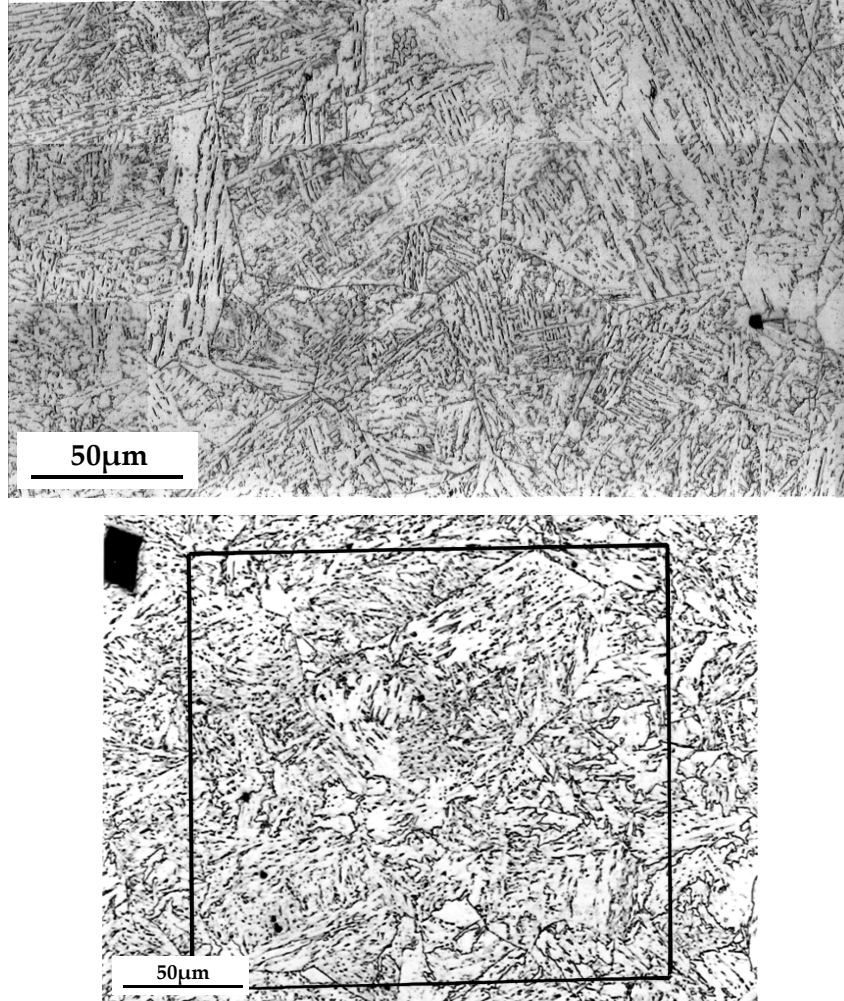


figure III. 6 : Micrographies optiques après attaque métallographique au nital 2%. A) CGHAZ-100s correspondant à la zone de la figure III. 5a, b) CGHAZ-500s : détail de la figure III. 5b.

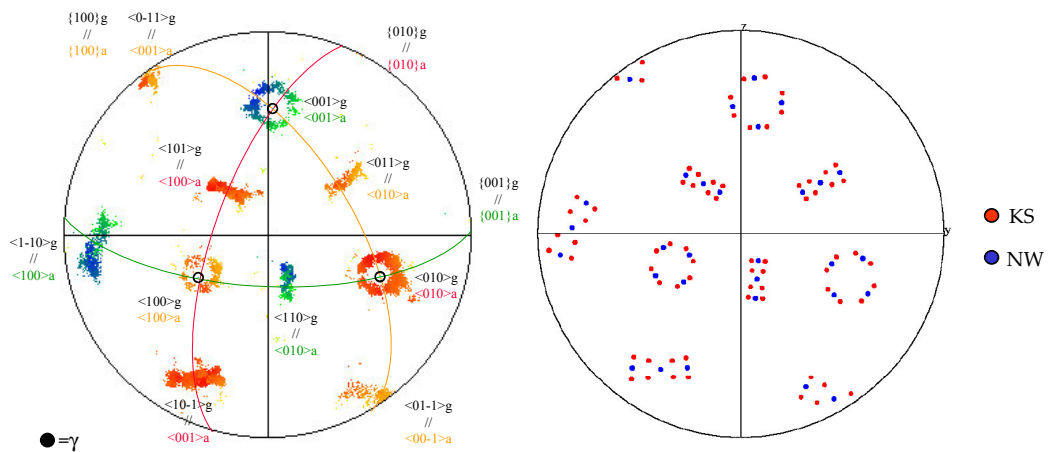


figure III. 7 : a) Figure de pôles {100} expérimentale des orientations de la bainite à l'intérieur d'un grain austénitique d'orientation approximative $\phi_1=-174^\circ$, $\phi_2=-26^\circ$, $\phi_3=-40^\circ$. b) Figure de pôles {100} calculée représentant l'ensemble des variants de Kurdjumov-Sachs (KS), ou de Nishiyama-Wassermann (NW) créés à partir de l'orientation de l'austénite mère.

à la figure III. 5 ont été nettoyées : les points isolés (surface $\leq 1\mu\text{m}^2$) sont éliminés par un procédé de « fusion », les orientations des points non indexés sont ensuite déterminées par interpolation spatiale. Sur ces cartographies, les joints de faibles ($<15^\circ$) et de fortes ($>45^\circ$) désorientations sont repérés par des traits noirs et blancs respectivement. Dans le cas de CGHAZ-500s, les paquets de lattes sont massifs ou « granulaires » et se distinguent assez nettement. Dans le cas de la ZAC CGHAZ-100s en revanche, les paquets bainitiques sont très imbriqués les uns dans les autres, et la microstructure est plus complexe. La microstructure de CGHAZ-100s est plus fine que celle de CGHAZ-500s.

La technique de l'EBSD au MEB permet également d'étudier la micro-texture locale de la bainite, au sein d'un ancien grain austénitique. Cette micro-texture peut être représentée par une figure de pôles, comme celle présentée à la figure III. 7a. Sur cette figure, on constate que la texture locale est loin d'être aléatoire. En supposant a priori une orientation pour l'austénite mère (points noirs sur la projection), on constate que les orientations cristallines de la bainite sont toutes situées dans la région de Bain (cf. tableau III. 1) par rapport à cette orientation d'austénite.

On montre plus précisément que les orientations de la bainite sont très bien décrites par l'ensemble des variants KS et NW (figure III. 7b). On constate par ailleurs que l'orientation du grain d'austénite mère se déduit facilement en prenant le centre des « cercles » observés sur la projection stéréographique des pôles {100} de la bainite dans un ancien grain austénitique donné. Ce résultat est important puisqu'il permet de retrouver l'orientation de l'austénite mère, même en son absence. En particulier, ceci ouvre la voie aux études de détermination du plan d'habitat, sans le recours de la microscopie électronique en transmission jusqu'ici indispensable.

Dans un ancien grain austénitique, on schématisera donc l'orientation de la bainite en trois composantes de texture bien distinctes, chacune constituée de 8 variants KS et 4 variants NW d'orientations proches.

Il n'existe cependant pas de lien évident entre l'orientation cristallographique des paquets et leur morphologie. Comme le montre la figure III. 8, deux paquets parallèles sur la micrographie peuvent être très désorientés (i.e. constitués de deux variants appartenant à deux composantes de texture différentes). A l'inverse, deux paquets très désorientés sur la micrographie peuvent être très proches d'un point de vue de la cristallographie (i.e. constitués de deux variants appartenant à la même composante de texture). **Les « grains cristallographiques » observés en EBSD ne correspondent pas aux « grains morphologiques » observés sur des micrographies après attaque.** Du point de vue de la rupture par clivage, cela signifie que les tailles de grains efficaces (i.e. celles qui induisent effectivement des déviations de fissures) doivent, en toute rigueur, être mesurées par EBSD et non par analyse d'images après attaque, comme c'est couramment le cas.

Partant de ce constat, on peut définir le « paquet bainitique » comme un volume cristallin qui diffère de son entourage par une désorientation cristallographique supérieure à une valeur critique. Dans le cas des ZAC, cette valeur critique est prise égale à 45° : Les entités cristallines formées de variants d'une même composante de texture (angle de désorientation $<20^\circ$) ne sont pas distinguées ; Celles formées de variants appartenant à deux composantes de texture (angle de désorientation $>50^\circ$) sont comptabilisées comme deux « paquets bainitiques ». N.B. : Le choix de cette valeur critique n'est en réalité pas arbitraire et s'appuie sur l'étude des mécanismes de rupture (cf. Chapitre V).

La figure III. 9 présente les fonctions de répartition des tailles de « paquets bainitiques » (mesurées par la méthode des intercepts linéaires en EBSD) dans le cas des ZAC CGHAZ-100s et CGHAZ-500s. Les paquets de lattes ne sont pas convexes, ni équiaxes si bien que les histogrammes présentent des densités très élevées de petits grains. La taille moyenne des paquets est égale à $12\mu\text{m}$ pour CGHAZ-100s et à $35\mu\text{m}$ pour CGHAZ-500s. Ces résultats confirment l'effet d'un refroidissement lent sur le grossissement de la structure.

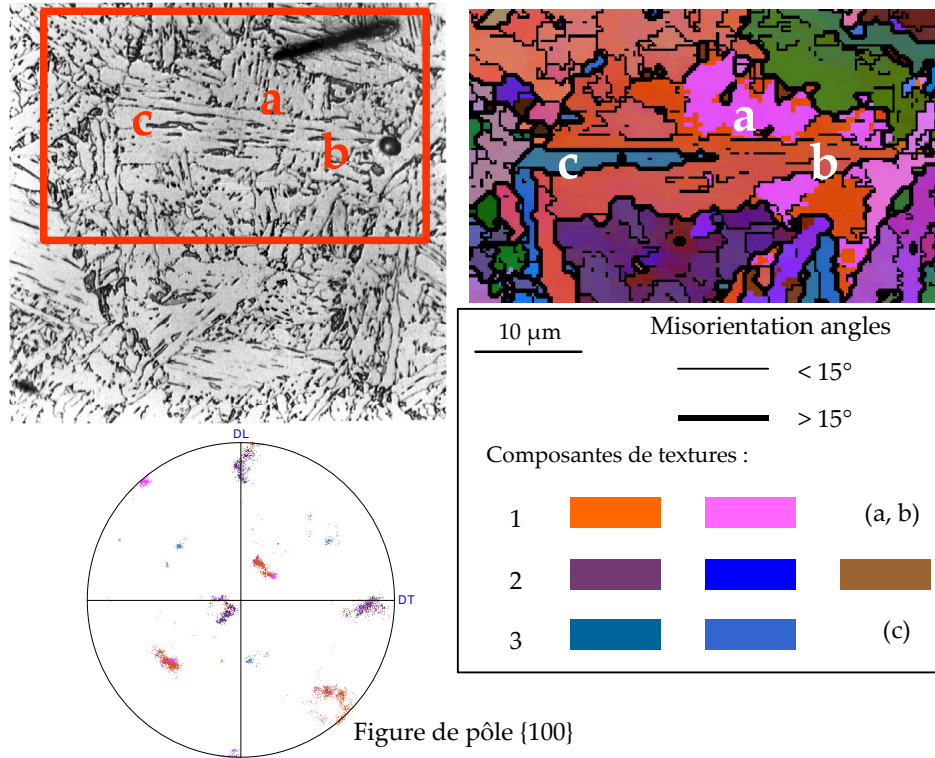


figure III. 8 : a) Cartographie EBSD d'un ancien grain austénitique de la ZAC à gros grains CGHAZ-100s. Sur cette cartographie, les joints de fortes (faibles) désorientations i.e. $>15^\circ$ ($<15^\circ$, respectivement) sont représentés par un trait noir épais (fin, respectivement). La figure de pôles {100} (c) permet également de visualiser les désorientations entre les grains de couleurs différentes. b) Micrographie correspondante après une attaque métallographique au réactif DINO. Les paquets a et b ont des orientations cristallographiques très proches, malgré leur désorientation « morphologique ». Les paquets b et c sont morphologiquement parallèles. Ils sont néanmoins très désorientés d'un point de vue cristallographique.

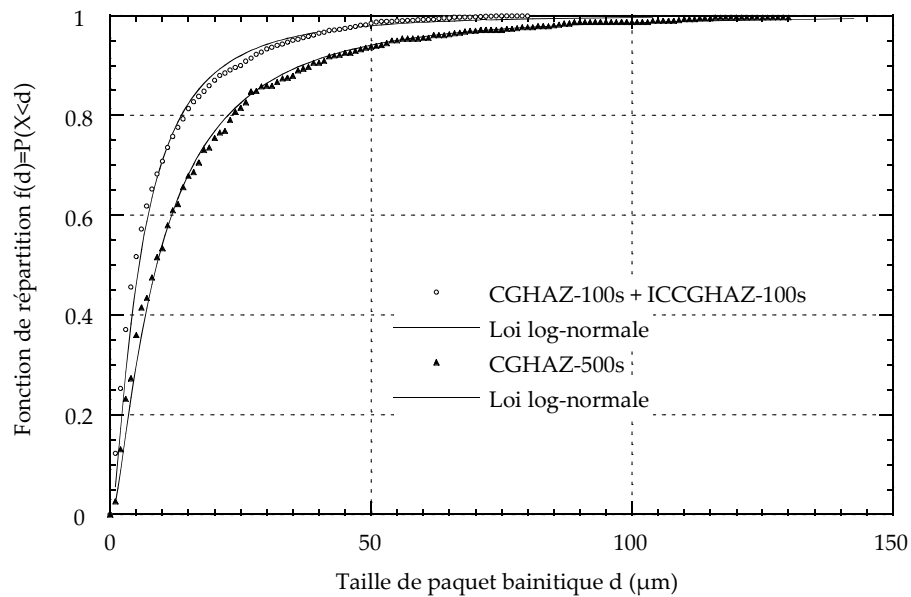
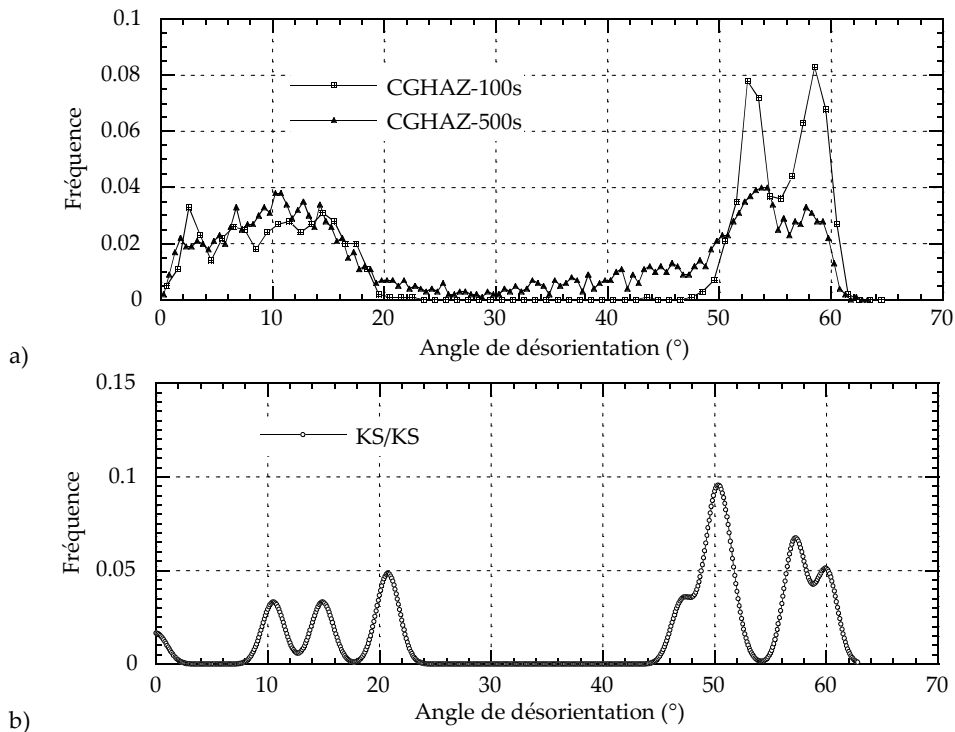


figure III. 9 : Fonctions de répartition des tailles de paquets bainitiques de CGHAZ-100s et CGHAZ-500s.

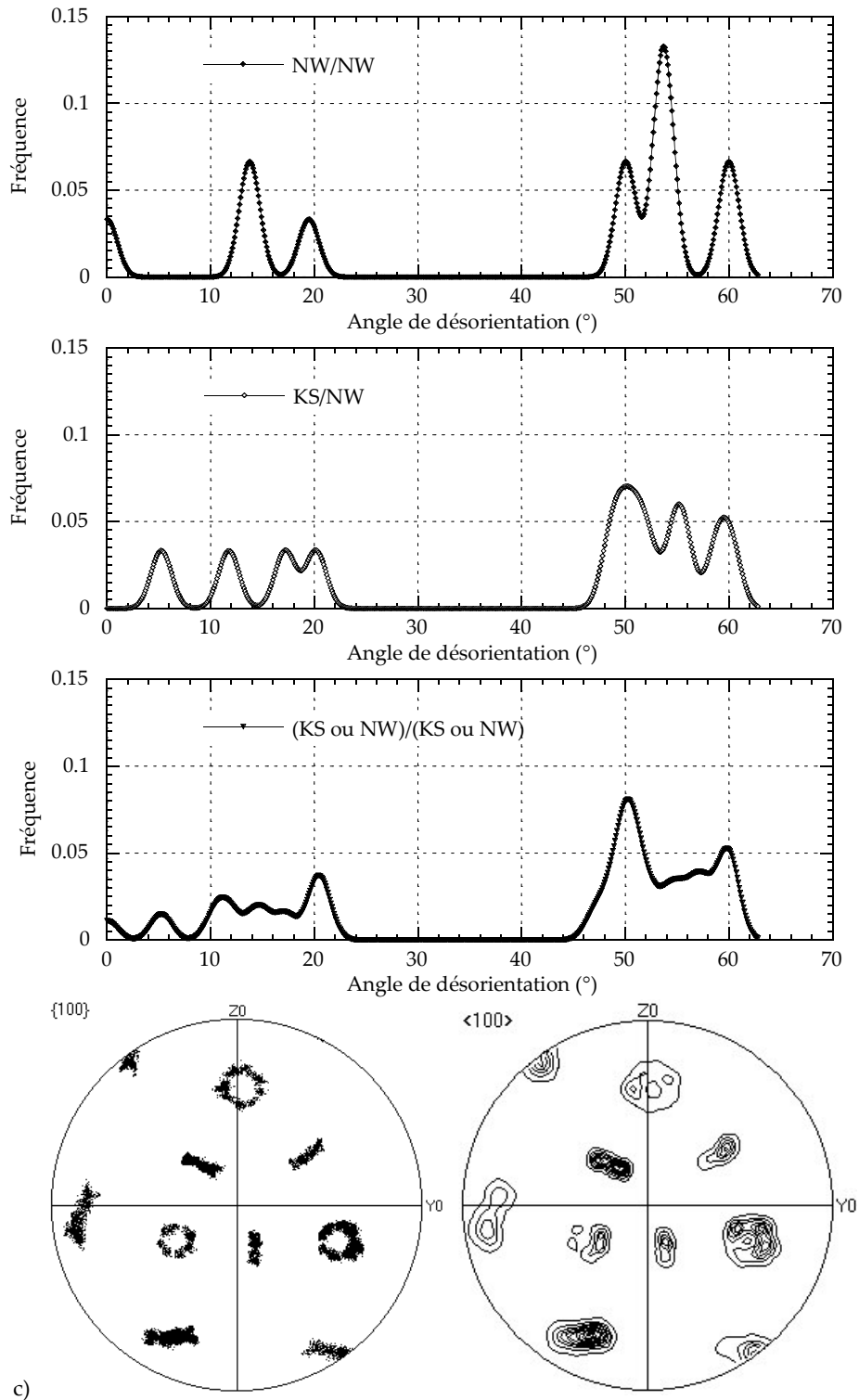
Les histogrammes de fréquence de désorientations (de grain à grain voisin) sont représentés à la figure III. 10. La plupart des joints se classent parmi deux catégories d'angles de désorientations : angles inférieurs à 15° et angles compris entre 50° et 60° . La principale différence entre les structures des trois ZAC est que la population des joints de faibles désorientations est nettement plus forte pour la microstructure CGHAZ-500s (figure III. 10a).

Ces histogrammes de fréquence peuvent être comparés aux histogrammes théoriques de désorientations sous l'hypothèse d'équiprobabilité de germination des différents variants, en relation KS/KS, KS/NW, NW/NW et enfin (KS ou NW)/(KS ou NW) (figure III. 10b). Ces histogrammes reprennent en partie les travaux de E. Bouyne [BOU99] qui classe les désorientations entre variants selon trois groupes : (i) les désorientations faibles comprises entre $5,25^\circ$ et 21° , (ii) les désorientations importantes de $49,5^\circ$ à 60° autour de $[011]_\alpha$ et (iii) les relations de macle correspondant à une rotation de 60° autour de $[111]_\alpha$.

Les désorientations expérimentales « décorréelées⁴ » sont toutes reproduites par les relations d'orientations KS et NW. On retrouve, en ce sens les résultats de la figure III. 7 et la mise en évidence des relations d'endotaxie entre austénite mère et bainite. Les histogrammes de fréquence de désorientations entre paquets (figure III. 10a) ne retracent pourtant pas, de manière équiprobable, la totalité des angles théoriquement possibles, en particulier ceux à 20° et, dans une moindre mesure, ceux à 50° . La non-équiprobabilité du choix de variants est mise en évidence par la figure de pôles $\{100\}$ en isovaleurs de fréquence (figure III. 10c). **Le choix de variants voisins lors de la germination de la bainite n'est donc pas aléatoire.** L'étude plus précise des mécanismes de germination de la bainite, qui sera abordée au paragraphe 3, tentera d'expliquer ce phénomène jusqu'à présent peu observé [GOU00].



⁴ Le terme « décorréélé » signifie que les désorientations sont mesurées entre grains, sans prise en compte de l'information spatiale. Tous les grains, même non voisins, sont considérés dans le calcul des désorientations.



c) *figure III. 10 : a) Histogrammes expérimentaux de désorientations entre paquets bainitiques voisins pour les trois microstructures de ZAC, b) Histogrammes théoriques de désorientations entre paquets bainitiques sous l'hypothèse d'équiprobabilité de germination des différents variants, en relation KS/KS, KS/NW et NW/NW (N.B. : Chaque désorientation est modélisée par une gaussienne de largeur 5° à mi-hauteur), c) Figure de pôles {100} au sein d'un grain austénitique de la ZAC CGHAZ-100s, en occurrence (à gauche) et en isovaleurs de fréquence (à droite).*

2.2 Analyse à l'échelle de la latte : MET

2.2.1 Procédures expérimentales

Préparation des échantillons

La structure bainitique des ZAC a été étudiée par microscopie électronique en transmission sur un appareil Philips CM200 FEG. Les lames minces sont polies mécaniquement (papier SiC et cuvetage au « dimpler ») puis électrolytiquement dans un bain acéto-perchlorique (950ml acide acétique CH₃COOH, 50ml acide perchlorique HClO₄). Le polissage électrolytique est réalisé à l'aide d'un amincisseur Ténupol 3, à 15°C, sous une tension de 75V, et sous contrôle d'une cellule photoélectrique. Cette technique permet d'optimiser la taille de la zone observable (∅≈500µm), et de limiter le diamètre du trou (<150µm).

Mesure des désorientations entre lattes

Les désorientations entre lattes bainitiques ont été mesurées par diffraction, à partir de clichés de Kikuchi. Pour cela, la lame est orientée de telle sorte que les lattes diffractent à proximité d'un axe de zone connu. Les clichés de Kikuchi correspondant à deux lattes voisines sont comparés : en particulier, on mesure la distance X séparant les centres des deux clichés. La largeur D d'une bande de Kikuchi connue permet de déterminer une relation entre l'angle de désorientation et la distance, via la relation de Bragg : $2d \cdot \sin\theta = \lambda$ (Eq. III. 1), où d est la distance interréticulaire de la bande de Kikuchi choisie et λ est la longueur d'onde à 200kV ($\approx 0,0251\text{Å}$). La table de correspondance ci-dessous permet alors de déterminer l'angle α de désorientation entre les lattes :

$$2\theta \leftrightarrow d$$

$$\alpha \leftrightarrow X$$

2.2.2 Résultats

La figure III. 11 présente la structure en lattes de la zone à gros grains CGHAZ-100s. Dans le cas d'un refroidissement rapide ($\Delta t_{700^\circ\text{C}/300^\circ\text{C}}=100\text{s}$), la ferrite bainitique se présente sous forme de lattes fines et allongées, de forme plus ou moins irrégulières. L'épaisseur moyenne des lattes est inférieure au micron (tableau III. 4). Ces lattes sont séparées par une phase sombre, qui, dans le cas de CGHAZ-100s, est le plus souvent de la cémentite. Dans ICCGAZ-100s, cette cémentite disparaît lors du réchauffage intercritique au profit de fins liserés d'austénite résiduelle (figure III. 12). Lorsque le refroidissement est plus lent ($\Delta t_{700^\circ\text{C}/300^\circ\text{C}}=500\text{s}$), la morphologie en lattes est moins marquée ; la structure est plus granulaire et plus grossière (épaisseur moyenne des lattes=1,3µm) (figure III. 13). La figure III. 12 montre la présence d'une forte densité de dislocations à l'intérieur des lattes, caractéristique des microstructures bainitiques.

Dans la microstructure CGHAZ-500s, la présence de composés massifs d'austénite résiduelle issus de la transformation incomplète au refroidissement permet d'étudier les relations d'orientation entre austénite mère et bainite. Le cliché de la figure III. 14 indique un axe de zone commun aux deux phases $[011]_\gamma // [111]_\alpha$ et le parallélisme des plans $(-1-11)_\gamma$ et $(0-11)_\alpha$. Ces correspondances mettent en évidence les relations de Kurdjumov-Sachs entre l'austénite mère et la bainite, déjà révélées par EBSD.



figure III. 11 : Micrographie au microscope électronique en transmission sur lame mince. Champ clair d'un paquet bainitique de la ZAC CGHAZ-100s. On constate la présence de fins carbures et de liserés d'austénite résiduelle (en noir) entre les lattes parallèles de ferrite bainitique, caractéristique de la bainite supérieure.

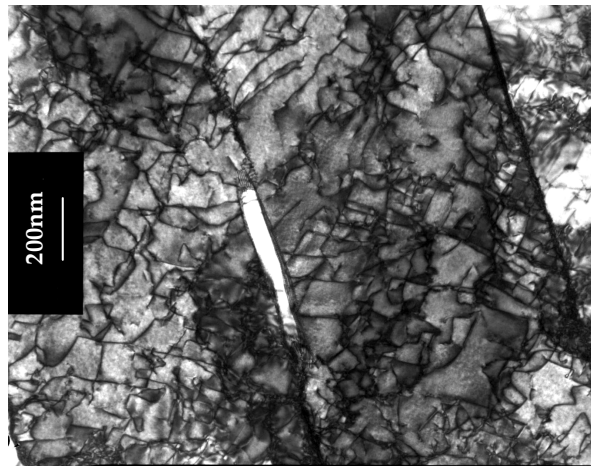


figure III. 12 : Micrographie au microscope électronique en transmission sur lame mince. Champ clair d'un paquet bainitique de la ZAC ICCGAZ-100s, mettant en évidence une densité de dislocations élevée. La particule claire interlattes est constituée d'austénite résiduelle.

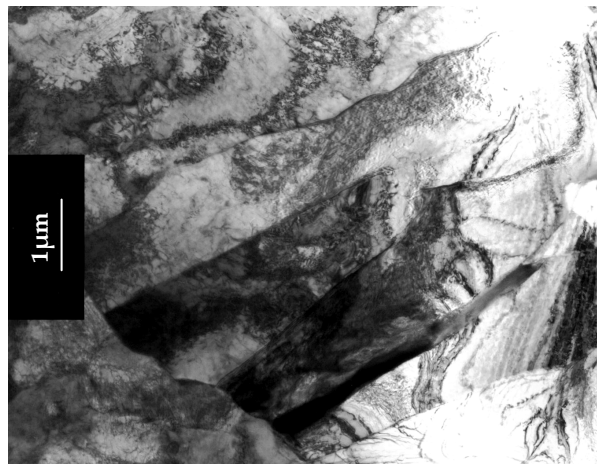


figure III. 13 : Micrographie au microscope électronique en transmission sur lame mince. Champ clair d'un paquet bainitique de la ZAC CGHAZ-500s. Les lattes sont épaisses, et la trace du plan des lattes plus sinueuse.

Les désorientations entre lattes voisines sont faibles, de l'ordre de 3° à 4° en moyenne (tableau III. 4 et figure III. 15). Toutes les mesures effectuées sont comprises entre $0,5^\circ$ et $9,5^\circ$, i.e. dans la région de Bain issue d'une même direction $\langle 100 \rangle_\gamma$ et se rapportent à la même composante de texture. Les désorientations entre lattes d'un même paquet bainitique sont donc décrites parmi 8 variants KS et 4 variants NW autour de $\langle 100 \rangle_\gamma$. Les joints de lattes, imagés en champ clair, révèlent la présence de réseaux réguliers de dislocations, caractéristiques d'interfaces semi-cohérentes de faible désorientation (figure III. 16). La densité élevée de dislocations génère des désorientations faibles ($<2^\circ$) à l'intérieur même des lattes, jusqu'à créer parfois une sous-structure de cellules (figure III. 16).

Microstructure	Taille moyenne de l'ancien grain γ (μm)	Taille moyenne de paquet bainitique (μm)	Epaisseur moyenne de latte (μm)	Désorientation moyenne entre lattes voisines ($^\circ$)
CGHAZ-100s	56	12	0,9	3,6
ICCGHAZ-100s	60	12	0,8	3,3
CGHAZ-500s	76	35	1,3	3,9

tableau III. 4 : Caractéristiques des microstructures bainitiques des différentes ZAC

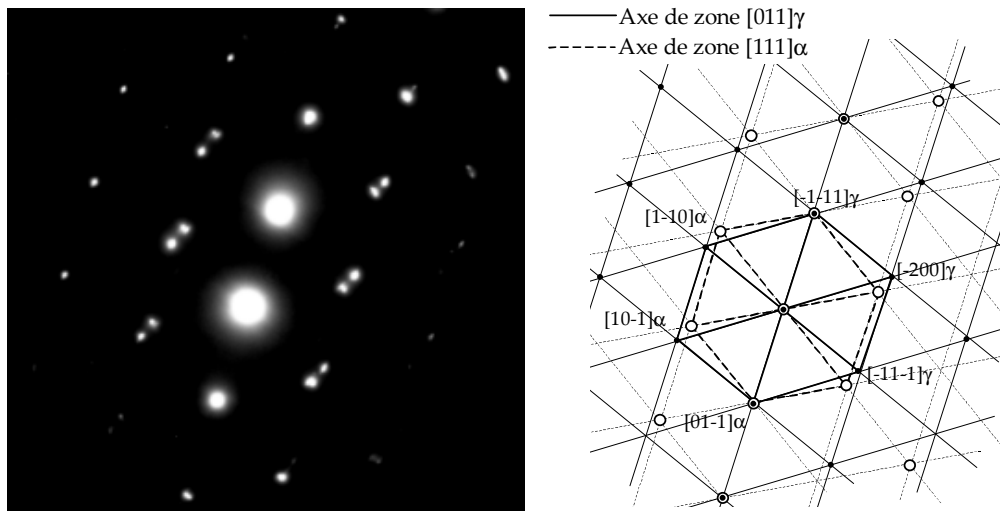


figure III. 14 : Cliché de diffraction obtenu en microscopie électronique en transmission, à l'interface entre un composé d'austénite résiduelle et la matrice bainitique de la microstructure CGHAZ-500s. Dans ce cas particulier, on met en évidence une relation d'orientation de type Kurdjumov-Sachs entre l'austénite mère et la bainite.

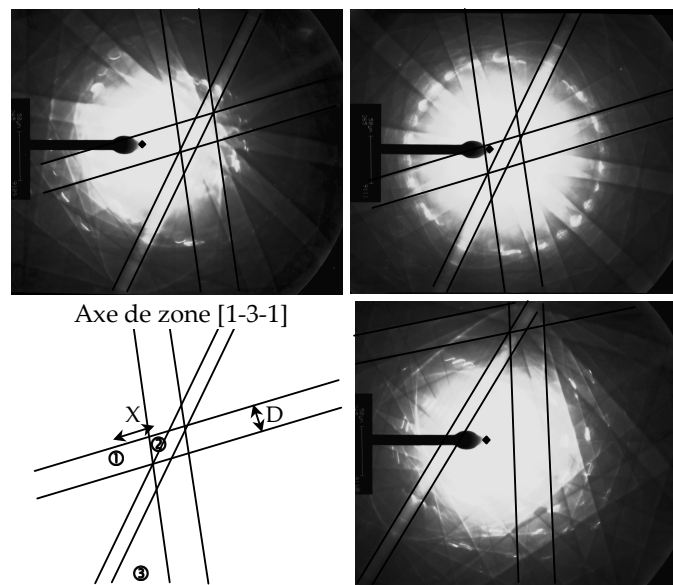


figure III. 15 : Clichés de Kikuchi proches d'un axe de zone [1-3-1] obtenus sur les lattes n°1, 2 et 3 de la figure III. 11 (MET). Les angles de désorientations mesurés sont : (①, ②)=1,8° ; (②, ③)=7,9°.

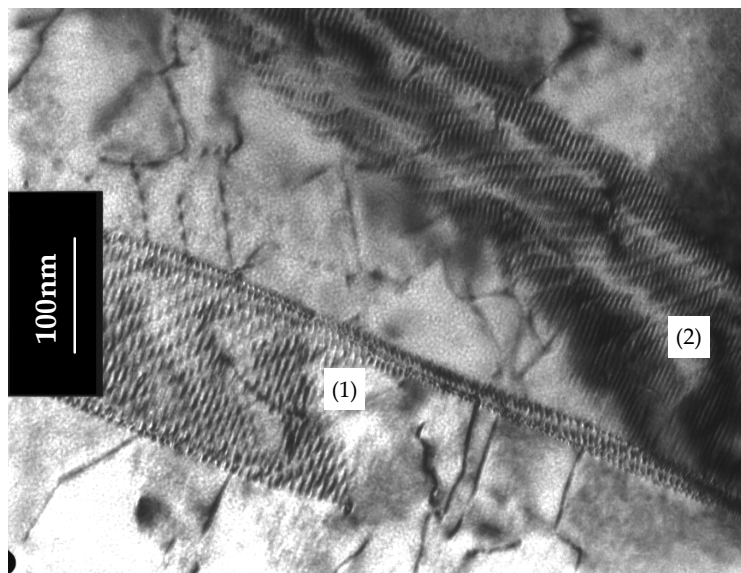


figure III. 16 : Micrographie au microscope électronique en transmission sur lame mince. Champ clair de deux lattes issues d'un même paquet bainitique (CGHAZ-100s) mettant en évidence un joint de lattes semi-cohérent (1) et une paroi de dislocations délimitant deux cellules dans une latte (2).

2.3 Discussion

2.3.1 Analyse des relations d'orientation

Les analyses EBSD montrent que la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ suit, au moins à peu près, les relations d'orientation de Kurdjumov-Sachs (KS) :

$$(111)_\gamma // (0-11)_\alpha \text{ et } [0-11]_\gamma // [111]_\alpha.$$

Ces relations, même approximatives, présentent l'avantage d'être simples et de rendre compte des « bonnes » tendances. Elles sont donc discutées en détail dans ce paragraphe. Certaines analyses plus fines, concernant les plans d'habitat entre autre, sont rediscutées en fin de chapitre.

Les relations KS, représentées sur une projection stéréographique, font apparaître 24 variants possibles au sein d'un même grain austénitique (figure III. 17). Ces 24 variants peuvent être divisés en 3 groupes de 8 variants : dans chaque groupe, les 8 variants se situent sur un cône autour d'un pôle $\{100\}_\gamma$. Ce regroupement apparemment arbitraire découle en réalité du mécanisme de Bain (figure III. 1) dans lequel $(100)_\gamma // (100)_\alpha$ et $[011]_\gamma // [001]_\alpha$. Chaque groupe de 8 variants KS se déduit donc d'un des 3 variants possibles de Bain par une rotation d'angle inférieure à 11° . Lorsque l'on étudie les mécanismes cristallographiques de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$, il peut être tout aussi approprié de regrouper les variants KS en 4 groupes de 6 dont un plan dense $\{110\}_\alpha$ est parallèle à un plan dense $\{111\}_\gamma$ commun aux six variants (figure III. 18a).

Les « grains cristallographiques » observés en EBSD ne correspondent pas aux « grains morphologiques ». En particulier, on observe que deux paquets parallèles sur la micrographie peuvent être très désorientés. Compte tenu des relations d'orientation, deux variants KS peuvent-ils posséder la même direction de croissance $\langle 111 \rangle_\alpha = \langle 011 \rangle_\gamma$ et/ou un plan d'habitat commun $\{011\}_\alpha = \{111\}_\gamma$?

- Seuls deux variants d'un groupe de 6 ont une direction de croissance commune $\langle 011 \rangle_\gamma = \langle 111 \rangle_\alpha$, tandis que le plan d'habitat (qui est le plan dense) est commun aux six variants.
- Les 24 variants peuvent également être divisés en 6 groupes de 4, chaque groupe ayant une direction de croissance commune $\langle 111 \rangle_\alpha$ mais un plan d'habitat différent. Un tel groupe est représenté en projection stéréographique à la figure III. 18b. Chaque groupe de 4 peut être divisé en deux groupes de 2. Les deux variants constituant ces 12 groupes de 2 possèdent des plans d'habitat différents qui se croisent sur la direction de croissance commune.

L'angle relatif entre deux variants est un facteur cristallographique à prendre en considération lorsque l'on s'intéresse aux propriétés mécaniques et de rupture de polycristaux. En outre, dans le cas de structures en lattes, le partage d'un plan d'habitat commun et/ou d'une direction de croissance commune est significatif pour la définition d'une taille de grain effective. L'étude détaillée des angles relatifs de désorientations entre variants peut donc être réduite à celle des groupes de 2, 4 ou 6 présentés ci-dessus.

Pour un variant KS α_i donné, on peut définir la matrice de rotation M_{α_i} du cube γ au cube α_i . Par exemple, si $(111)_\gamma // (011)_{\alpha_1}$ et $[01-1]_\gamma // [1-11]_{\alpha_1}$, M vérifie :

$$M_{\alpha_1} \cdot \begin{pmatrix} 1 \\ 1 \\ 1 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ 1 \\ 1 \end{pmatrix} \text{ et } M_{\alpha_1} \cdot \begin{pmatrix} 0 \\ 1 \\ -1 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 \\ -1 \\ 1 \end{pmatrix} \quad \text{Eq. III. 2}$$

M est une matrice de rotation, ne contenant que 6 coefficients indépendants, déterminés par les 6 équations ci-dessus. Dans le cas des relations KS, il existe 24 matrices de passage M_{α_i} , $i=1\dots 24$. La matrice de passage R du cube α_1 au cube α_2 s'écrit alors :

$$R = M_{\alpha_{12}}^{-1} \cdot M_{\alpha_{21}} \quad \text{Eq. III. 3}$$

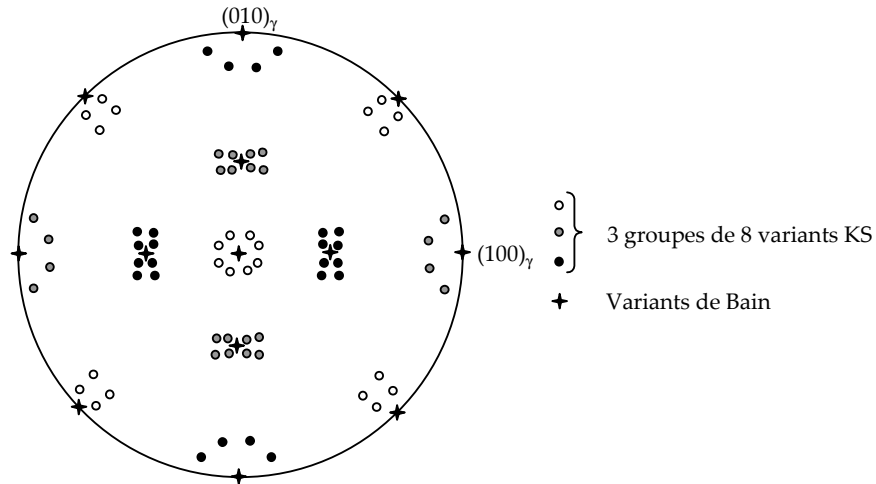


figure III. 17 : 24 variants issus des relations de Kurdjumov-Sachs regroupés en 3 groupes de 8. Les 3 variants de Bain sont également représentés. Figure de pôle (100).

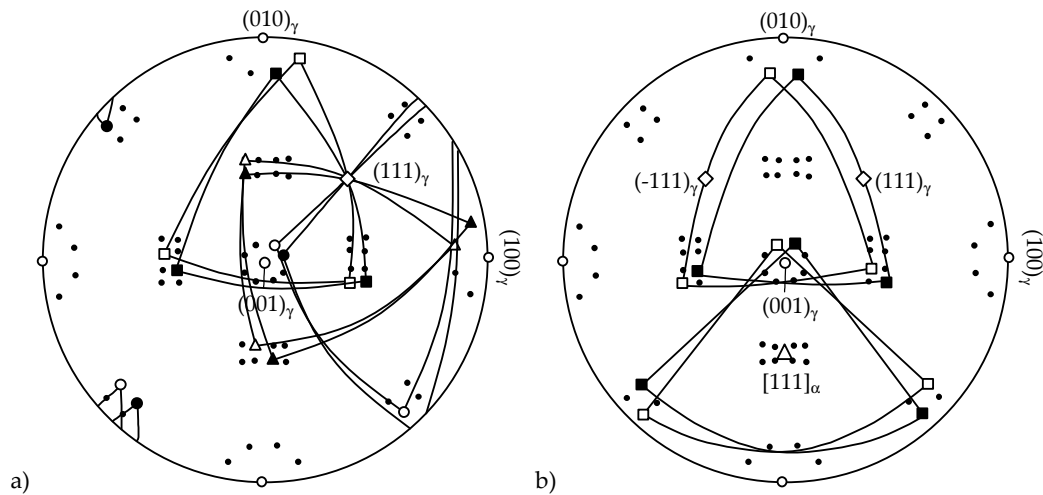


figure III. 18 : a) Projection stéréographique dans le repère de l'austénite d'un groupe de 6 variants KS issus d'un même plan dense (111)_γ, b) Projection stéréographique d'un groupe de 4 variants KS ayant une direction de croissance commune <111>_α. Les pôles {100} d'un même variant sont reliés par des lignes pour faciliter la lecture.

Nombre de Groupes	éléments	Rotation		Angle entre les pôles {100} _α		
		Axe	Angle			
2	a	<111> _α	60°	48,19°	48,19°	48,19°
4 (direction de croissance commune)	a	<111> _α	60°	48,19°	48,19°	48,19°
	b		49,47°	39,95°	39,95°	39,95°
	c		10,53°	8,59°	8,59°	8,59°
6 (plan dense commun)	a	<0-11> _α	70,53°	48,19°	48,19°	48,19°
	b		60°	60°	41,41°	41,41°
	c		49,47°	49,47°	34,42°	34,42°
	e		10,53°	10,53°	7,44°	7,44°

tableau III. 5 : Angles relatifs entre différents variants KS, d'après [KAL86].

Pour chaque couple de variants (α_i, α_j), on peut calculer la paire axe/angle minimal définissant la rotation R [BOU99, KAL86].

Ces résultats, résumés au tableau III. 5, conduisent aux conclusions suivantes :

- Les deux variants d'un groupe de 2 se déduisent d'une rotation de 60° autour de leur axe commun $\langle 111 \rangle_\omega$ qui représente également leur direction de croissance commune. Cette opération peut également être effectuée via une rotation d'angle $70,53^\circ$ autour de la normale $\langle 0-11 \rangle_\alpha$ au plan d'habitat. De tels variants sont dits « en relation de macle ».
- Les variants d'un groupe de 4 (combinaison de 2 groupes de 2) se déduisent les uns des autres par une rotation autour de leur direction commune $\langle 111 \rangle_\alpha$ et d'angle $10,53^\circ$, $49,47^\circ$ et 60° . Un tiers des joints possibles sont de faibles désorientations.
- Pour chaque groupe de 6 variants, la direction commune de type $\langle 0-11 \rangle_\omega // \langle 111 \rangle_\gamma$ est normale au plan dense. Les angles de rotation autour de cet axe sont : $10,53^\circ$, $49,47^\circ$ et $70,53^\circ$.
- Les angles entre les pôles $\{100\}_\alpha$ sont généralement inférieurs aux angles de rotation qui permettent de superposer les deux réseaux. Les variants d'un groupe de 8 arrangés autour d'un même pôle $\{001\}_\gamma$ sont faiblement désorientés : $7,44^\circ$ et $8,59^\circ$.

Conséquences et interprétation des résultats:

Les résultats expérimentaux montrent que les désorientations entre lattes d'un même paquet **morphologique** sont de deux types : Angles faibles $< 10^\circ$ en large proportion, et angles supérieurs à 45° en minorité (cf. figure III. 8). D'après ce qui précède, la condition d'un plan d'habitat commun $\{110\}_\alpha$ sans nécessairement direction de croissance commune résulte dans le choix d'un groupe de 6 variants. Parmi ces 6 variants, certains sont en relation de macle, donc fortement désorientés. D'autres sont très faiblement désorientés ($7,44^\circ$), ce qui est en accord avec les observations expérimentales. Il est en réalité probable que la fraction de lattes en relation de macle varie d'un alliage à un autre. D'après certains auteurs, les variants faiblement désorientés peuvent être favorisés dans la mesure où ils minimisent l'énergie d'interface, tandis que les variants en relation de macle peuvent être sélectionnés car ils limitent le changement de forme et diminuent l'énergie de déformation engendrée par la transformation [KAL86]. Dans l'acier bainitique $2^{1/4} \text{Cr} - 1\text{Mo}$, E. Bouyne a montré la prédominance de paquets parallèles en relation de macle [BOU99]. Cette structure très tenace est typique d'une structure de bainite inférieure ou de martensite, et se distingue en cela de la bainite supérieure et de la ferrite aciculaire [GOU00].

L'analyse des relations d'orientation indique également la possibilité que deux variants faiblement désorientés ne possèdent pas de plan d'habitat commun (cf. figure III. 8). Comme on le reverra par la suite (§3), cette propriété joue un rôle important dans la transformation bainitique des ZAC.

2.3.2 Effet de la vitesse de refroidissement sur la taille de grain

L'étude de la microstructure par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) et par microscopie électronique en transmission montre que la bainite correspondant au refroidissement le plus lent est nettement plus grossière (taille de lattes, tailles de paquets) que celle correspondant au refroidissement le plus rapide (voir tableau III. 4).

Un modèle a été développé à l'IRSID [MAU99] pour prédire la cinétique de croissance $D(t)$ des grains austénitiques en condition anisotherme. En l'absence de particules inhibitrices, cette cinétique est bien décrite par une loi puissance intégrée de la forme [GRO94]⁵:

$$\frac{1}{n} (D^n(t) - D_0^n) = \int_0^t M_0 \cdot \exp\left(\frac{-Q}{RT(t)}\right) \cdot dt \quad \text{Eq. III. 4}$$

Les notations sont précisées au tableau III. 6.

La mobilité M du joint de grain est une fonction thermiquement activée. La "force" du cycle thermique vis-à-vis de la croissance des grains dépend du temps passé à haute température et s'écrit

⁵ N.B.: L'effet de particules inhibitrices sur la croissance des grains austénitiques a été pris en compte par Ashby et Easterling [ASH82].

t	Temps (s)
D	Intercept moyen (μm)
D ₀	Intercept moyen initial (μm)
n	Exposant de la loi puissance
M ₀	Facteur pré-exponentiel de la mobilité ($\mu\text{m}^n/\text{s}$)
Q	Energie d'activation de la mobilité (kJ/mol)
T	Température (K)
R	Constante des gaz parfaits (kJ/mol)

tableau III. 6 : Notations utilisées pour la prévision de la cinétique de croissance des grains austénitiques.

Cycle thermique	Essai	A _{c1}	5%	10%	25%	50%	75%	90%	95%	A _{c3}	A _{r3}	5%	10%	30%	45%	90%	A _{r1}
1250°C - 100s	Moy.	758	798	818	851	874	897	918	930	950	618	582	570	551	540	500	449
	σ	6,9	8,9	7,8	7,9	7,6	8,0	8,2	9,2	7,3	8,4	6,3	5,2	3,8	3,8	3,6	10,2
1250°C - 500s	Moy.	750	790	813	845	871	892	916	928	945	665	638	628	612	604	565	510
	σ	0,0	8,7	7,4	5,0	6,0	7,6	9,8	7,6	8,7	10,0	7,6	6,8	6,4	4,0	4,6	13,2
1250°C - 100s +1250°C - 100s	Moy.	739	777	798	835	864	893	916	928	949	600	573	563	545	538	504	458
	σ	11,5	13,7	13,5	12,1	14,7	11,8	14,0	14,6	17,2	13,2	6,4	3,5	2,8	3,5	4,9	20,5

tableau III. 7 : Résultats des essais de dilatométrie. Points de transformation.

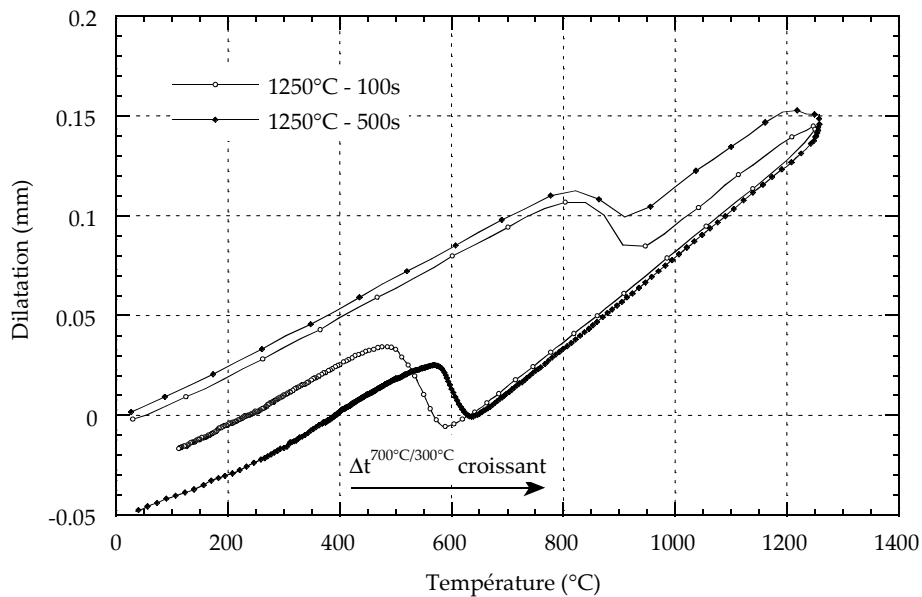


figure III. 19 : Enregistrements dilatométriques correspondant aux cycles de soudage des ZAC à gros grains : austénitisation à 1250°C après un chauffage très rapide (500°C/s) et refroidissements caractérisés par $\Delta t^{7/3}=100\text{s}$ et $\Delta t^{7/3}=500\text{s}$. On remarque un écart au chauffage dû à la dispersion expérimentale.

$$I(t) = \int_0^t M_0 \cdot \exp\left(\frac{-Q}{RT(t)}\right) \cdot dt \quad \text{Eq. III. 5}$$

C'est une fonction croissante du temps. Les grains austénitiques ne croissent pas aussi vite que $I(t)$ car la force motrice agissant sur les joints diminue quand les grains grossissent (coefficient $n > 1$). Une série de mesures (températures de pic variables) a été réalisée à l'IRSID sur le matériau de l'étude pour ajuster les paramètres du modèle [MAU99]. Pour l'acier considéré, les valeurs ajustées sont :

$$D_0 = 10 \mu\text{m}$$

$$n = 2$$

$$M_0 = 9.109 \mu\text{m}^2/\text{s}$$

$$Q = 215 \text{ kJ/mol}$$

qui correspondent aux valeurs communément trouvées dans la littérature sur le soudage pour ce type d'acier [GRO94].

Appliqué aux cycles de soudage expérimentaux, le modèle prédit les tailles de grains austénitiques suivantes : $41 \mu\text{m}$ pour CGHAZ-100s et $52 \mu\text{m}$ pour CGHAZ-500s. Ces valeurs sont légèrement inférieures aux tailles mesurées expérimentalement. Le modèle permet néanmoins de rendre compte de l'effet de la vitesse de refroidissement sur la taille de grain austénitique et peut être utilisé pour une étude paramétrique des conditions de soudage (Température de pic et critère de refroidissement).

3 Mécanismes de germination de la bainite

L'étude de la structure cristallographique des ZAC par EBSD et MET a montré que le choix de variants lors de la germination de la bainite n'est pas aléatoire. Si les relations KS et NW reproduisent bien les désorientations entre lattes et paquets d'un ancien grain austénitique, elles ne suffisent pas à décrire l'arrangement spatial de ces unités cristallographiques (i.e. les désorientations entre voisins). C'est pourtant la disposition d'ensemble des grains et leurs orientations **relatives** qui déterminent les propriétés mécaniques de ces microstructures : distance caractéristique de glissement, taille des facettes de clivage... Une étude des mécanismes de germination de la bainite a donc été entreprise à l'aide de traitements thermiques interrompus par trempe au refroidissement. Une étude dilatométrique préliminaire est présentée au paragraphe suivant.

3.1 Détermination des températures de transformation par dilatométrie

Les essais de dilatométrie permettent la détermination des températures de transformation au chauffage (A_{C1} et A_{C3}) et au refroidissement (A_{R1} et A_{R3}) au cours du cycle de soudage. Ils permettent également de mesurer la cinétique de transformation (ferrite→austénite au chauffage ; austénite→bainite au refroidissement), via le degré d'avancement et le taux de transformation. Les mesures dilatométriques sont réalisées sur la machine thermo-mécanique Gleeble 1500. Les éprouvettes utilisées sont de forme cylindrique (Diamètre=5mm, Longueur=9cm). La dilatation (diamétrale) est mesurée grâce à un capteur de déplacement inductif à tiges de quartz. Cette mesure est effectuée dans le plan du thermocouple de régulation et à mi-distance des mors [SAR91].

Les réactions sont caractérisées par les températures de transformation :

- Au chauffage : A_{C1} et A_{C3} (température de début et de fin de transformation austénitique), 5%, 10%, 25%, 50%, 75%, 90% et 95% de transformation.
- Au refroidissement : A_{R3} (ou B_s), A_{R1} , 5%, 10%, 30%, 45%, et 90% de transformation.

Ces points de transformation sont déterminés par la méthode de la tangente. Bien que cette dernière présente certaines limites lorsque les changements de pente sont très faibles (problèmes pour déterminer A_{C1} et A_{C3}), c'est également la plus simple d'utilisation (face à la méthode des dérivées). Les différents points de transformation, déterminés sur 35 essais sont présentés au tableau III. 7

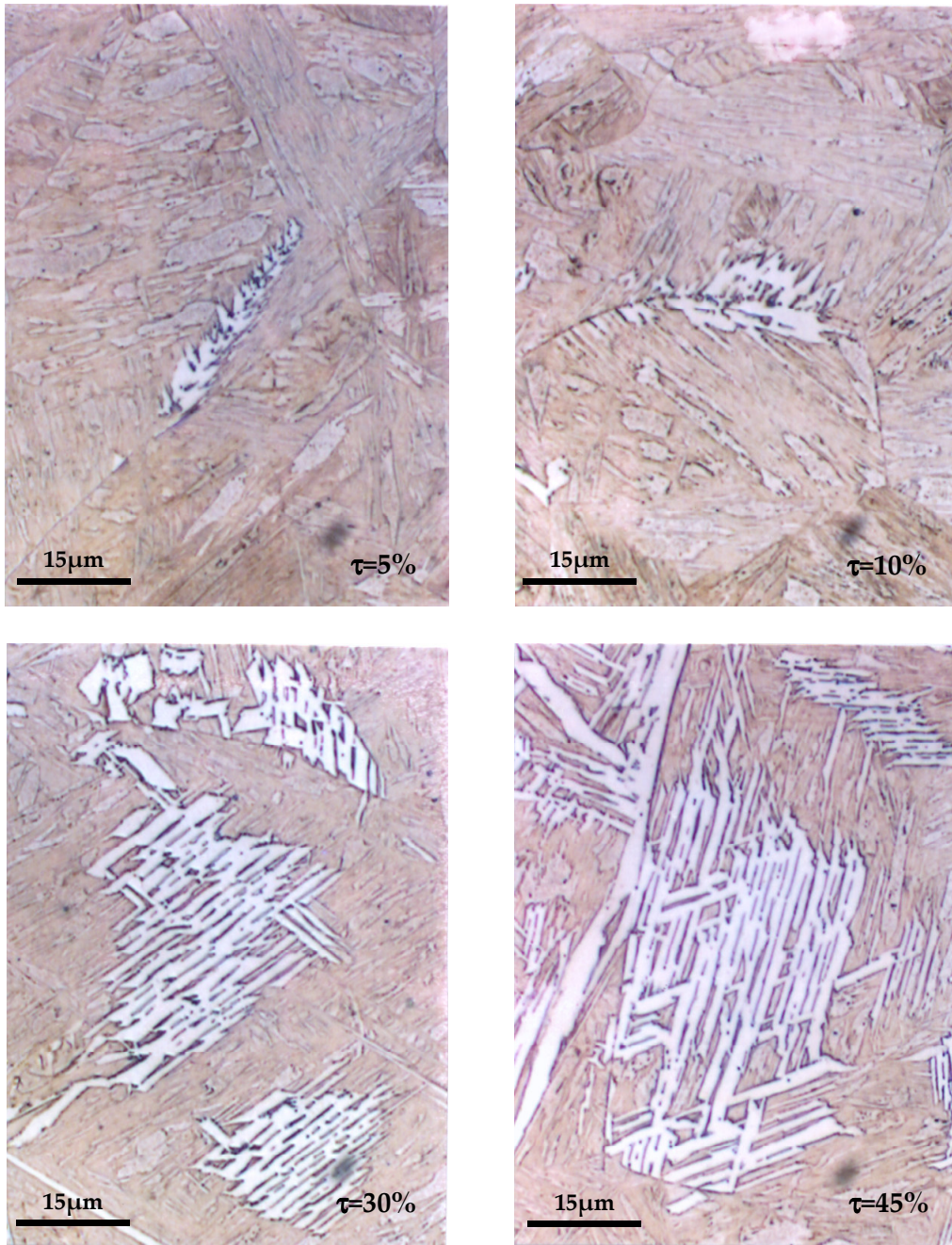


figure III. 20 : Micrographies optiques des microstructures partiellement transformées au refroidissement, pour un critère de refroidissement $\Delta t^{700^\circ\text{C}/300^\circ\text{C}}=100\text{s}$, et différentes fractions globales transformées τ . Attaque au réactif métabisulfite. On distingue en blanc les lattes de bainite et en gris la matrice martensitique.

τ (%)	5	10	20	45
T_{tremp} ($^\circ\text{C}$)	580	570	555	540

[COL99]. La dispersion expérimentale est relativement importante. Les écarts types peuvent atteindre 20°C.

La cinétique obtenue au chauffage à partir du métal de base (rampe 520°C/s) est caractérisée par les températures $A_{c1}=750^{\circ}\text{C}$ et $A_{c3}=945^{\circ}\text{C}$. Etant donnée la rapidité du chauffage, les domaines de température de transformation sont déplacés au-dessus des conditions d'équilibre. Ces températures sont également supérieures aux températures prédites par les formules d'Andrews, données pour un chauffage plus lent [AND65] :

$$A_{c1} (^{\circ}\text{C})=723-10.7\text{Mn}-16.9\text{Ni}+29.1\text{Si}+16.9\text{Cr}+6.38\text{W}=709^{\circ}\text{C} \text{ (Fractions massiques)} \quad \text{Eq. III. 6}$$

$$A_{c3} (^{\circ}\text{C})=910-203\sqrt{\text{C}}-15.2\text{Ni}+44.7\text{Si}+31.5\text{Mo}+13.1\text{W}=867^{\circ}\text{C} \text{ (Fractions massiques)} \quad \text{Eq. III. 7}$$

Les cinétiques sont par ailleurs accélérées par la surchauffe. Les forces motrices des transformations sont en effet d'autant plus grandes que l'écart à l'équilibre est important. L'effet de la microstructure initiale sur le début de la transformation au chauffage est significatif : L'austénitisation de la ZAC à gros grains débute plus tôt que celle du métal de base, de microstructure ferrito-perlitique.

D'une façon analogue au chauffage, les domaines de température de transformation au refroidissement sont déplacés en-dessous des conditions d'équilibre et sont d'autant plus bas que le refroidissement est rapide. L'influence de la vitesse de refroidissement est mise en évidence par les courbes dilatométriques de la figure III. 19. La température de début de transformation bainitique B_s (définissant le palier haut de la courbe en C sur un diagramme TTT) est couramment prédite par la relation empirique de Steven et Haynes [STE56] :

$$B_s, ^{\circ}\text{C} = 830 - 270 \% \text{C} - 90 \% \text{Mn} - 37 \% \text{Ni} - 70 \% \text{Cr} - 83 \% \text{Mo} \quad \text{Eq. III. 8}$$

Cette relation conduit à une température $B_s=645^{\circ}\text{C}$, assez proche des températures mesurées par dilatométrie.

3.2 Traitements thermiques interrompus

Les microstructures résultant de cycles thermiques interrompus par trempé martensitique ont été étudiées. Ces trempes ont été effectuées en cours de transformation bainitique au refroidissement (à 5%, 10%, 30% et 45% de transformation) dans les deux cas suivants : refroidissement rapide caractérisé par $\Delta t^{700^{\circ}\text{C}/300^{\circ}\text{C}}=100\text{s}$ et refroidissement lent caractérisé par $\Delta t^{700^{\circ}\text{C}/300^{\circ}\text{C}}=500\text{s}$. Une attaque colorante au métabisulfite permet de révéler la bainite transformée en blanc et la martensite trempée en brun. Les microstructures obtenues pour différents degrés d'avancement de la réaction sont présentées à la figure III. 20 et à la figure III. 21.

Les paquets de bainite se forment dans les deux cas par croissance de lattes allongées, non jointives, à partir des joints de grains austénitiques. Le taux de transformation varie beaucoup d'un grain austénitique à un autre : certains grains sont encore quasiment austénitiques lorsque d'autres ont subi une transformation avancée. Dans le cas du refroidissement lent, la germination aux joints de grains austénitiques donne naissance à une bande large et continue de ferrite bainitique qui croît ensuite à l'intérieur du grain en lattes épaisses, aux interfaces irrégulières. Dans le cas du refroidissement rapide en revanche, les lattes croissent depuis les joints de grains austénitiques jusqu'à l'intérieur en gardant une morphologie très rectiligne. Ces micrographies suggèrent que le mécanisme de transformation bainitique fait intervenir la diffusion de manière très importante lorsque $\Delta t^{7/3}=500\text{s}$, ce qui est moins le cas quand $\Delta t^{700^{\circ}\text{C}/300^{\circ}\text{C}}=100\text{s}$. Elles expliquent également la présence de composés M-A aux anciens joints de grains austénitiques dans le cas de la microstructure CGHAZ-100s.

L'étape de croissance se fait le plus souvent par la progression simultanée de deux réseaux de lattes fortement imbriqués et d'orientations morphologiques très différentes (figure III. 20). Des pointés EBSD montrent cependant que ces lattes ont des orientations cristallines très proches, mais non confondues (figure III. 22). Ces deux orientations sont en relation proche de celles de Kurdjumov-Sachs ou de Nishiyama-Wassermann avec l'austénite mère, et correspondent à deux variants d'une même composante de texture.

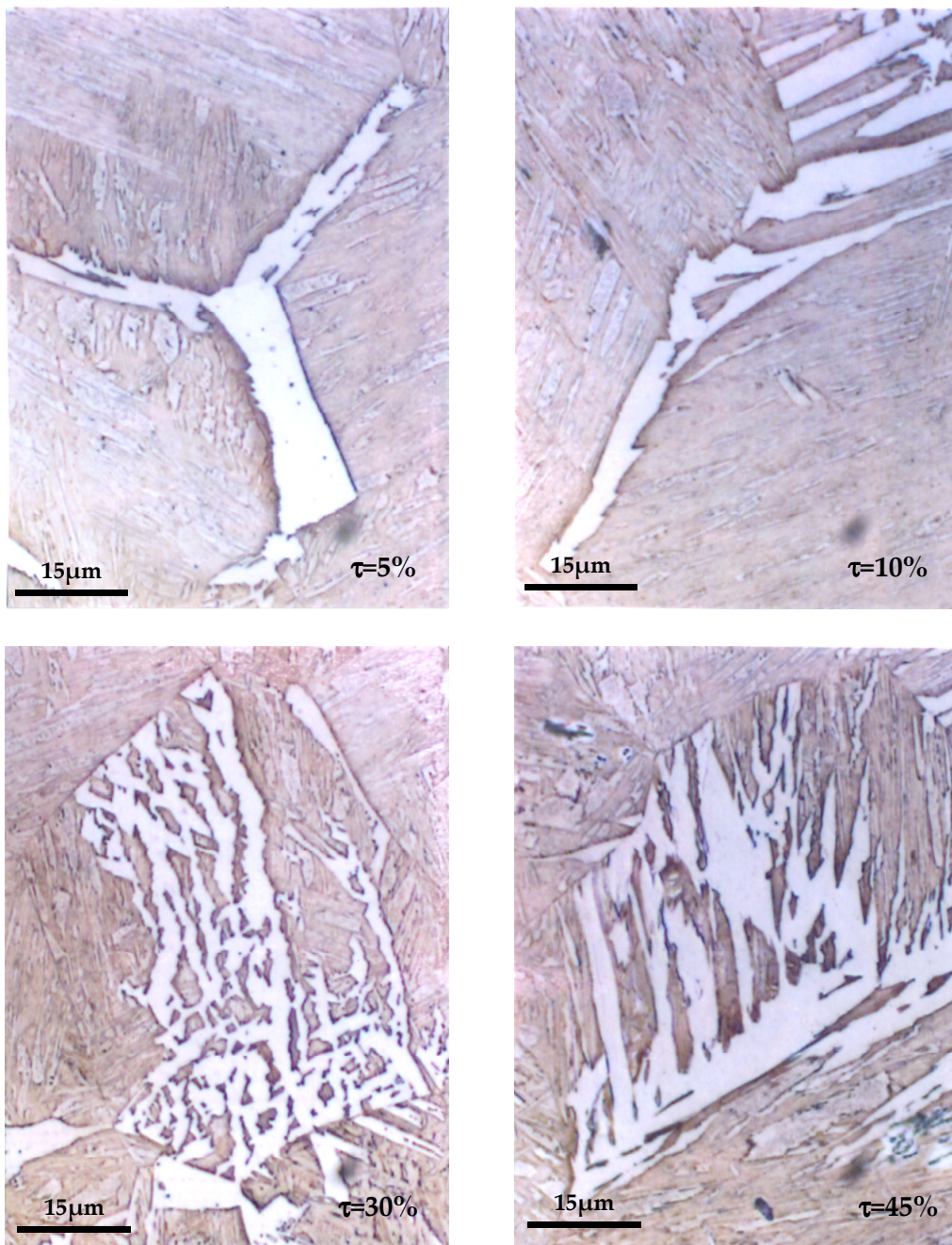


figure III. 21 : Micrographies optiques des microstructures partiellement transformées au refroidissement, pour un critère de refroidissement $\Delta t^{700^{\circ}\text{C}/300^{\circ}\text{C}}=500\text{s}$, et différentes fractions globales transformées τ . Attaque au réactif métabisulfite. On distingue en blanc les lattes de bainite et en gris la matrice martensitique.

τ (%)	5	10	20	45
$T_{\text{tremp}} (^{\circ}\text{C})$	640	630	615	605

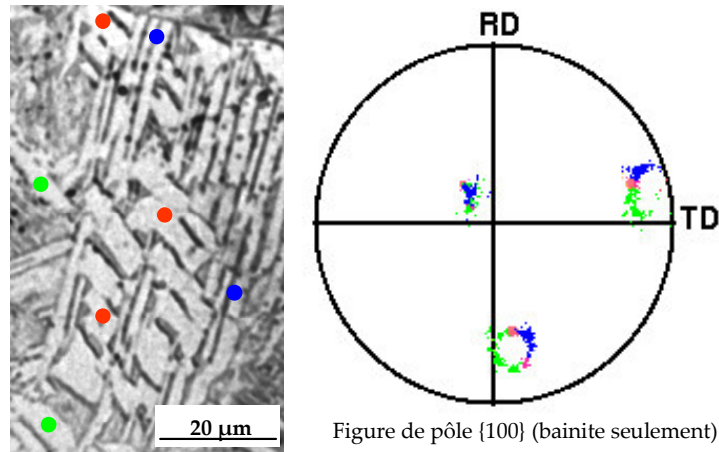


Figure de pôle {100} (bainite seulement)

figure III. 22 : Micrographie optique de la microstructure correspondant à un avancement de la transformation de 45% ($\Delta t_{700^{\circ}\text{C}/300^{\circ}\text{C}}=100\text{s}$) après une attaque au Nital. Figure de pôles {100} correspondante.

3.3 Germination par sélection de variants

L'analyse cristallographique des microstructures en cours de transformation bainitique souligne le caractère non arbitraire du choix de variants dans les mécanismes de germination. Cette sélection de variants et/ou de plans d'habitat peut suggérer un rôle de l'auto-accommodation des contraintes dans le processus de formation de ces différentes microstructures.

La transformation bainitique s'accompagne d'une déformation de cisaillement combinée à une légère dilatation volumique. Cette déformation libre engendre des contraintes dans l'austénite restante. Celles-ci peuvent favoriser la germination de variants particuliers qui minimisent l'énergie totale du système. Pour rendre compte de leurs observations expérimentales, Olson et Owen ont calculé les champs de contraintes bidimensionnels engendrés par une transformation de cisaillement, de type martensitique [OLS76bis]. Ces champs de contraintes, représentés à la figure III. 23, montrent que la germination d'un même variant est favorisée à la pointe de la latte initiale, tandis qu'un autre variant permet d'accommoder les déformations sur les côtés de la latte.

Dans le cas des transformations martensitiques, la théorie phénoménologique développée dans les années 50 permet de bien décrire le changement de forme. Cette approche, largement appliquée aux martensites en plaquettes, s'avère très concluante pour l'étude de la germination, et des propriétés cristallographiques qui en résultent. Dans le paragraphe suivant, cette théorie est appliquée aux transformations bainitiques afin de déterminer les déformations provenant du changement de phase. Une approche autocohérente classique a ensuite été utilisée pour étudier l'effet de différentes configurations de lattes sur l'énergie du système.

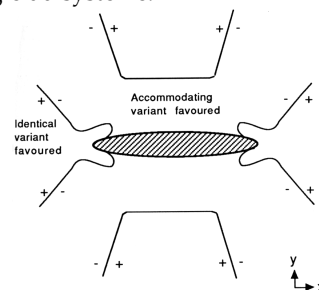


figure III. 23 : Isovaleurs de contraintes autour d'une particule de martensite dans le plan xy . Le cisaillement induit par la transformation est selon la direction x . Les signes positifs représentent les régions où la germination d'un même variant est favorisée. Les régions marquées de signes négatifs favorisent la germination de variants accommodants [OLS76bis].

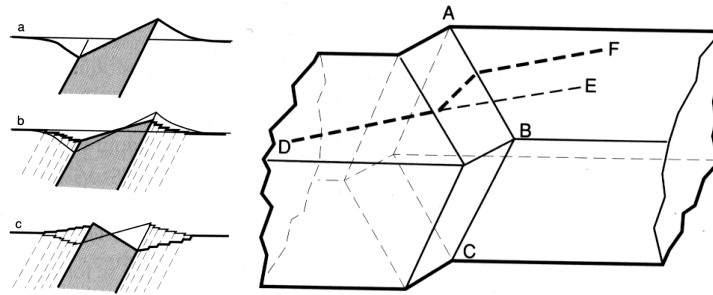


figure III. 24 : Déformation engendrée par un cristallite de martensite. Plan invariant ABC et relief créé sur la surface [PHI98].

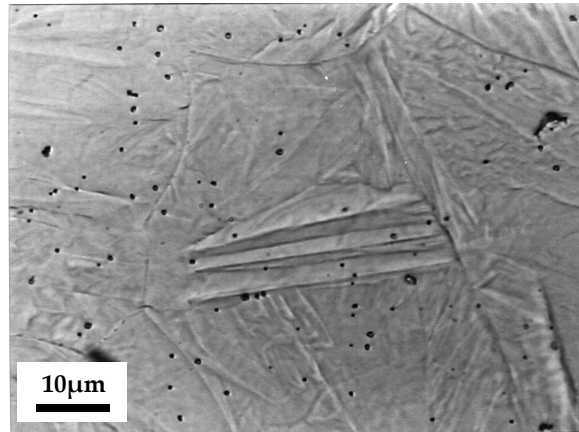


figure III. 25 : Relief observé expérimentalement en fin de transformation bainitique sur la surface d'un échantillon initialement poli. CGHAZ-100s

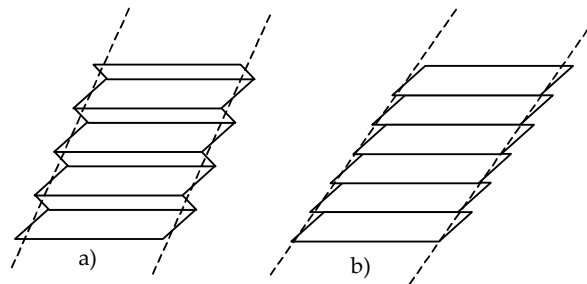


figure III. 26 : Déformation hétérogène S à réseau invariant a) par micromaillage, b) par glissement. Les traits pointillés sont les traces du plan d'accrolement [PHI98].

4 Discussion : quelques aspects de la théorie phénoménologique de la transformation martensitique.

4.1 Généralités

4.1.1 Transformations martensitiques

Dans les années 50, des auteurs ont proposé des modèles phénoménologiques pour décrire les caractères géométriques de la transformation martensitique et en particulier :

- Le changement de forme observé, exprimable par la matrice F (figure III. 24 et figure III. 25)
- L'existence de relations d'orientation particulières entre l'austénite et la martensite.
- L'existence d'un plan macroscopique invariant dans la transformation, encore appelé « plan d'accolement » (ou d'habitat) et caractérisé par deux propriétés de conservation : (i) Son orientation n'est pas changée par la transformation ; (ii) Les positions relatives des atomes dans ce plan ne sont pas modifiées (conservation des distances et des angles).

Ces modèles récemment revus par Wayman [WAY94] reposent sur la transformation homogène de Bain B, proposée par E. C. Bain en 1924 [BAI24], pour décrire le passage « cristallographique » d'une maille cubique à faces centrées à une maille quadratique centrée (voir figure III. 1). On applique ensuite à ce cristal un cisaillement hétérogène à réseau invariant, représenté par une matrice S , par une succession de micromaclages et/ou de glissements sur des plans parallèles, qui rend compte d'un plan macroscopique « non déformé » à l'interface (figure III. 26). Enfin, pour que ce plan soit invariant, il faut lui faire subir une rotation « de corps rigide » R . Au total, la transformation à plan invariant (« IPS ») s'exprime par le produit matriciel suivant :

$$\underline{F} = \underline{R} \cdot \underline{S} \cdot \underline{B} \quad \text{Eq. III. 9}$$

Cette théorie est « phénoménologique », i.e. qu'elle ne décrit pas la chronologie exacte de la transformation mais rend compte de son état initial et final. Les méthodes de résolution matricielles supposent quant à elles un ordre chronologique dans les phénomènes successivement modélisés. Cet ordre fictif conduit à des formulations différentes selon les auteurs (Wechsler et al. [WEC59] et Bowles et al. [BOW54, BOW54bis, MAC54]). On peut considérer par exemple que le cisaillement simple S se fait avant la déformation de Bain de la phase mère. Dans ce cas, l'équation précédente s'écrit : $F=R.B.S$. Les synthèses de Christian ont montré que ces approches sont en réalité équivalentes [CHR58].

4.1.2 Transformations bainitiques

Dans le cas des transformations bainitiques, le cisaillement hétérogène à réseau invariant ne peut être décrit par une succession de micromaclages, puisque ce dernier n'est pas observé expérimentalement. Il est le plus souvent défini comme un cisaillement double et justifié par la présence de deux réseaux de dislocations à l'intérieur des lattes. L'équation Eq. III.9 s'écrit alors :

$$\underline{F} = \underline{R} \cdot \underline{B} \cdot \underline{S}_2 \cdot \underline{S}_1 \quad \text{Eq. III. 10}$$

où S_1 et S_2 sont les deux cisaillements à réseau invariant. Autant que possible, S_1 et S_2 , définis par leurs plans de cisaillement p_1 et p_2 , leurs directions d_1 et d_2 et leurs amplitudes g_1 et g_2 , sont choisis de manière à représenter des systèmes de glissement rationnels. Dans son approche phénoménologique de la cristallographie des martensites en lattes (supposées proches des bainites), Kelly considère que la direction de glissement de S_1 est $[11-1]_\alpha$ (ou $[1-10]_\gamma$), comme pour le micromaclage. S_1 est donc de la forme $(hkl)[1-10]_\gamma$ où $(hkl)_\gamma$ varie de $(00-1)_\gamma$ à $(110)_\gamma$. Le cisaillement S_2 s'écrit $(hll)[0-11]_\gamma$ [KEL92].

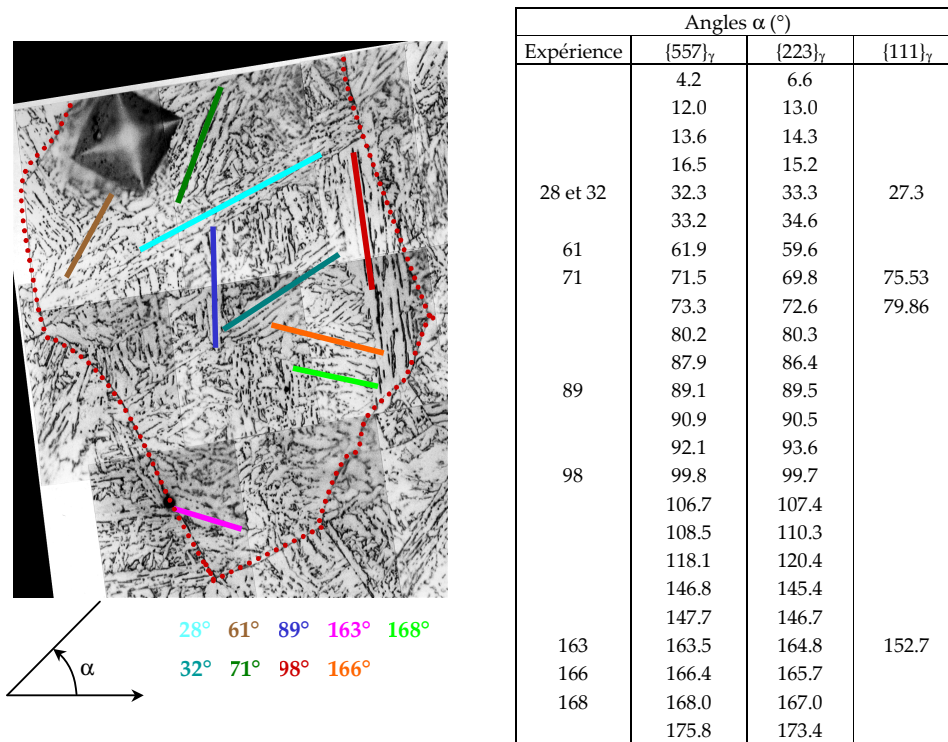


figure III. 27 : a) Mesure de l'angle α entre la trace du plan d'habitat et l'horizontale dans l'ancien grain austénitique étudié à la figure III. 7 t.q. (ϕ, Φ, ϕ)=(-174°, -26°, -40°) (microstructure CGHAZ-100s), b) Tableau comparatif entre ces mesures expérimentales et celles données pour différentes hypothèses : Trace {557}_γ, {223}_γ ou {111}_γ.

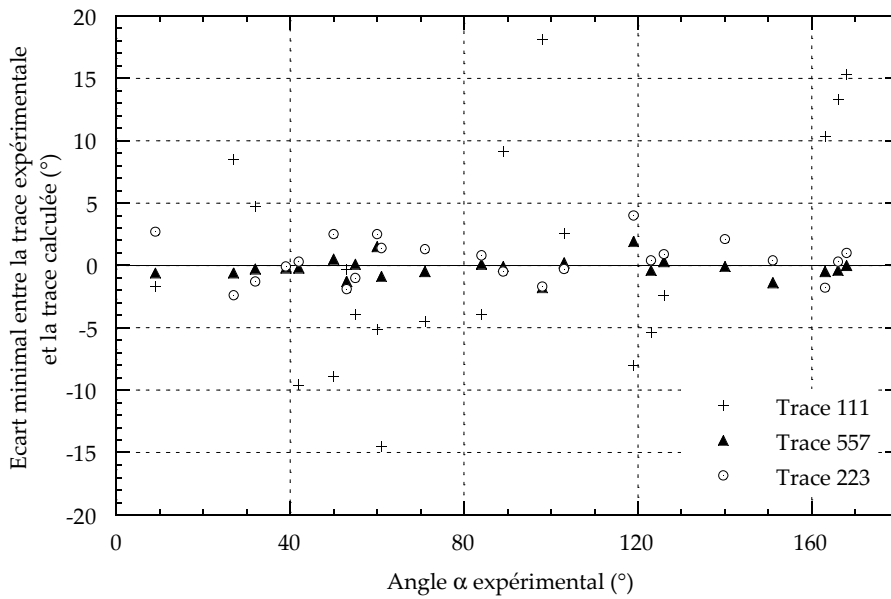


figure III. 28 : Ecarts minimaux entre les traces expérimentales et les traces calculées.

4.2 Application aux structures bainitiques des ZAC

4.2.1 Etude expérimentale du plan d'habitat

Pour chaque grain austénitique, l'étude de la figure de pôles {100} obtenue par EBSD permet de remonter facilement à l'orientation cristallographique de l'austénite mère (cf. figure III. 7). Un programme MathCad (écrit par A.F. Gourgues) permet alors de déterminer les traces des plans d'habitat $\{111\}_\gamma$, $\{557\}_\gamma$ ou $\{223\}_\gamma$ à partir des angles d'Euler du grain γ . Ces traces sont repérées par les angles α qu'elles font par rapport à l'horizontale (dans le sens trigonométrique). Elles sont comparées aux directions « longues » des arêtes les plus droites des paquets bainitiques.

Un exemple de mesure est rapporté à la figure III. 27. La compilation de l'ensemble des résultats obtenus est représentée à la figure III. 28. Les traces des plans d'habitat $\{557\}_\gamma$ et $\{223\}_\gamma$ sont très proches des traces expérimentales. L'écart minimal moyen est inférieur à 1° , ce qui est dans l'imprécision des mesures. Il est légèrement plus faible pour $\{557\}_\gamma$ que pour $\{223\}_\gamma$. En revanche, les traces expérimentales ne sont pas bien décrites par un plan d'habitat du type $\{111\}_\gamma$. Dans ce dernier cas, l'écart minimal moyen est égal à $9,5^\circ$. On considère donc le plan $\{557\}_\gamma$ pour l'approche phénoménologique de la transformation bainitique.

4.2.2 Développement du modèle

Préambule : Les approches phénoménologiques de la transformation martensitique (PTMC) sont le plus souvent développées en grandes déformations, ce qui complique leur analyse. Une approche simple, en petites déformations, a été exposée par Shibata-Nagagisawa et al. et permet d'aborder plus facilement ces théories [SHI90].

Variables et formulation

On rappelle que la déformation macroscopique à plan invariant s'écrit : $F=R.B.S_2.S_1$.

La matrice de Bain est fixée par la correspondance du cube γ au cube α , et par les paramètres de maille de la phase mère et de la phase fille. On choisit ici le variant de Bowles et MacKenzie. Le cisaillement S_2 est supposé connu, et issu des travaux de Kelly [KEL92]. L'amplitude du cisaillement g_1 de S_1 , et la matrice de rotation R sont les inconnues du problème.

Les cisaillements invariants de réseau peuvent s'exprimer comme :

- Pour S_1 , un cisaillement sur le plan $(11-5)_\gamma$ dans la direction $[1-10]_\gamma$ ($\Leftrightarrow(-231)_\alpha[11-1]_\alpha$), d'amplitude g_1 .
- Pour S_2 , un cisaillement sur le plan $(311)_\gamma$ dans la direction $[0-11]_\gamma$ ($\Leftrightarrow(211)_\alpha[1-1-1]_\alpha$) d'amplitude $g_2=0,1302$.

$$\underline{S}_1 = \underline{Id} + \frac{g_1}{\sqrt{54}} \cdot \begin{pmatrix} 1 & & \\ & 1 & \\ & & -5 \end{pmatrix}_\gamma \otimes \begin{pmatrix} 1 & \\ & -1 \\ & & 0 \end{pmatrix}_\gamma \quad \text{et} \quad \underline{S}_2 = \underline{Id} + \frac{g_2}{\sqrt{22}} \cdot \begin{pmatrix} 3 & & \\ & 1 & \\ & & 1 \end{pmatrix}_\gamma \otimes \begin{pmatrix} 0 & \\ & -1 \\ & & 1 \end{pmatrix}_\gamma \quad \text{Eq. III. 11}$$

Développement

La transformation structurale CFC \rightarrow CC, proposée par Bain, se traduit par une dilatation η_1 du réseau selon $[1-10]_\gamma$ et $[110]_\gamma$ et une contraction η_2 selon $[001]_\gamma$ (figure III. 1). La déformation B exprimée dans le repère (x, y, z) de la figure III. 29 s'écrit donc :

$$B = \begin{pmatrix} \eta_1 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_2 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_1 \end{pmatrix}_{\text{repère } \gamma} \quad \text{Eq. III. 12}$$

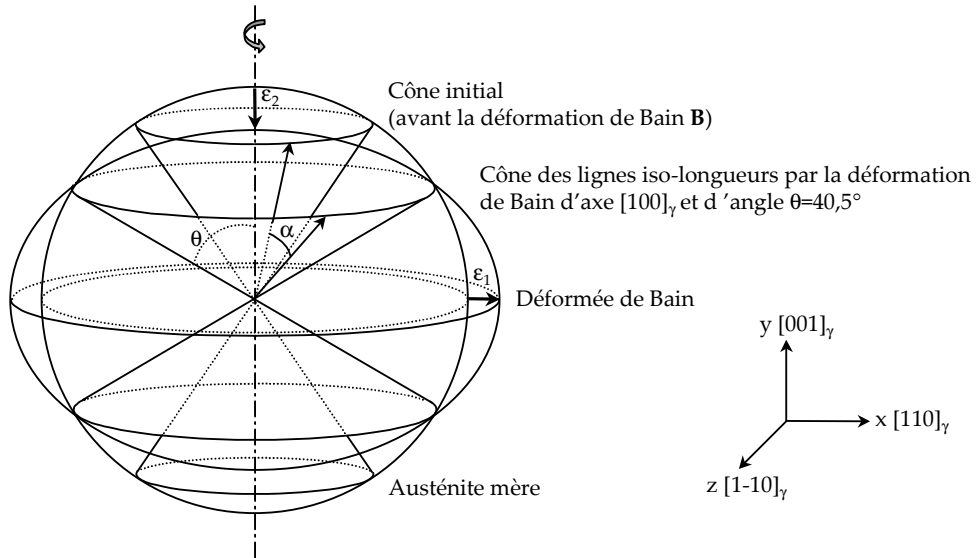


figure III. 29 : Déformation sphère → ellipsoïde illustrant le mécanisme de la transformation à ligne invariante.

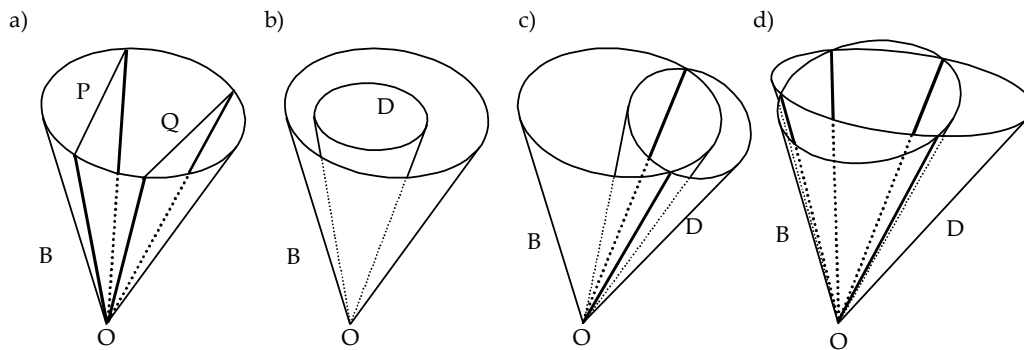


figure III. 30 : Illustration schématique des lieux de lignes iso-longueurs (en gras sur les figures). Le cône de Bain est noté B. Le cône de double cisaillement est noté D. a) Dans la théorie classique à un seul cisaillement hétérogène, le cône de Bain est intersecté par le plan invariant P et le second plan non distordu Q. b), c), d) Dans la théorie à double cisaillement hétérogène (cas des bainites), le lieu des lignes iso-longueurs est à l'intersection des cônes B et D. Dans les configurations b), c), d), on obtient respectivement 0, 2 ou 4 lignes iso-longueurs. Les cas dégénérés à 1 ou 3 solutions n'ont pas été représentés. D'après [ROS70].

avec $\eta_1 = \sqrt{2} \cdot \eta_2$ et $\eta_2 = a_\alpha/a_\gamma \approx 2,86 \text{ \AA}/3,592 \text{ \AA} \approx 0,79$, pour l'acier étudié.

N.B. : La matrice de correspondance du repère γ au repère α s'écrit :

$${}_\alpha C_\gamma = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & -1 \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix} \quad \text{Eq. III. 13}$$

La déformation macroscopique doit laisser au moins une ligne invariante, donc iso-longueur. Cette condition nécessaire s'exprime de la manière suivante :

$$\begin{aligned} \exists \bar{x} \neq \bar{0} \text{ t.q. } (F\bar{x}) \cdot (F\bar{x}) &= \bar{x} \cdot \bar{x} \\ \Leftrightarrow \exists \bar{x} \neq \bar{0} \text{ t.q. } {}^t\bar{x} \cdot ({}^tFF - \text{Id}) \cdot \bar{x} &= 0 \\ \Leftrightarrow \text{Det}({}^tFF - \text{Id}) = 0 &\Leftrightarrow \text{Det}({}^tS_1 \cdot {}^tS_2 \cdot {}^tB \cdot B \cdot S_2 \cdot S_1 - \text{Id}) = 0 \end{aligned} \quad \text{Eq. III. 14}$$

L'équation précédente permet de déterminer l'amplitude de cisaillement g_1 de S_1 . Parmi les deux solutions, on retient celle qui donne le moins de cisaillement.

La rotation de réseau R, seule inconnue restante, doit rendre la transformation à plan invariant : Cela se traduit par l'existence d'au moins deux vecteurs de normes invariante et tels que l'angle entre eux est constant par $B \cdot S_2 \cdot S_1$. Une condition suffisante à la conservation de la norme par $B \cdot S_2 \cdot S_1$ est d'une part la conservation de la norme par $S_2 \cdot S_1$ (condition n°1) et d'autre part la conservation de la norme par B (condition n°2).

Le lieu géométrique des vecteurs vérifiant la condition n°1 est un cône. De même, la déformation de Bain B laisse un cône de lignes iso-longueurs (condition n°2) d'angle au sommet θ tel que (figure III. 29) :

$$\theta = \arctan \sqrt{\frac{\eta_1^2 - 1}{1 - \eta_2^2}} \approx 40,5^\circ \quad \text{Eq. III. 15}$$

Le lieu géométrique des vecteurs de normes invariante par $S_2 \cdot S_1$ et B correspond à l'intersection de deux cônes de même sommet O (figure III. 30). Parmi les solutions possibles (4 au maximum), deux vecteurs non colinéaires \bar{u}_1 et \bar{u}_2 sont tels que l'angle entre eux est constant par $B \cdot S_2 \cdot S_1$ et donc par F. Cette paire de vecteurs définit le plan invariant par F. La normale h au plan invariant est donnée par :

$$\bar{h} = \frac{\bar{u}_1 \wedge \bar{u}_2}{|\bar{u}_1 \wedge \bar{u}_2|} \quad \text{Eq. III. 16}$$

Expression de la déformation macroscopique

Soient \bar{d} la direction de cisaillement macroscopique engendré par la transformation, m la quantité de cisaillement, et h la normale au plan invariant. La déformation macroscopique F s'écrit :

$$\underline{\underline{F}} = \underline{\underline{Id}} + m \times \bar{d} \cdot {}^t\bar{h} \quad \text{Eq. III. 17}$$

où m et \bar{d} sont inconnues.

La rotation et les deux cisaillements hétérogènes n'induisant pas de changement de volume, on peut écrire l'égalité suivante sur les déterminants :

$$\text{Det} \underline{\underline{F}} = \text{Det} \underline{\underline{B}} = \eta_1^2 \eta_2 = 1 + m \bar{d} \cdot \bar{h} \quad \text{Eq. III. 18}$$

La matrice tFF est connue de manière explicite (puisque'elle ne fait pas intervenir la rotation de réseau R). Les coordonnées d_i de la direction de cisaillement macroscopique s'expriment en fonction des termes diagonaux de la matrice ${}^tFF=Z$:

Amplitude du cisaillement S_1	$g_1 = -0,224$
Amplitude du cisaillement macroscopique	$m = 0,49017$
Direction du cisaillement macroscopique	$d = (0,31375 \ -0,8363 \ 0,4496)_\gamma$
Normale au plan d'habitat	$h = (0,502527 \ 0,502492 \ 0,70354)_\gamma$
Angle entre $[1-10]_\gamma$ et $[11-1]_\alpha$	$2,942^\circ$
Angle entre $(111)_\gamma$ et $(101)_\alpha$	$0,185^\circ$
Angle entre plan d'habitat et plan dense « commun » $(111)_\gamma$	$9,447^\circ$
Angle entre direction de cisaillement macroscopique d et direction dense « commune »	$35,59^\circ$
Matrice de la transformation à plan invariant F	$F = \begin{pmatrix} 1,077 & 0,077 & 0,108 \\ -0,206 & 0,794 & -0,288 \\ 0,111 & 0,111 & 1,155 \end{pmatrix}_\gamma$
Matrice d'orientation de γ vers α , dans le repère de γ	$M_{OR} = \begin{pmatrix} 0,675 & 0,725 & 0,14 \\ -0,17 & -0,032 & 0,985 \\ 0,718 & -0,688 & 0,102 \end{pmatrix}_\gamma$
Angle (non minimal) de la rotation M_{OR}	$51,148^\circ$
Axe de la rotation M_{OR}	$(0,4697 \ -0,7862 \ 0,4017)_\gamma$

tableau III. 8 : Résultats de la PTMC à double cisaillement obtenu pour le variant de référence de Bowles et McKenzie donné par l'équation Eq. III.13.

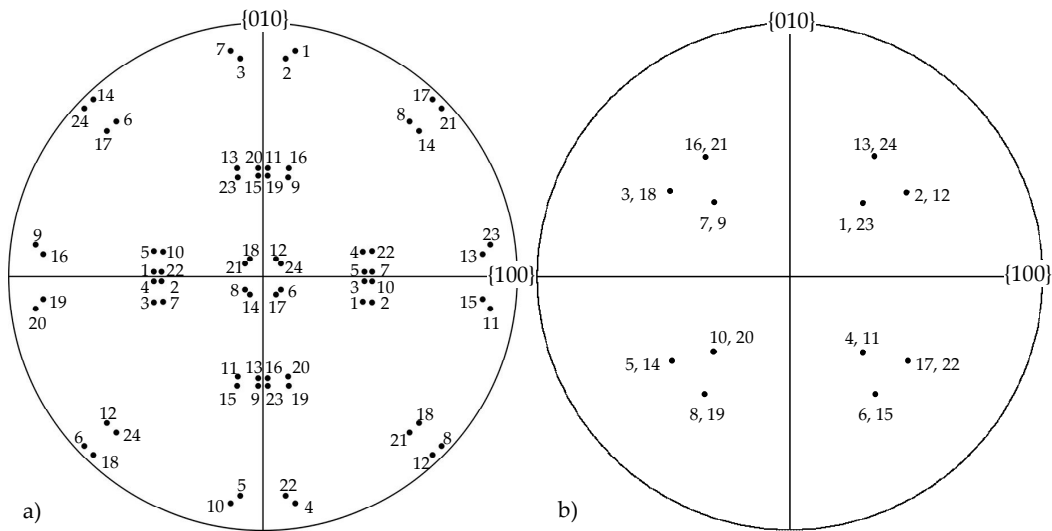


figure III. 31 : a) Figure de pôles {100} des 24 variants de bainite dans le repère de l'austénite prédite par la théorie à double cisaillement. b) Figure de pôles {557} des 12 plans d'habitat {557} de la bainite dans le repère de l'austénite prédite par la théorie à double cisaillement.

Variants en relation de macle : (même plan d'habitat) 12 paires	$(1, 23) ; (2, 12) ; (3, 18) ; (4, 11) ; (5, 14) ; (6, 15) ;$ $(7, 9) ; (8, 19) ; (10, 20) ; (13, 24) ; (16, 21) ; (17, 22)$
Variants à plans d'habitat voisins ou identiques : 4 groupes de 6 variants	$(1, 2, 12, 13, 23, 24) ; (3, 7, 9, 16, 18, 21)$ $(5, 8, 10, 14, 19, 20) ; (4, 6, 11, 15, 17, 22)$

$$d_i = (Z_{ii} - m^2 h_i^2 - 1) \cdot (2m h_i)^{-1} \quad \text{Eq. III. 19}$$

Les équations Eq. III.18 et III.19 forment un système de quatre équations à 4 inconnues (m et d_i , $i \in \{1, 2, 3\}$), dont la résolution conduit à l'expression explicite de la déformation macroscopique F .

Résultats

Les résultats de la PTMC à double cisaillement sont présentés au tableau III. 8. On retrouve les résultats obtenus par Kelly pour des cisaillements S_1 et S_2 identiques. La théorie prédit correctement le plan d'habitat expérimentalement observé, $\{557\}_\gamma$ à environ 10° du plan dense commun $\{111\}_\gamma$ (figure III. 31b). On prédit également des relations d'orientation assez semblables aux relations expérimentales, proches des relations théoriques KS et NW (figure III. 31a et figure III. 32) : Les variants sont à $2,90^\circ$ des variants KS les plus proches et à $2,23^\circ$ des variants NW les plus proches.

4.2.3 Approche autocohérente de la germination

Dans l'approche autocohérente classique, la contrainte homogène dans la phase i en l'absence de contrainte macroscopique appliquée s'écrit :

$$\underline{\underline{\sigma}}^i = \underline{\underline{C}} (\underline{\underline{I}} - \underline{\underline{S}}^i) (\underline{\underline{E}}_{\underline{\underline{L}}} - \underline{\underline{\epsilon}}^i) \quad \text{Eq. III. 20}$$

où

- S^i est le tenseur d'Eshelby de la phase i :
 S^a et S^b sont les tenseurs d'Eshelby de cylindres infinis correspondant aux deux variants de bainite, S^c est le tenseur d'Eshelby isotrope d'une sphère correspondant à la matrice austénitique.
- $\epsilon_{\underline{\underline{L}}}^i$ est la déformation libre engendrée par la transformation des différents variants de bainite ($i=a$ et b) ou la déformation plastique de l'austénite ($i=c$).
- C est le tenseur des modules d'élasticité, considéré comme isotrope et identique pour toutes les phases.
- $E_{\underline{\underline{L}}}$ est la déformation libre macroscopique. En exprimant que la moyenne des contraintes est nulle, on peut relier la déformation libre macroscopique aux déformations libres dans chaque phase par :

$$\left\langle (\underline{\underline{I}} - \underline{\underline{S}}^i) \underline{\underline{E}}_{\underline{\underline{L}}} \right\rangle = \left\langle (\underline{\underline{I}} - \underline{\underline{S}}^i) : \underline{\underline{\epsilon}}_{\underline{\underline{L}}}^i \right\rangle \quad \text{Eq. III. 21}$$

Les données d'entrée du modèle sont :

- Les déformations libres $\epsilon_{\underline{\underline{L}}}^a$ et qui sont fournies par la PTMC à partir de la matrice F de déformation macroscopique.
- Les fractions volumiques de chacune des trois phases : $f^a=0,25$, $f^b=0,25$ et $f^c=0,5$ à 50% de taux de transformation.
- La limite d'élasticité Re_γ de la matrice à la température de transformation.
- Le tenseur isotrope de modules d'élasticité, calculé en prenant $E=210000\text{MPa}$ et $\nu=0,3$.
- Les tenseurs d'Eshelby des 3 phases. Ils correspondent respectivement à celui d'une sphère pour décrire la matrice isotrope, et à ceux de plaquettes « en forme de sou » pour décrire la morphologie des lattes de bainite. Dans ces deux derniers cas, le repère est choisi de telle sorte que le plan du sou coïncide avec le plan d'habitat considéré.

N.B. : La déformation plastique dans la matrice ϵ_{p^c} n'est pas une donnée d'entrée du problème. Pour calculer la déformation libre macroscopique, on fait l'hypothèse que ϵ_{p^c} est nulle. On peut alors calculer $E_{\underline{\underline{L}}}$ et les contraintes dans chacune des phases. Si $\sigma^c > Re_\gamma$, ϵ_{p^c} n'est pas nulle et la contrainte dans la matrice est donnée par la fonction de charge $\sigma^c = f(\epsilon_{p^c})$. Le calcul est alors réitéré jusqu'à ce qu'il converge vers une valeur stable de la contrainte σ^c dans l'austénite.

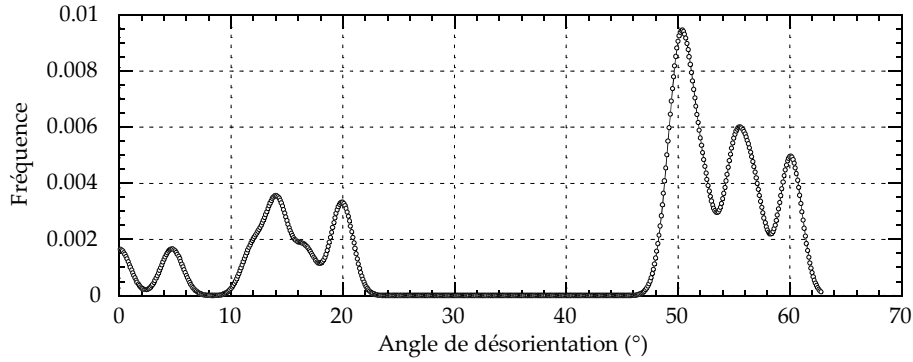


figure III. 32 : Histogramme de désorientation théorique entre les variants de bainite issus de la théorie à double cisaillement, sous l'hypothèse d'équiprobabilité de germination de tous les variants.

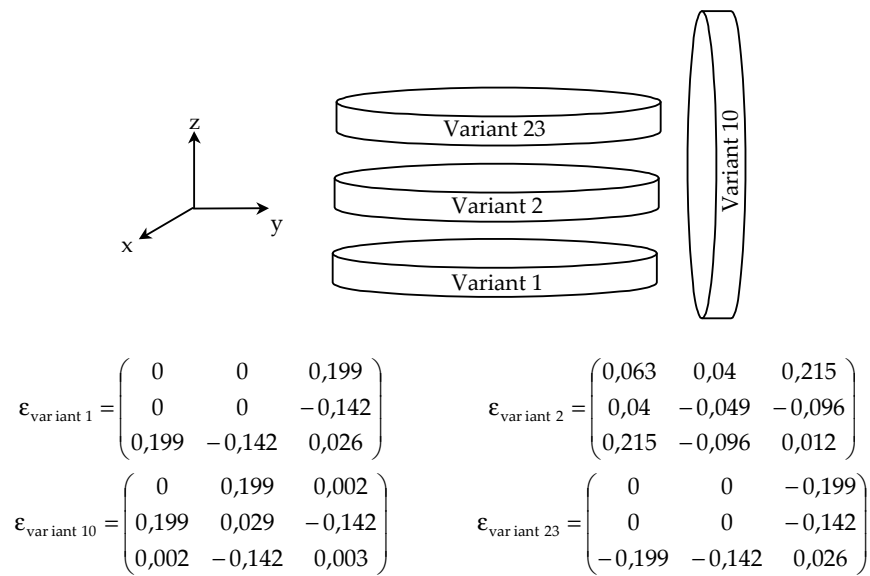


figure III. 33 : Configurations considérées pour l'approche autocohérente de la germination et matrices de déformations libres des différents variants exprimées dans le repère du variant n°1 ($z=[557]_1$).

N°	Paire de variants considérée	Angle (°) et axe de désorientation	Energie élastique stockée relativement à l'énergie maximale stockée
1	(1,23)	60,26° <433>	0,15
2	(1,2)	4,71° <110>	1,0
3	(1,10)	11,94° <331>	0,69

tableau III. 9 : Valeurs relatives de l'énergie d'interaction élastique correspondant aux trois configurations étudiées. L'énergie maximale stockée parmi les trois configurations est fixée arbitrairement égale à 1.

L'énergie élastique stockée est alors donnée par :

$$E = \frac{1}{2} \sum_i f_i \underline{\underline{\sigma}}_i : \underline{\underline{\epsilon}}_i^e \quad \text{Eq. III. 22}$$

Trois configurations particulières sont analysées et comparées (figure III. 33) :

1. Les plans d'habitat sont identiques (plaquettes parallèles) et les variants sont quasiment en relation de maclage (variants 1 et 23 de la figure III. 31).
2. Les plans d'habitat sont voisins (plaquettes quasi-parallèles) et les variants sont peu désorientés (Variants 1 et 2 de la figure III. 31).
3. Les plans d'habitat sont fortement désorientés (à 90,6° dans le cas choisi) et les variants sont faiblement désorientés (Variants 1 et 10 de la figure III. 31).

Les hypothèses restrictives de cette approche autocohérente en élasticité ne permettent pas de réaliser les calculs pour les déformations libres importantes issues de la PTMC (Certaines composantes peuvent en effet atteindre 15 à 20%). Pour chacune des configurations, les déformations libres imposées sont donc divisées par 10 et seules les valeurs relatives des énergies élastiques stockées sont comparées.

Les résultats sont présentés au tableau III. 9. La configuration la plus favorable est, de loin, celle où deux variants sont en relation de maclage (n°1). Dans le cas de deux variants faiblement désorientés, la configuration en lattes perpendiculaires (n°3) est plus favorable que la configuration en lattes parallèles (n°2). Ce résultat semble donc confirmer les suggestions faites au paragraphe 3.3 pour expliquer la sélection de variants observée lors de la germination des lattes de bainite.

L'auto-accommodation par maclage, déjà suggérée dans la littérature [KEL92], est pourtant peu observée dans les microstructures de ZAC étudiées. Les raisons d'un tel mécanisme ne sont pas très claires. On peut suggérer des problèmes de germination à haute température (cas des bainites supérieures), favorisant, par le jeu des dislocations, la création d'une portion du même cristal de bainite, faiblement désorientée par rapport au cristal initial, et croissant selon un plan d'habitat différent. A basse température en revanche (cas des bainites inférieures et de la martensite en lattes), la germination est facile et la germination « sympathique » ou par maclage est privilégiée, pour les raisons énoncées ci-dessus.

5 Conclusions

La microstructure de la bainite est déterminée par le premier cycle de soudage. L'étude de la microstructure par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) et par microscopie électronique en transmission (MET) montre que la bainite correspondant au refroidissement le plus lent est nettement plus grossière (taille de lattes, taille de paquets) que celle correspondant au refroidissement le plus rapide. Ces résultats ont été confirmés par l'étude de microstructures résultant de cycles thermiques interrompus par trempe martensitique. Les paquets de bainite se forment dans les deux cas par croissance de lattes allongées, non jointives, à partir des joints de grains austénitiques. La morphologie des interfaces suggère cependant que le mécanisme de transformation bainitique fait intervenir la diffusion de manière très importante lorsque $\Delta t_{700^{\circ}\text{C}/300^{\circ}\text{C}}=500\text{s}$, ce qui est moins le cas lorsque $\Delta t_{700^{\circ}\text{C}/300^{\circ}\text{C}}=100\text{s}$. L'ensemble de ces résultats explique la différence de structure finale de la bainite ainsi que la présence d'îlots M-A aux anciens joints de grains austénitiques et aux joints de lattes bainitiques. Ces mécanismes de changement de phase conditionnent en retour les propriétés en clivage de ces microstructures de ZAC.

L'étude de la structure cristallographique des ZAC par EBSD et MET a montré que :

1. Les relations d'orientation entre l'austénite mère et la bainite sont situées dans la « région de Bain » classique.
2. Les « grains cristallographiques » observés en EBSD ne correspondent pas aux « grains morphologiques » observés sur des micrographies après attaque. L'analyse des relations d'orientation montre qu'en réalité des lattes en quasi-relation de macle peuvent partager le même plan d'habitat $\{557\}_{\gamma}$ et la même direction d'allongement $\langle 1-10 \rangle_{\gamma}$, si bien qu'elles peuvent se regrouper par paquets tout comme des lattes issues d'un même variant. De la même manière, deux variants faiblement désorientés peuvent ne pas partager le même plan d'habitat, mais se retrouver dans le même paquet final.
3. Le choix de variants lors de la germination de la bainite n'est pas aléatoire. La disposition d'ensemble des grains et de leurs orientations **relatives** qui déterminent les propriétés mécaniques de ces microstructures est fixée par les mécanismes de germination et de croissance de la bainite. Des traitements thermiques interrompus par trempe au refroidissement semblent mettre en évidence des phénomènes auto-accommodants expliquant la germination de variants particuliers.
4. Comme la martensite en lattes, les plans d'habitat de la bainite des ZAC sont probablement proches de $\{557\}_{\gamma}$ et de $\{223\}_{\gamma}$. Les traces des plans $\{111\}_{\gamma}$ classiquement admis pour la bainite supérieure sont éloignées d'environ 10° des traces des plans d'habitat identifiées expérimentalement.

Parallèlement à ces résultats expérimentaux, une approche phénoménologique de la cristallographie des transformations martensitiques (PTMC) est appliquée aux microstructures bainitiques et permet de préciser le rôle de l'auto-accommodation des contraintes mécaniques (par sélection de variants et/ou de plans d'habitat) dans les mécanismes de formation de ces différentes microstructures, y compris lorsque la diffusion joue un rôle non négligeable dans le mécanisme de changement de phase.

Chapitre IV

Etude des composés Martensite-Austénite (M-A)

1	<i>Caractérisation des composés Martensite-Austénite.....</i>	125
1.1	Procédures expérimentales	125
1.2	Microstructure	125
1.3	Analyse chimique	129
2	<i>Formation des composés M-A</i>	131
2.1	Introduction	131
2.2	Rappels bibliographiques.....	131
2.3	Essais et résultats expérimentaux.....	135
2.4	Modélisation.....	137
2.5	Courbe T_0	144
2.6	Conclusions	145
3	<i>Stabilité thermique et mécanique de l'austénite résiduelle.....</i>	146
3.1	Introduction	146
3.2	Rappels bibliographiques.....	146
3.3	Stabilité mécanique et thermique de l'austénite résiduelle	147
3.4	Conclusions	151
4	<i>Conclusions</i>	154

Chapitre IV

Etude des composés Martensite-Austénite (M-A)

La soudabilité des aciers « modernes » dépend essentiellement de leur composition chimique et du mode de production. Les progrès métallurgiques permettent désormais de produire des nuances à haut grade tout en conservant une basse teneur en carbone et carbone équivalent. Du fait de cette basse teneur en carbone et en éléments d'alliage, il se forme des microstructures bainitiques supérieures et/ou granulaires dans les Zones Affectées par la Chaleur des joints soudés. Selon Habraken [HAB67], ces microstructures particulières peuvent être décrites comme des composites de ferrite bainitique et d'austénite résiduelle et/ou de martensite. La présence caractéristique de composés M-A résulte d'une transformation bainitique incomplète à partir d'un état entièrement austénitique ou d'une austénitisation partielle dans le cas du réchauffage intercritique, et l'absence de précipitation de cémentite.

Ces composés M-A ont souvent été désignés comme les principaux responsables des faibles ténacités des Zones Fragiles Locales (cf. Chapitre I) [DAV94, AIH88, CHE84, TAG93, LEE93]. Si l'effet défavorable de la martensite maclée à haute teneur en carbone est admis, le rôle exact joué par l'austénite résiduelle reste encore ouvert au débat [TAI96, AKS88]. La microstructure détaillée de ces composés, comme la structure martensitique et la distribution d'austénite résiduelle, a par ailleurs été peu étudiée [OKA94, HRI92].

La première partie de ce chapitre est consacrée à la caractérisation détaillée des composés Martensite-Austénite : microstructure et composition chimique. On étudie également la formation des composés M-A au cours des cycles de soudage (au refroidissement après une austénitisation partielle ou totale). Un modèle cinétique est proposé pour rendre compte de la croissance de l'austénite lors du cycle intercritique. Dans une dernière partie, on étudie la stabilité thermique et mécanique de l'austénite résiduelle par des essais originaux de diffraction des neutrons.

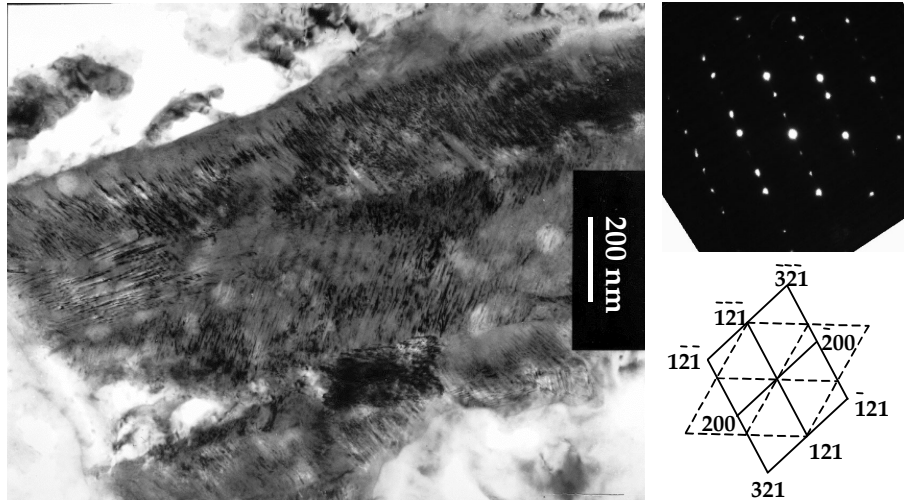


figure IV. 1 : Micrographie MET en fond clair d'un îlot de martensite micro-maclée riche en carbone. Cliché de diffraction en axe de zone [0-12].

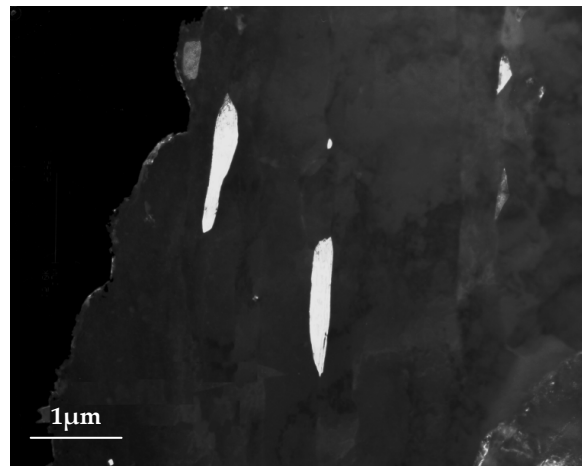


figure IV. 2 : Micrographie MET en fond noir de particules d'austénite résiduelle interlattées dans la ZAC à gros grains CGHAZ-100s.

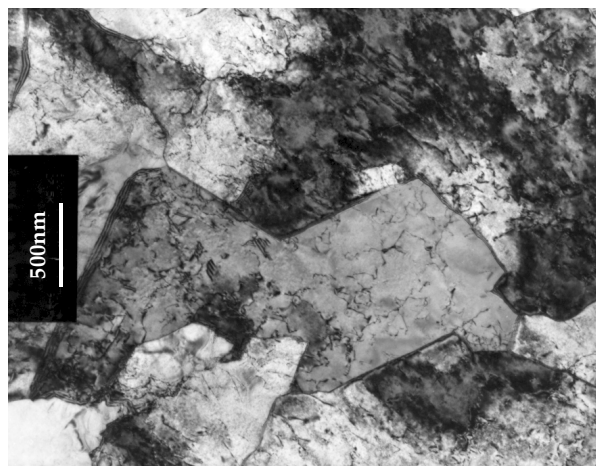


figure IV. 3 : Micrographie MET en champ clair d'un îlot massif d'austénite résiduelle.

1 Caractérisation des composés Martensite-Austénite

1.1 Procédures expérimentales

Les analyses métallographiques aux microscopes optique et à balayage sont réalisées sur ZAC simulées après un polissage mécanique et une attaque chimique. Différents réactifs d'attaque ont été employés et sont décrits en annexe A et dans [DRI98]. Les réactifs retenus (pour leur facilité d'emploi et leur efficacité) sont l'attaque au métabisulfite pour les observations au microscope optique et l'attaque Villela pour les analyses au MEB. L'observation au MEB FEG Zeiss DSM 982 équipé d'un canon à émission de champ se fait à très basse tension d'accélération (1kV). La poire d'interaction électrons-matière est alors très petite et permet d'accéder à une information sur l'extrême surface du matériau. De cette manière, austénite et martensite peuvent être caractérisées précisément. Une bonne résolution est assurée par une faible distance de travail (3 à 5 mm).

Des examens au microscope électronique en transmission sont réalisés à l'IRSID sur lames à l'aide d'un microscope Philips CM200 FEG. La préparation des lames est identique à celle décrite au chapitre III, § 2.2.

La teneur en carbone de l'austénite résiduelle a été estimée à partir des paramètres cristallographiques de l'austénite. Ces derniers sont déterminés par diffraction des électrons en faisceau convergent (CBED) et indexation des clichés de Holz. La technique utilisée (préparation de l'échantillon, obtention des clichés) est rappelée dans une note IRSID [DRI98]. Ces valeurs sont comparées à celles obtenues par diffraction des rayons X à température ambiante.

Les propriétés mécaniques (dureté, stabilité...) des composés M-A sont fortement influencées par leur composition chimique et notamment par leur teneur en carbone. Des cartographies de teneurs en différents éléments d'alliage (C, Mn, Cr, Si, Ni, Mo) ont été réalisées par spectrométrie en sélection de longueur d'onde à la microsonde de Castaing sur quelques composés de la microstructure ICCGAZ-100s.

1.2 Microstructure

Il est généralement admis que les composés M-A sont constitués de martensite (en lattes et en plaquettes) et d'austénite résiduelle, et qu'ils peuvent parfois contenir de la cémentite issue de la précipitation dans l'austénite ou de l'auto-revenu de la martensite en lattes [HRI92, JAN97, LAM00].

Les observations en microscopie électronique en transmission révèlent trois types de composés :

1. Des composés de martensite en plaquettes micro-maclée, caractéristique d'une teneur en carbone élevée (figure IV. 1). Ces îlots massifs sont le plus souvent situés aux anciens joints de grains austénitiques.
2. Des composés d'austénite résiduelle, de taille sensiblement inférieure à celle des particules de martensite.
 - Dans le cas de la ZAC à gros grains CGHAZ-100s, ces composés résultent de la transformation bainitique incomplète à partir d'un état entièrement austénitique, et possèdent donc la même orientation cristallographique au sein d'un même ancien grain γ (figure IV. 2). Ces particules sont constituées de plaquettes fines et allongées entre les lattes de bainite. Leur densité de dislocations est très faible.
 - Dans la ZAC réchauffée dans le domaine intercritique ou dans CGHAZ-500s, ces particules peuvent être plus massives et équiaxes et contenir des fautes d'empilement et des dislocations (figure IV. 3). L'existence de ces défauts d'empilement suggère que l'énergie de faute, γ_s , de cette austénite riche en carbone (>1%) est faible, ce qui est en accord avec les mesures MET et les calculs théoriques conduits pour de l'austénite fortement alliée Fe-Mn [PET86]. L'austénite résiduelle est parfois associée à des carbures. Selon Hrivnak et al. [HRI92], il existe deux types de cémentite dans les composés M-A :

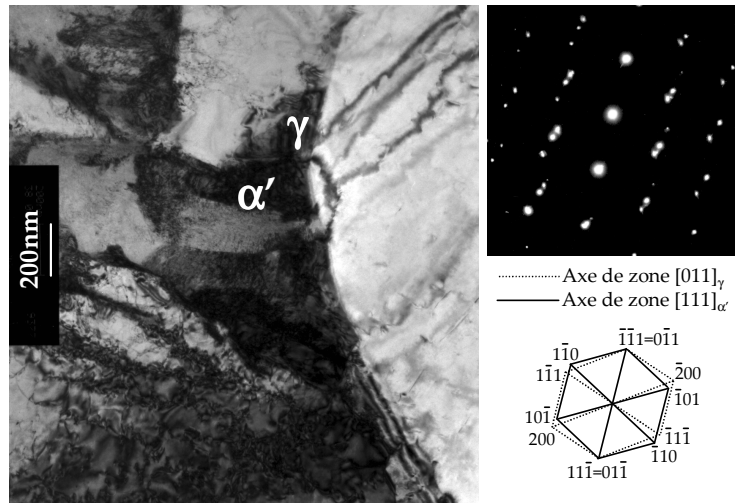


figure IV. 4 : Micrographie MET en champ clair d'un composé mixte martensite-austénite en axe de zone $[011]_{\gamma}$ et cliché de diffraction correspondant mettant en évidence les relations KS.

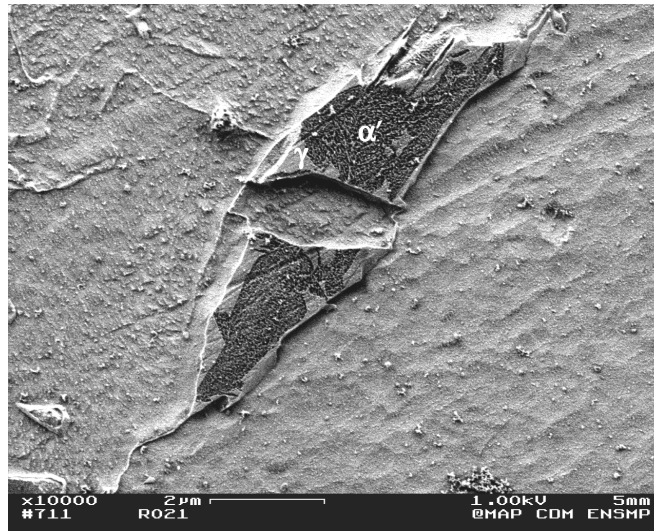


figure IV. 5 : Composé mixte martensite-austénite typique observé au MEB-FEG à 1kV après une attaque métallographique au réactif Villela.

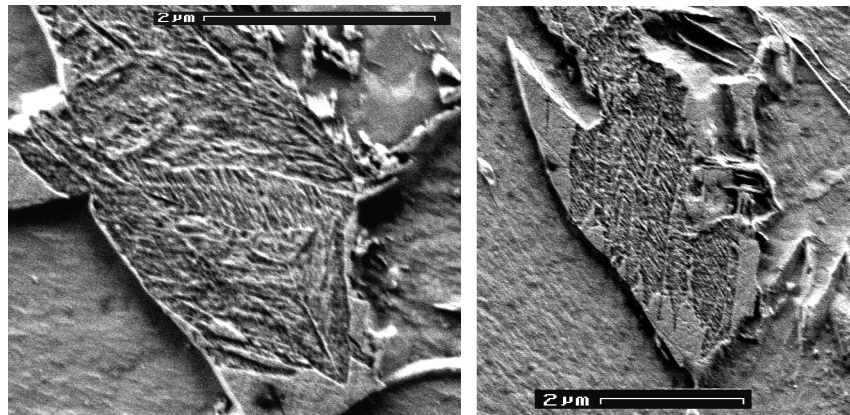


figure IV. 6 : Composés mixtes M-A observés au MEB-FEG à 1kV après une attaque métallographique au Villéla. Mise en évidence du micro-maclage dans la martensite.

(1) de la cémentite dendritique ou cémentite fine aciculaire, précipitée lors de l'auto-revenu de la martensite, (2) de la cémentite grossière précipitée à l'interface entre le composé et la matrice, dans l'austénite résiduelle ou à l'interface entre l'austénite résiduelle et la martensite. Cette cémentite est directement issue de la précipitation en phase austénitique.

- Des composés mixtes où austénite et martensite sont en relation d'orientation proche de celle de Kurdjumov-Sachs : $(110)_\alpha // (111)_\gamma$ et $[1 -1 1]_\alpha // [1 -1 0]_\gamma$ (figure IV. 4).

En conditions d'observation particulières, la microscopie électronique à balayage à haute résolution a permis d'étudier la répartition de l'austénite résiduelle au sein du composé M-A. La figure IV. 5 présente un cliché MEB d'une zone M-A. La martensite auto-revenue au centre du composé se distingue nettement de l'austénite, lisse, située à la périphérie. De manière générale (i.e. pour les trois microstructures de ZAC), on retrouve cette disposition très nette de l'austénite à la périphérie dans tous les composés mixtes « Martensite-Austénite » observés.

Le MEB à émission de champ permet également de résoudre la microstructure très fine de la martensite. On met ainsi en évidence la présence de plaquettes micro-maclées auto-accommodantes dans la martensite (figure IV. 6).

Toutes ces observations ont été confirmées par microscopie électronique en transmission sur lames minces.

La présence d'austénite résiduelle à la périphérie des composés mixtes (cf. figure IV. 5) peut s'expliquer :

- Par l'effet stabilisant du fort taux de carbone (cf. §1.3). Les modèles métallurgiques prévoient en effet un gradient en carbone important au sein même du composé d'austénite refroidi (qui sera montré plus tard, figure IV. 15) [BIS71]. Ce taux de carbone est plus élevé à l'interface entre la matrice et le composé qu'au centre du composé.
- Par l'effet de confinement lors de la transformation. A l'aide d'un calcul analytique très simple, en considérant que la matrice est rigide et que la transformation martensitique se traduit par une dilatation volumique de 1%, on trouve que l'austénite, " prisonnière " entre la matrice et la martensite en train de se former, est soumise à une pression de 5500 MPa¹ (figure IV. 7). A de telles pressions, la température de début de transformation M_s peut chuter d'environ 200°C [RAD62]. Un tel effet de confinement peut expliquer la présence d'austénite résiduelle à la périphérie du composé, mais aussi la présence de fins composés d'austénite entre les lattes de bainite.
- Par l'absence de germes ou, au contraire, par la présence de trop nombreux défauts dans l'austénite résiduelle.

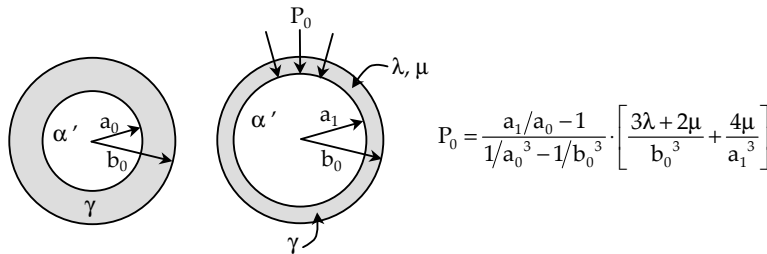


figure IV. 7 : Calcul analytique des contraintes induites dans l'austénite par la transformation martensitique. L'expression de P_0 est obtenue à partir de l'équation d'équilibre en symétrie sphérique

$$(\lambda + \mu) \cdot \text{grad}(\text{div} \bar{u}) + \mu \cdot \Delta \bar{u} = 0 \Leftrightarrow \left(u_{r,rr} + 2 \frac{u_{r,r}}{r} - 2 \frac{u_r}{r^2} \right) \times (2\lambda + \mu) = 0$$

et des conditions aux limites en déplacement : $u(r=a_0)=a_1-a_0$ et $u(r=b_0)=0$.

¹ La valeur obtenue est probablement surestimée, puisque l'on néglige l'auto-accommodation de la martensite et la plastification de l'austénite lors de la transformation.

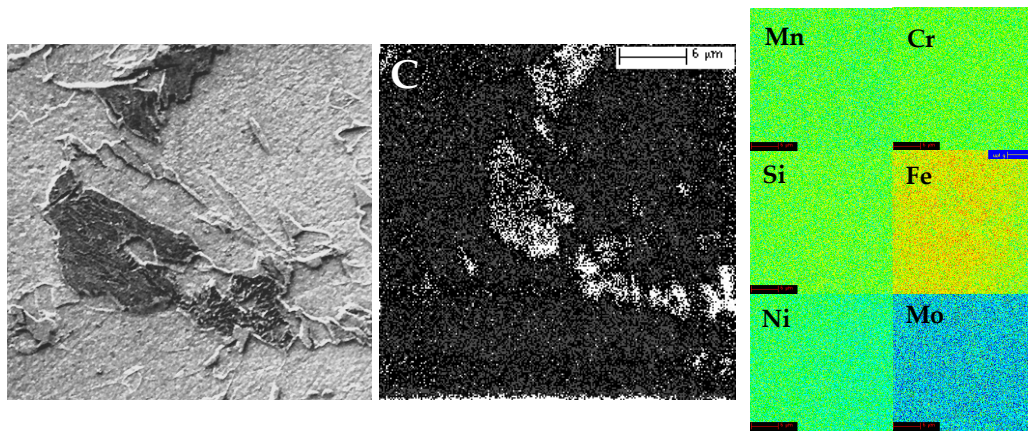


figure IV. 8 : Cartographies X de plusieurs composés M-A et micrographie correspondante.

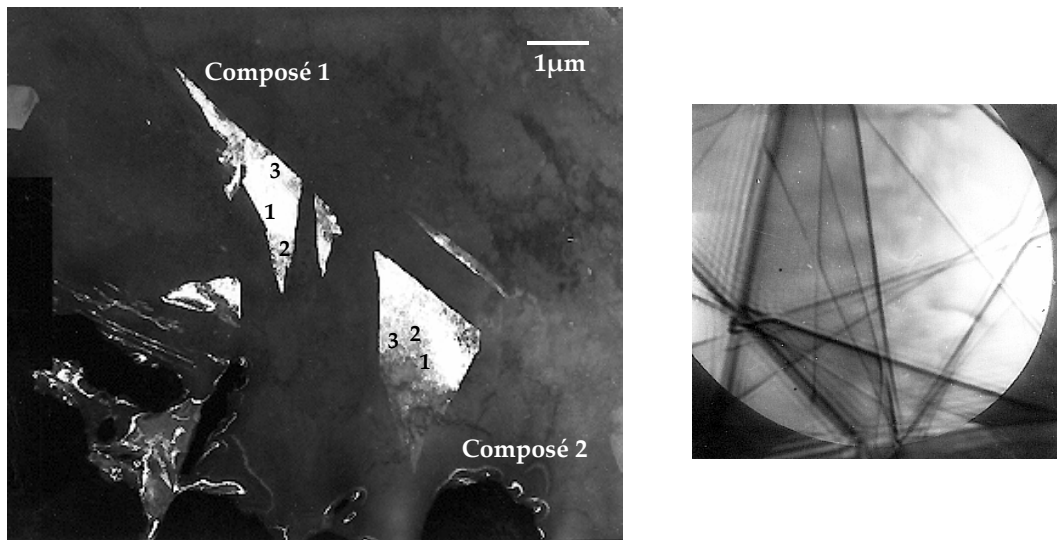


figure IV. 9 : a) Fond noir révélant les composés d'austénite étudiés en CBED. b) Cliché CBED effectué sur un composé d'austénite, orientation située près de l'axe de zone $[2\ 1\ 4]$. Paramètre de maille 3,62 Angströms

1.3 Analyse chimique

Les analyses chimiques réalisées à la microsonde de Castaing révèlent un très net enrichissement en carbone dans les composés. Du fait de la contamination inévitable, les valeurs des teneurs en carbone ne sont que qualitatives. Il n'y a pas d'enrichissement en d'autres éléments d'alliage : Mn, Ni, Si, Cr, Mo, ce qui est classiquement observé dans la littérature (§ 2.2.3 et figure IV. 8).

Des valeurs moyennes de teneur en carbone dans l'austénite ont été obtenues par diffraction des rayons X et sont présentées dans le tableau IV. 1. Ces résultats sont très proches de ceux trouvés dans la littérature (tableau IV. 2). D'après ces résultats, la température de début de transformation martensitique M_s estimée à partir de la formule d'Andrews varie de 60°C à -15°C, ce qui justifie la présence d'austénite résiduelle dans les composés M-A [AND65].

	CGHAZ 100s	ICCGHAZ 100s	CGHAZ 500s
$\gamma(200)$	59,393°	59,533	59,499
$\gamma(220)$	88,949°	88,143	89,106
$\gamma(311)$	110,339°	110,821	110,781
a (nm)	3,612	3,604	3,605
% Carbone	1,21	1,05	1,07

tableau IV. 1 : Mesure de la teneur en carbone dans l'austénite par diffraction des rayons X

Référence	%C massique de l'acier	%C massique des composés M-A	Dureté Vickers estimée (HV) des composés M-A
Biss et Cryderman [BIS71]		0,5 à 1	
D'après [MAT95]	0,025-0,19	1,07-1,32	650-700 (dureté mesurée HV=2g)
D'après [OKA94]	0,005 dans la matrice	1,14	
Kawabata et al. [KAW92]		0,34-0,7	

tableau IV. 2 : Données issues de la bibliographie sur la teneur en carbone dans les composés M-A

Des mesures plus locales de la teneur en carbone ont été réalisées en MET en faisceau convergent à différents endroits des composés d'austénite de la microstructure CGHAZ-500s (figure IV. 9a et figure IV. 9b). Les teneurs en carbone correspondantes semblent légèrement plus élevées à l'interface ferrite-austénite ($\approx 1,2\%$ pds) qu'au centre de l'îlot (tableau IV. 3). Ceci peut être attribué à la diffusion lente du carbone dans l'austénite durant les refroidissements continus [BIS71, BAR81 et §2.4.2]. Ces résultats demandent cependant à être confirmés.

	Distance à l'interface(nm)	Paramètre de maille (Å)	Teneur en carbone ² (%pds)
Composé n°1	500 (1)	3,60	1
	50 (2)	3,62	1,4
	20 (3)	3,61	1,2
Composé n°2	500 (1)	3,59	0,8
	200 (2)	3,60	1
	50 (3)	3,61	1,2

tableau IV. 3 : Résultats des mesures de paramètres de maille de l'austénite et teneurs en carbone correspondantes

² La teneur en carbone est calculée à partir de la relation de Cheng [CHE90] : $a_r = 0,3553 + 0,00105 \times C_r$ (%at)

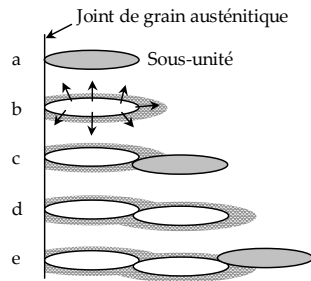


figure IV. 10 : Illustration schématique d'une séquence de formation de ferrite bainitique : a) La première sous-unité germe au joint de grain austénitique et se développe par croissance sans diffusion, b) Le carbone est rejeté de la ferrite sursaturée dans l'austénite en une fraction de seconde, c) Formation d'une nouvelle sous-unité, etc.. [d'après BHA92]

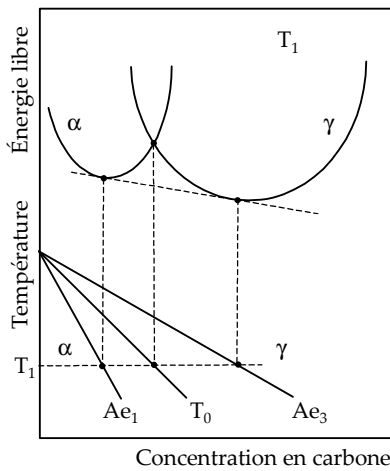


figure IV. 11 : Construction de la courbe T_0 dans le diagramme Fe-C.

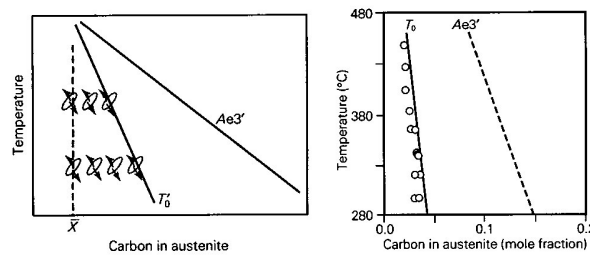


figure IV. 12 : Le phénomène de réaction incomplète. Si la bainite croît sans diffusion, mais rejette tout de suite après son excès de carbone, la plaquette suivante se forme dans une austénite plus riche en carbone. Selon ce mécanisme, la réaction doit s'arrêter à la courbe T_0 locale, i.e. au voisinage des germes. Si, au contraire, la croissance de la ferrite se fait à l'équilibre pour la teneur en carbone, la réaction devrait cesser lorsque l'austénite a la composition donnée par Ae_3 . Les apostrophes ' tiennent compte de l'effet de la déformation de la matrice austénitique sur la force motrice de la transformation [BHA92]

2 Formation des composés M-A

2.1 Introduction

Dans cette partie, on s'intéresse aux mécanismes de formation des composés M-A au cours d'un cycle de soudage intercritique. On discute les prévisions données par des calculs à l'équilibre thermodynamique et au para-équilibre (défini au §2.4.1) en les comparant à des résultats expérimentaux. On étudie également l'effet de la diffusion du carbone et du manganèse sur les cinétiques de transformation au cours du cycle.

2.2 Rappels bibliographiques

2.2.1 Mécanismes

Deux types de mécanismes de formation des composés M-A interviennent selon le cycle thermique considéré. Les composés M-A peuvent apparaître :

1. Lors du refroidissement, à partir d'un état entièrement austénitique (cas de la zone à gros grains par exemple).
2. Lors d'une austénitisation partielle (cas de la zone à gros grains réchauffée dans le domaine austénitique par exemple).

Dans le premier cas, la formation des composés M-A résulte directement du mécanisme de transformation bainitique. Lors du refroidissement à partir de l'état austénitique, la ferrite pauvre en carbone se forme et l'austénite restante, riche en carbone, devient stable. Cet enrichissement est achevé aux alentours de 350°C à 400°C : la teneur en carbone de l'austénite restante atteint alors 0,5% à 0,8% [ALE96]. Lors du refroidissement ultérieur, une partie de cette austénite se décompose en ferrite et carbures vers 300°C – 350°C. Si le refroidissement est suffisamment rapide, l'austénite non décomposée se transforme en martensite en lattes (faible teneur en carbone) ou maclée (forte teneur en carbone) et une faible quantité de l'austénite est résiduelle [IKA80bis].

L'enrichissement en carbone de l'austénite résiduelle au cours de la transformation bainitique et le phénomène de réaction incomplète ont été décrits par Bhadeshia [BHA92]. Dans cette théorie, le carbone ne partitionne pas entre les phases pendant la croissance de la ferrite bainitique. Cependant, les températures relativement élevées de transformation bainitique permettent la diffusion du carbone après l'étape de croissance sans diffusion. Les lattes de bainite se forment de manière discontinue par une germination répétée de sous-unités individuelles, lesquelles se développent assez rapidement par croissance martensitique, jusqu'à une taille limitée. La sursaturation du carbone dans la ferrite est éliminée après chaque croissance de sous-unités par rejet du carbone dans l'austénite restante (figure IV. 10).

Bhadeshia définit alors la température T_0 pour laquelle l'austénite et la ferrite sursaturée de même composition chimique ont la même enthalpie libre. La croissance sans diffusion ne peut se faire qu'à une température inférieure à T_0 , pour laquelle l'enthalpie libre de la ferrite devient inférieure à celle de l'austénite de même composition. Le lieu des températures T_0 pour différentes compositions en carbone est appelé « courbe T_0 » (figure IV. 11). Du fait de l'enrichissement en carbone de l'austénite, on atteint éventuellement un stade où la transformation sans diffusion de la nouvelle bainite devient thermodynamiquement impossible. La composition de l'austénite à ce stade est donnée par la courbe T_0 du diagramme de phases (figure IV. 12).

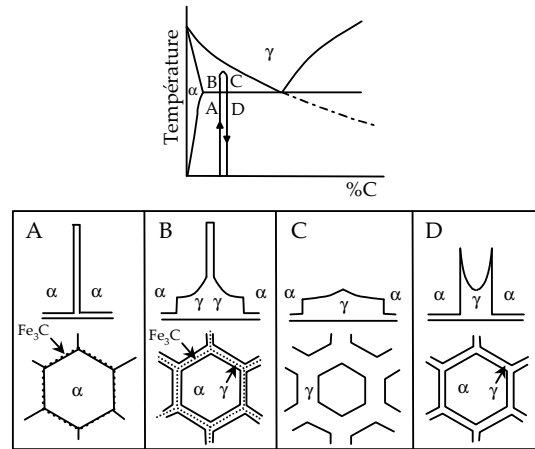


figure IV. 13 : Illustration schématique de la formation des composés M-A lors d'une austénitisation partielle, d'après [MAT95].

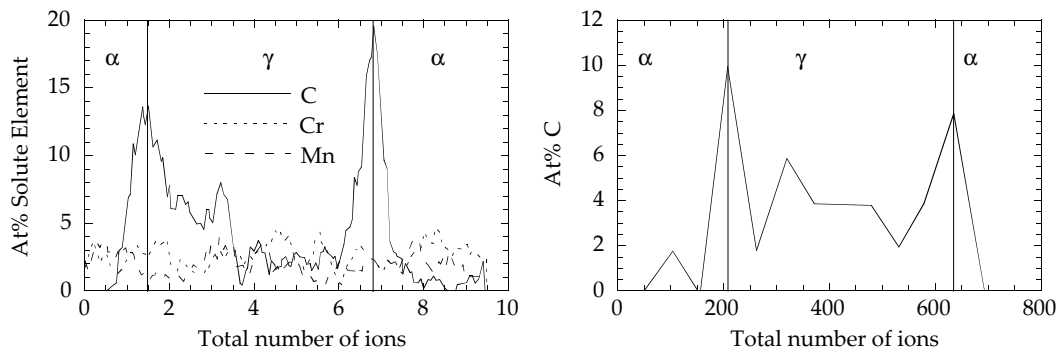


figure IV. 14 : a) Partition des éléments Cr, Mn, C entre l'austénite et la ferrite après un revenu à 200°C pendant 1 heure (résultats de microsonde ionique), b) Partition du carbone dans un alliage à 0.35%C après une trempe dans l'eau glacée, d'après [SAR81].

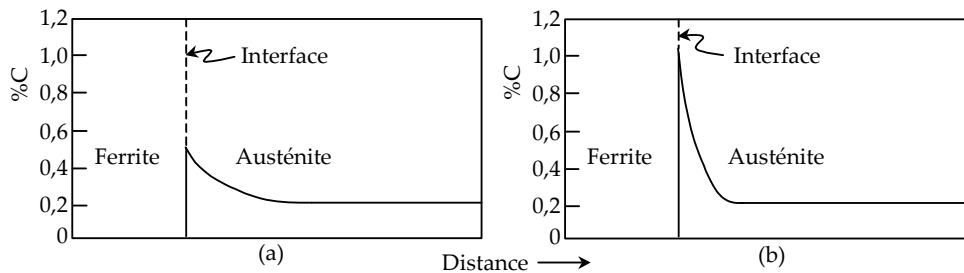


figure IV. 15 : Diagrammes schématiques montrant les gradients et les pics de concentrations en carbone à l'interface entre ferrite et austénite. a) Refroidissement lent : le carbone diffuse devant l'avancée de l'interface ferrite-austénite, b) Refroidissement rapide : le carbone ayant moins le temps de diffuser dans l'austénite, les gradients sont plus importants. D'après [BIS71].

La figure IV. 13 illustre le mécanisme de formation des composés M-A lors d'un réchauffage dans le domaine intercritique : Après un premier cycle thermique à haute température, les carbures précipitent aux anciens joints de grains austénitiques (situation A). Lors du réchauffage (situation B), l'austénite se forme dans des zones initialement riches en carbone ou dans des zones où la diffusion du carbone est rapide [OKA92], i.e. aux interfaces ferrite-carbures, sur les carbures entre les lattes de bainite, aux joints de grains ferritiques ou aux anciens joints de grains austénitiques [SEA92]. Les carbures se dissolvent au profit de l'austénite qui continue à croître (situation C). Lors du refroidissement dans la zone intercritique, l'austénite s'enrichit en carbone au fur et à mesure que sa fraction volumique diminue (situation D). Enfin, une partie de cette austénite se transforme en martensite.

Du fait de la variation continue de la température, les mécanismes de germination et de croissance de l'austénite sont en réalité plus complexes. Même lors du réchauffage subcritique de l'acier, la composition en surface des carbures évolue du fait de l'équilibre très rapide qui se produit à l'interface. Après germination, la croissance de l'austénite se produit dans des conditions thermodynamiques qui varient continûment lors des cycles thermiques de soudage. Ainsi, si l'on suppose que l'austénite croît en équilibre avec la matrice, cela signifie que la composition de l'austénite formée lors du cycle de soudage varie continûment [SEA92].

2.2.2 Effets des éléments d'alliage sur la formation des composés M-A

- Carbone :

De nombreuses études [WAN92, MAT95] ont montré que la quantité de composés M-A formée au cours d'un cycle de soudage augmente fortement avec la teneur nominale en carbone de l'acier.

- Autres éléments d'alliage

Les éléments Mn, Cr, Mo favorisent la formation des composés M-A en abaissant la température de début de transformation bainitique, donc en évitant la décomposition de l'austénite en agrégats de ferrite et carbures à 600°C [MAT95]. Au cours de la transformation bainitique, le silicium retarde la précipitation de la cémentite et permet donc l'enrichissement en carbone de l'austénite. Il contribue donc à la formation des composés M-A [BON98].

2.2.3 Partition des éléments d'alliage

- Carbone

De nombreux auteurs montrent un enrichissement substantiel en carbone des composés, apportant la preuve expérimentale de la stabilisation chimique de l'austénite résiduelle. La figure IV. 14 et la figure IV. 15 tirées des travaux de Biss [BIS71] et Sarikaya [SAR81] présentent des profils expérimentaux et théoriques de la teneur en carbone dans l'austénite. Elles mettent en évidence l'existence d'un gradient de concentration en carbone au sein du composé qui dépend de la vitesse de refroidissement.

Plus récemment, Josefson et Andren [d'après OKA94] ont trouvé que l'austénite résiduelle pouvait contenir jusqu'à 1,14% en carbone, à comparer au 0,005% dans la ferrite environnante. Par ailleurs, par un calcul d'équilibre de la teneur en carbone dans l'austénite, ils concluent qu'à 420°C (quand la transformation bainitique s'achève), la concentration en carbone attendue est de 2,6% en masse.

La teneur en carbone des composés M-A dépend des cycles thermiques de soudage et augmente avec le critère de refroidissement $\Delta t_{800^{\circ}\text{C}/500^{\circ}\text{C}}$ [OKA94].

- Autres éléments d'alliage

Pour la plupart des auteurs [BIS71], il ne semble pas exister de partition des éléments d'addition autres que le carbone (Mn, Si, Cr, Mo) entre l'austénite résiduelle et la matrice ferritique (figure IV. 14), ce qui est en accord avec les observations faites au paragraphe 1.3.

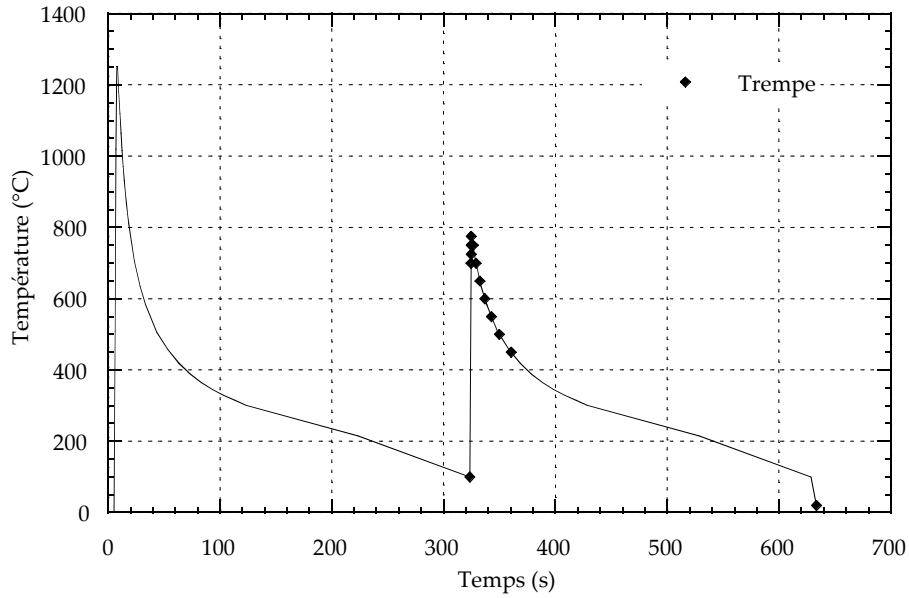


figure IV. 16 : Traitements thermiques réalisés sur la machine Gleeble. Les points représentent les différentes interruptions de traitement thermique et marquent le début de la trempe.

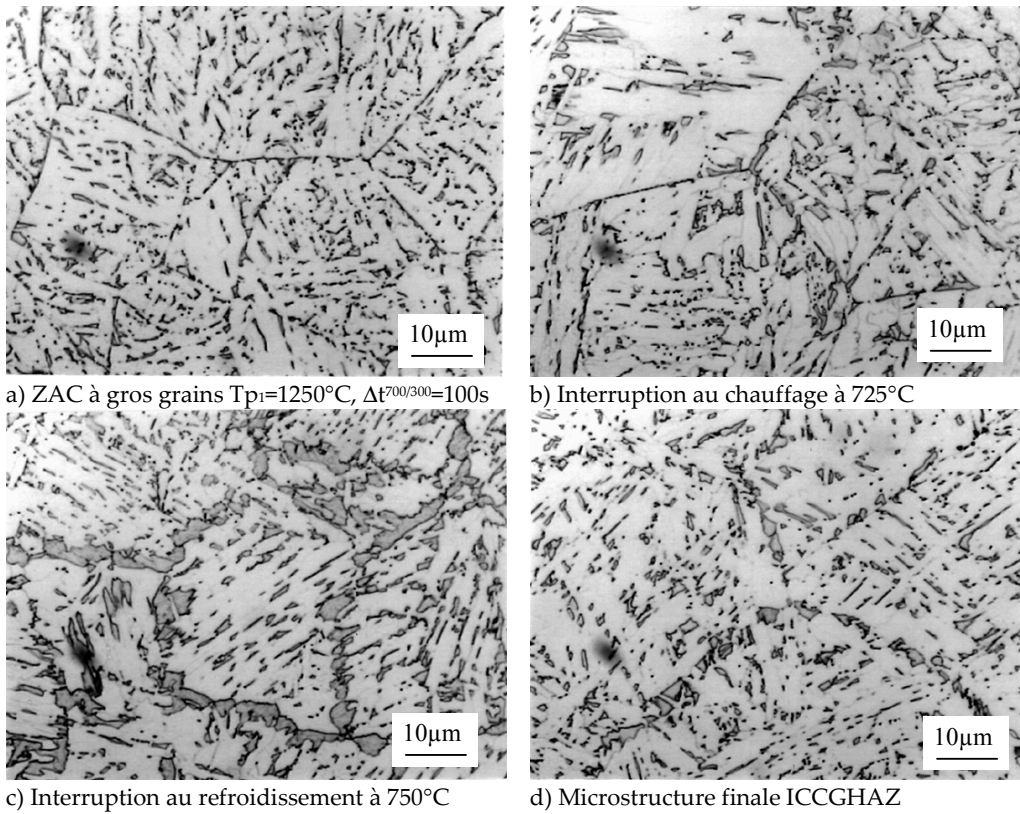


figure IV. 17 : Micrographies optiques après attaque Villela, à différentes étapes du cycle intercritique

2.3 Essais et résultats expérimentaux

2.3.1 Procédure expérimentale

Des traitements thermiques interrompus à différentes étapes d'un cycle de soudage intercritique à 775°C ont été réalisés sur la machine Gleeble (interruption à 700, 725, 750 et 775°C au chauffage ; 750, 700, 650, 600, 550, 500 et 450°C au refroidissement) (figure IV. 16). La vitesse de trempe obtenue par conduction thermique dans les mors eux-mêmes refroidis à l'eau (700°C/s dans le domaine de hautes températures) est suffisante pour transformer l'austénite en martensite.

Des attaques métallographiques au réactif Villela permettent de mettre en évidence les composés M-A et les carbures éventuels. La fraction surfacique de secondes phases est déterminée par analyse d'images au Péricolor sur 10 champs.

2.3.2 Résultats

Les micrographies optiques correspondant aux différents traitements sont présentées à la figure IV. 17. La microstructure en début de cycle intercritique est celle d'une ZAC à gros grains ($T_p=1250^\circ\text{C}$, $\Delta t^{700/300}=100\text{s}$) : la matrice est bainitique et les secondes phases sont surtout constituées de carbures situés aux anciens joints de grains austénitiques et entre les lattes de bainite. Les composés M-A restent peu nombreux et de petite taille ($<1\mu\text{m}$). La transformation au chauffage débute entre 700°C et 725°C (alors que A_{c1} est mesurée à 730°C sur l'ensemble de l'échantillon par dilatométrie, sur un état de ZAC à gros grains). L'austénite est formée par dissolution des carbures aux anciens joints de grains austénitiques et aux interlattes de bainite. Elle continue alors de croître (au chauffage et en début de refroidissement) jusqu'à former un film quasiment continu aux anciens joints de grains austénitiques. Elle croît également à l'intérieur des anciens grains austénitiques. La fraction d'austénite diminue très légèrement au refroidissement (passage de 19% à 18%), entre 750 et 600°C, avant de décroître plus fortement dès 600°C, température de début de transformation bainitique ($A_{r3}=600^\circ\text{C}$). Cette décroissance s'achève avec la fin de la transformation bainitique à $A_{r1}=450^\circ\text{C}$ (figure IV. 18).

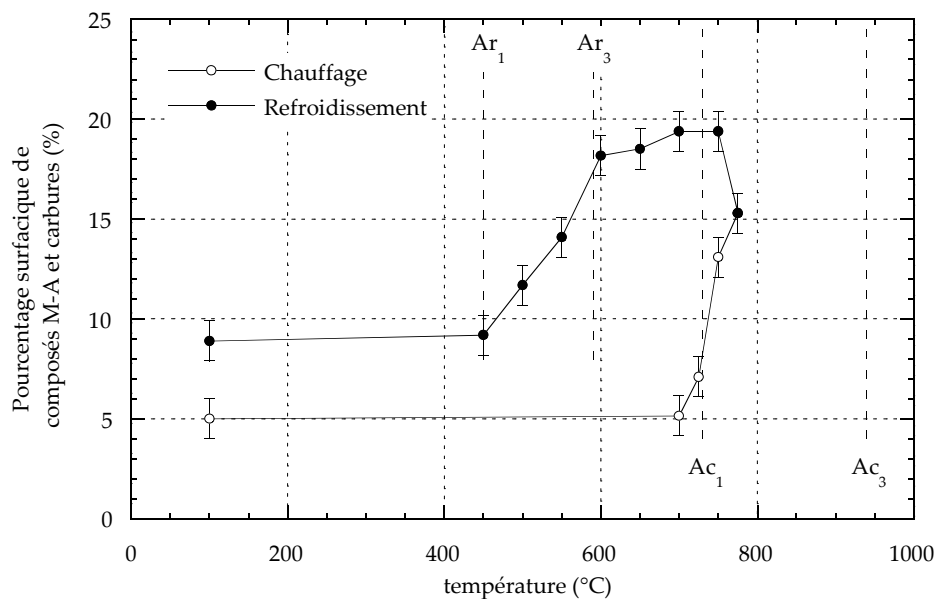


figure IV. 18 : Evolution de la fraction surfacique de composés M-A et de carbures au cours du cycle de soudage intercritique

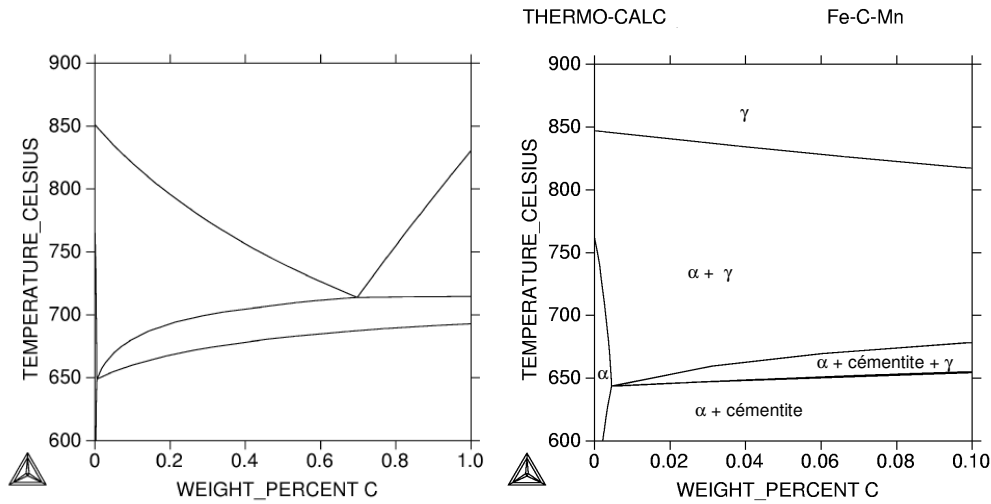


figure IV. 19 : Diagramme d'équilibre pseudo-binaire de l'acier Fe-C-1.5Mn-0.32Si-0.48Ni-0.119Mo. La présence de Mn (et dans une moindre mesure des autres éléments d'addition) fait apparaître un domaine triphasé ferrite-austénite-cémentite entre 650°C et 670°C.

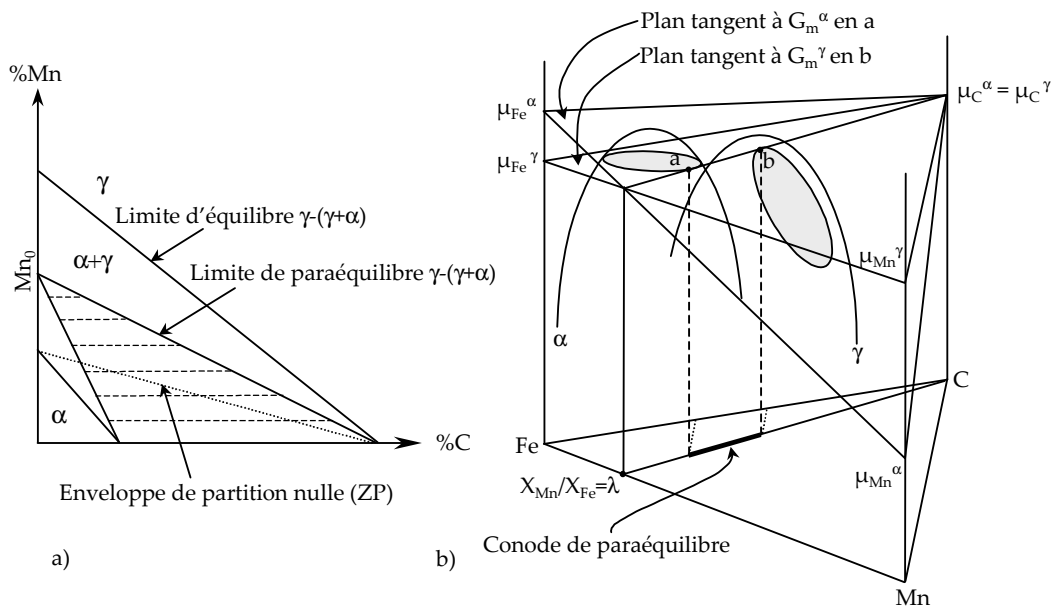


figure IV. 20 : a) Représentation schématique d'une coupe isotherme d'un diagramme de phase Fe-C-Mn en condition de para-équilibre. b) Représentation schématique des surfaces d'enthalpies libres de la ferrite et de l'austénite dans un système ternaire Fe-C-Mn et illustration des conditions de para-équilibre.

2.4 Modélisation

2.4.1 Equilibre thermodynamique et para-équilibre

Dans les conditions de chauffage et de refroidissement rapides, caractéristiques des cycles de soudage, l'équilibre thermodynamique n'est jamais atteint. La description de l'état d'équilibre du système permet cependant de donner la limite vers laquelle tend la fraction transformée, et reste un bon outil de compréhension des phénomènes [POR92].

Les fractions volumiques de phases ainsi que leurs compositions à l'équilibre sont calculées à l'aide du logiciel Thermocalc® (base de données « SSOL ») en tenant compte des éléments C, Mn, Si, Ni, Mo. Le diagramme d'équilibre pseudo-binaire de cet acier est présenté à la figure IV. 19.

Des calculs complets de cinétique de formation de l'austénite à 800°C ont été réalisés avec le logiciel DICTRA® et décrivent les diverses étapes de répartition des éléments d'alliage [KAN99] :

- $t < 20$ s : diffusion du carbone dans l'austénite
- $20 < t < 10^5$ s : diffusion du manganèse dans la ferrite
- $10^5 < t < 10^8$ s : diffusion du manganèse dans l'austénite

Ces calculs mettent en évidence le fait que les éléments de substitution (tel que Mn) n'atteignent pas l'équilibre lors d'un cycle de soudage [VAN96]. Ils sont par ailleurs confirmés par de nombreux résultats expérimentaux (cf. § 2.2.3). Plusieurs modèles essaient de décrire ce comportement, en particulier le para-équilibre et l'équilibre local sans partition (LE-NP) [VAN96]. On peut formuler une première hypothèse selon laquelle le système est à l'état de para-équilibre. Cet état thermodynamique est calculable à l'aide du logiciel PTIMEC [LEH99].

D'un point de vue formel, le calcul revient à chercher le minimum de la fonction enthalpie libre du système avec des contraintes traduisant l'égalité de certains rapports de concentration dans toutes les phases présentes (Ici, concentrations en Mn, Si, Ni, Mo constantes dans tout l'échantillon).

Il est possible de représenter ce para-équilibre sur une coupe isotherme d'un diagramme ternaire Fe-C-Mn (figure IV. 20). Les concentrations en carbone à l'interface α/γ sont données par des « conodes de para-équilibre » horizontales, i.e. à teneur en manganèse constante.

Les limites du para-équilibre se situent toujours dans le domaine biphasé du diagramme d'équilibre. Lorsque la concentration en Mn tend vers 0, le système tend vers les conditions d'équilibre d'un alliage binaire Fe-C. Donc les limites du para-équilibre interceptent les vraies conditions d'équilibre sur l'axe C. Sur l'axe Mn, les limites du para-équilibre convergent vers la concentration Mn_0 , pour laquelle les enthalpies libres de la ferrite et de l'austénite sont identiques.

L'évolution des fractions volumiques et de la composition des phases avec la température sont présentées à la figure IV. 21 et à la figure IV. 22.

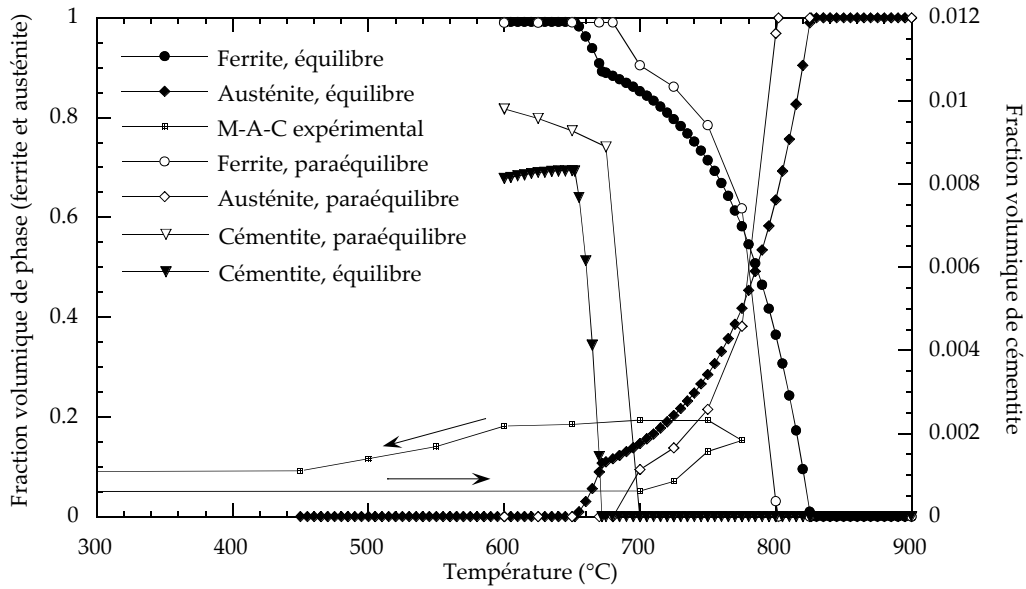
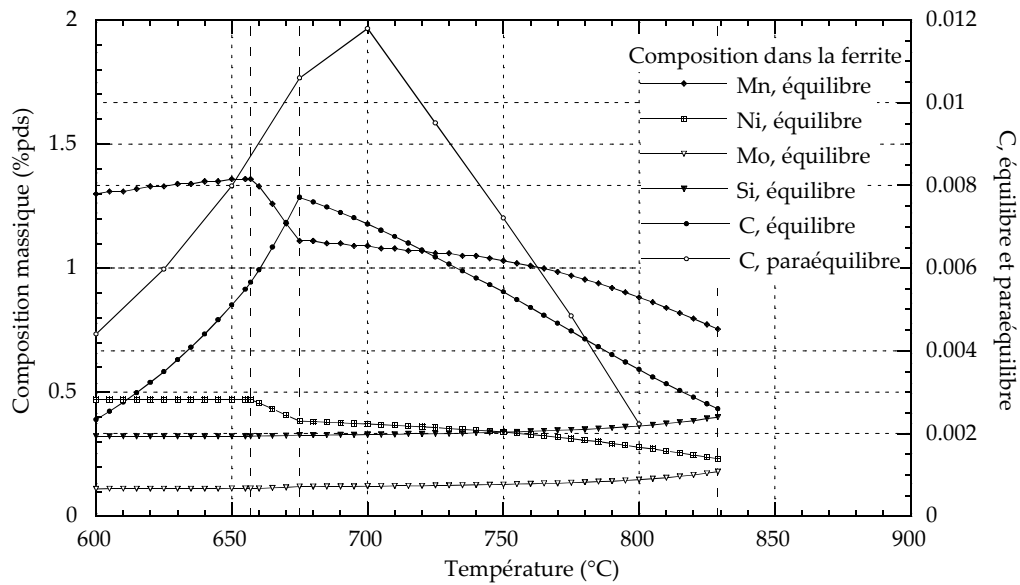
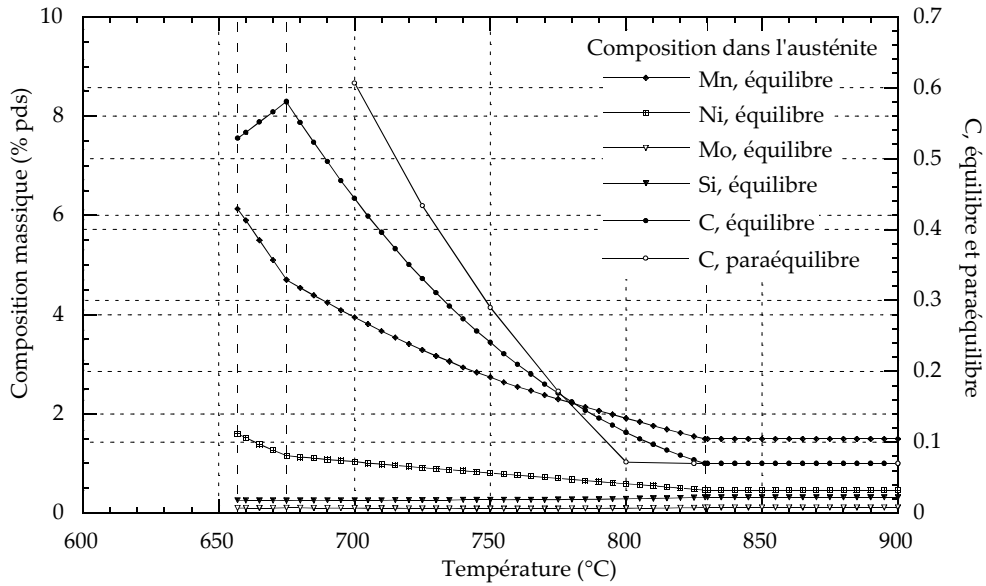


figure IV. 21 : Fractions volumiques des différentes phases à l'équilibre thermodynamique et au para-équilibre en fonction de la température.

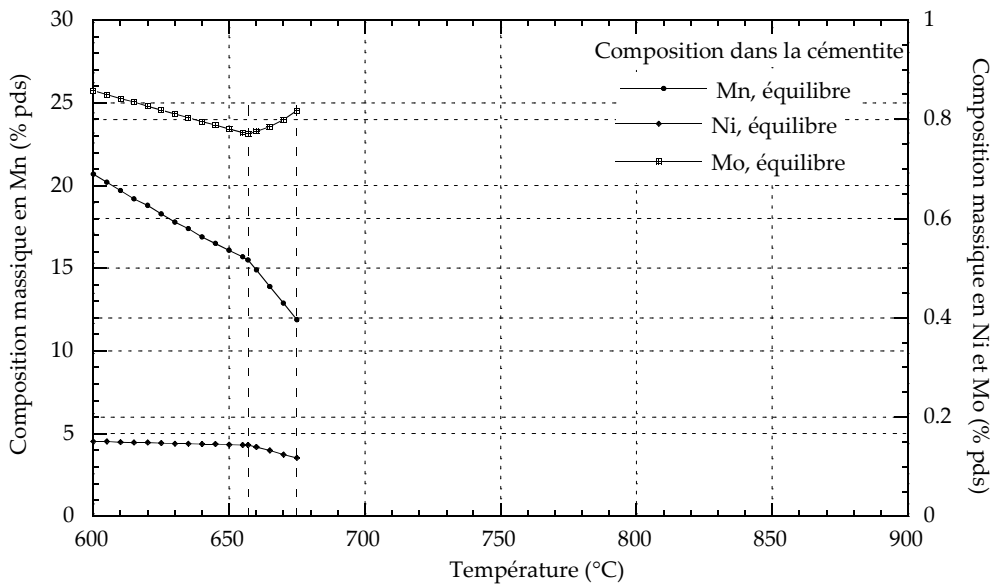


a)

figure IV. 22 : a) Composition en éléments d'alliage, à l'équilibre thermodynamique et au para-équilibre, dans la ferrite.



b)



c)

figure IV. 22 : Composition en éléments d'alliage, à l'équilibre thermodynamique et au para-équilibre, des différentes phases : b) Dans l'austénite, c) Dans la cémentite.

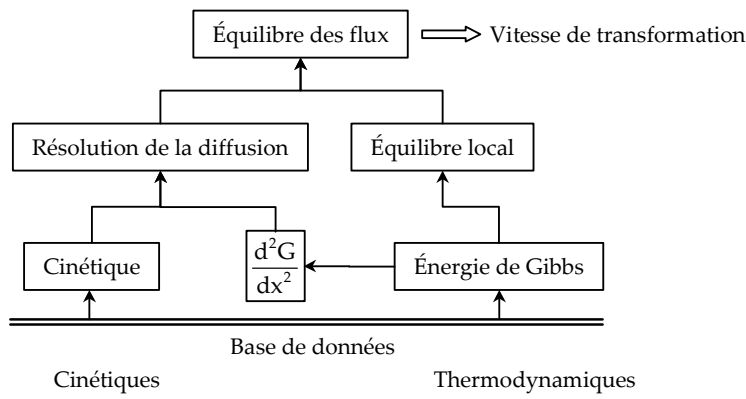


figure IV. 23 : Structure de base du programme DICTRA [ÅGR92]

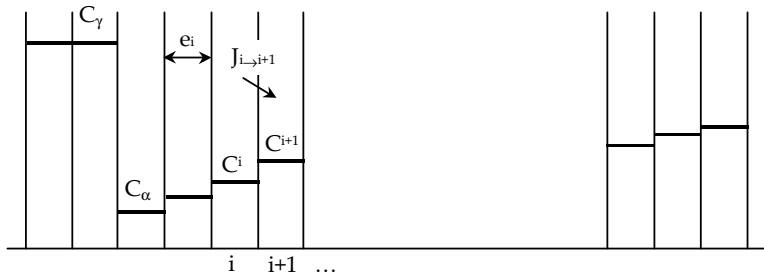


figure IV. 24 : Discrétisation de la concentration dans le modèle par différence finies.

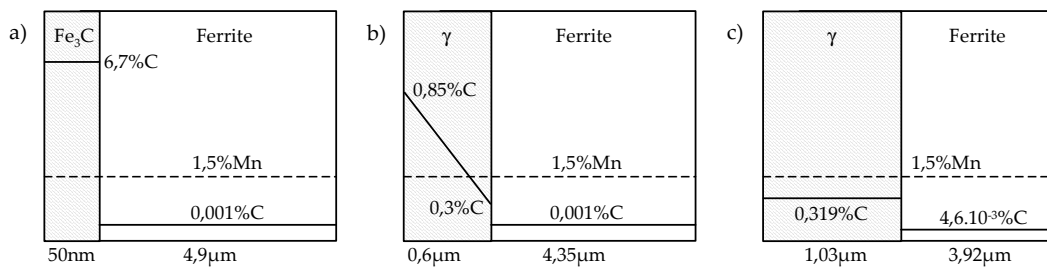


figure IV. 25 : Cellules de calcul proposées pour les calculs par DICTRA. a) $T=775^{\circ}\text{C}$ pour $0 < t < 0,07\text{s}$, b) $T=775^{\circ}\text{C}$ pour $0,07\text{s} < t < 0,5\text{s}$ puis refroidissement à 10°C/s pour $0,5\text{s} < t < 10,97\text{s}$, c) Suite du refroidissement à 10°C/s pour $10,97\text{s} < t < 17,1\text{s}$

Le calcul à l'équilibre prévoit la formation d'austénite au chauffage dès 650°C, i.e. 50°C en dessous de la température de début de transformation observée expérimentalement. Malgré ce retard, le système tend vers l'équilibre : la fraction d'austénite formée expérimentalement croît jusqu'à ce qu'elle devienne supérieure à la fraction d'équilibre, ce qui se produit au refroidissement (figure IV. 21). Ce constat permet d'expliquer pourquoi l'austénite continue de se former en début de refroidissement.

Dès 700°C, au refroidissement, la teneur à l'équilibre devient inférieure à la teneur expérimentale : la fraction d'austénite a donc tendance à décroître. Cette décroissance est observée expérimentalement. Pourtant, elle reste très limitée jusqu'à T=600°C : l'écart par rapport à l'équilibre au refroidissement est très important.

La température de début de transformation de l'austénite au chauffage dans les conditions de para-équilibre est de 670°C, i.e. plus proche de ce que l'on observe expérimentalement. En imposant une teneur en manganèse constante dans le matériau (égale à la teneur nominale 1.5%), on empêche son enrichissement dans l'austénite (cf. figure IV. 22) et on retarde ainsi la formation d'austénite [N.B. : Le manganèse est un élément fortement gammagène]. Au refroidissement, l'écart entre les fractions expérimentales et calculées est encore plus important que précédemment. La prise en compte d'effets cinétiques est nécessaire pour rendre compte de cet écart [LAM01].

2.4.2 Modèle cinétique

DICTRA

DICTRA® est un logiciel de calcul de diffusion et croissance de phases qui repose sur la résolution des équations de Fick multi-composants par la méthode des différences finies. Il permet de résoudre des problèmes de croissance d'interface en considérant plusieurs éléments (C, Mn...), plusieurs phases (ferrite, austénite, cémentite...) et une géométrie simple (à une dimension). La structure de base du programme DICTRA est présentée à la figure IV. 23. A partir de données de cinétique (mobilités en fonction de la température et des concentrations), le programme calcule les flux des différents éléments en imposant l'équilibre local à l'interface. Cet équilibre est calculé à partir des données thermodynamiques de Thermocalc®. Le programme détermine alors la vitesse de déplacement de l'interface, donc la cinétique de réaction.

La connaissance des profils de diffusion à tout instant nécessite de résoudre l'équation de Fick :

$$\frac{d\underline{C}}{dt} = \underline{D} \cdot \frac{\partial^2 \underline{C}}{\partial x^2} \quad \text{Eq. IV. 1}$$

où \underline{C} est le vecteur de concentration des différents éléments diffusants et \underline{D} est la matrice des coefficients de diffusion de l'alliage. Pour cela, on discrétise le profil de concentration en tranches de concentration constante (figure IV. 24) [DES98].

La résolution de l'équation ci-dessus consiste à calculer le gradient de concentration qui apparaît dans l'expression du flux de la tranche (i) à la tranche (i+1) :

$$J_{i \rightarrow i+1} = -D \frac{C^{i+1} - C^i}{\frac{1}{2}(e_i + e_{i+1})} \quad \text{Eq. IV. 2}$$

Il est possible alors d'intégrer l'équation en choisissant un pas de temps dt suffisamment faible, et de calculer la variation de concentration dans une tranche par simple bilan de matière :

$$dC_i = \frac{1}{e_i} (J_{i-1 \rightarrow i} - J_{i \rightarrow i+1}) \cdot dt \quad \text{Eq. IV. 3}$$

Les conditions aux limites aux interfaces sont imposées par l'équilibre thermodynamique entre ferrite et austénite.

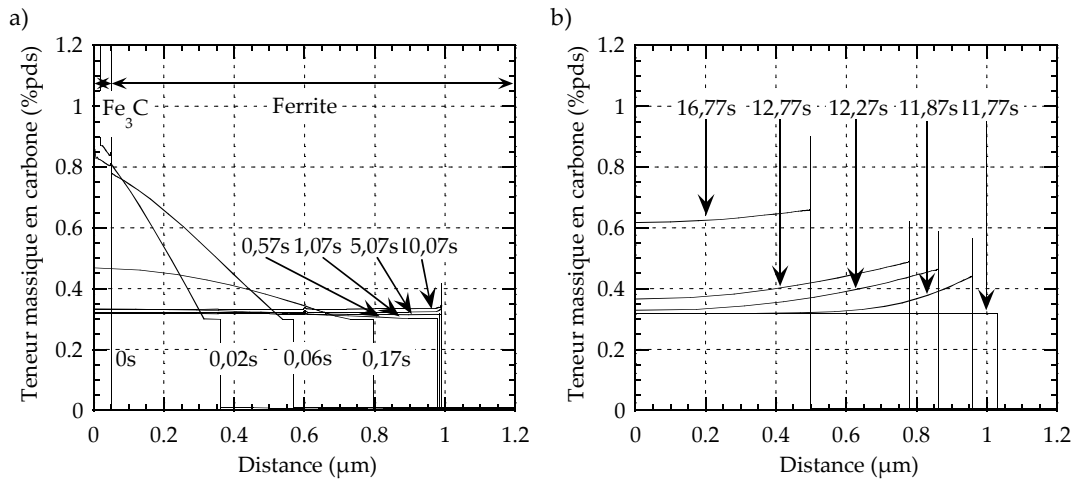


figure IV. 26 : Profils en carbone dans la cellule de calcul (ferrite à droite), à différents instants. a) Mise en solution de la cémentite (à gauche) et croissance de l'austénite (au milieu). Fin de maintien et début de refroidissement ($0.5s < t < 10.97s$). Gradient « négatif » de carbone dans l'austénite (pente négative sur le graphe). b) Transformation de l'austénite au refroidissement. Gradient « positif » de carbone dans l'austénite.

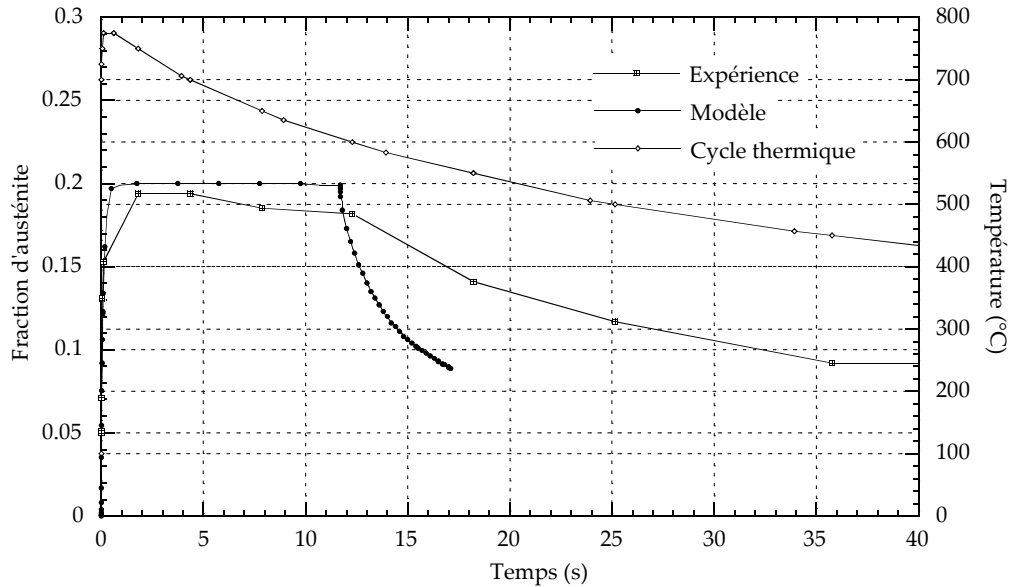


figure IV. 27 : Cinétique de formation de l'austénite au cours du cycle thermique (palier à 775°C+refroidissement 10°C/s) et comparaison avec les résultats expérimentaux

Conditions de simulation

On s'intéresse à la cinétique de dissolution d'une lamelle de cémentite dans une latte de ferrite (la géométrie est supposée représentative de la microstructure après le premier cycle de soudage), à la croissance et à la décroissance de la phase austénitique au cours d'un maintien à 775°C et d'un refroidissement à 10°C/s. Pour des raisons de convergence numérique, le calcul a été séparé en trois modules successifs, présentés à la figure IV. 25. Pour les deux derniers modules, les conditions initiales correspondent aux conditions finales du calcul précédent.

La concentration initiale en carbone et la taille de la demi-lamelle de ferrite sont calculées pour respecter la composition chimique globale de l'acier étudié.

Résultats

Les profils de concentration en carbone à différentes étapes du cycle thermique sont donnés à la figure IV. 26. La cinétique de formation et de dissolution de l'austénite est présentée à la figure IV. 27.

A 775°C, la remise en solution de la cémentite est très rapide. Elle est achevée en 0,07s. Elle se traduit par la germination et la croissance de l'austénite à l'interface ferrite - cémentite. Ici, comme au cours de tout le cycle thermique, le profil de composition en manganèse est plat, à l'exception de pics aux interfaces : la transformation se fait sans partition du manganèse (type LE-NP) et la cinétique est limitée uniquement par la diffusion du carbone. La composition en carbone dans l'austénite forme un profil dont les extrêmes (resp. ~0,3% et ~0,9%) correspondent approximativement aux limites d'existence de l'austénite lues sur le diagramme pseudo binaire à la température de 775°C (figure IV. 26a et figure IV. 19). Le gradient est « négatif » (pente négative sur la courbe) ce qui correspond à la diffusion du carbone de la gauche vers la droite : le carbone issu de la cémentite alimente la croissance de l'austénite à son interface avec la ferrite. Du fait du rapport élevé de composition en carbone entre l'austénite et la cémentite, cette interface se déplace vers la droite plus vite que ne régresse l'interface cémentite - austénite. La fraction volumique d'austénite augmente très rapidement (figure IV. 27).

Après dissolution de la cémentite, l'austénite continue de croître tandis que le gradient en carbone diminue (figure IV. 26b). En fin de palier à 775°C (figure IV. 26b t=0,57s), le profil en carbone présente encore un léger gradient négatif, i.e. une teneur en carbone plus élevée au cœur de l'austénite qu'à l'interface austénite - ferrite. En début de refroidissement, la fraction d'austénite continue légèrement d'augmenter avant d'atteindre un palier aux alentours de 20%, ce qui est très proche des mesures expérimentales (figure IV. 27).

Pendant les dix premières secondes du refroidissement, la fraction d'austénite diminue très peu, malgré l'écart par rapport aux conditions d'équilibre (cf. § précédent). Cette cinétique très lente peut s'expliquer par l'effet du gradient négatif en carbone, peu favorable à la dissolution de l'austénite. Durant le refroidissement ultérieur, la teneur en carbone à l'interface ferrite - austénite augmente, conformément au diagramme de phase (figure IV. 19). La teneur en carbone devient progressivement plus grande à l'interface qu'au centre de l'austénite et le gradient de carbone « s'inverse » petit à petit (figure IV. 26c). La transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ alimentée par la diffusion du carbone vers l'austénite devient alors favorable et la cinétique s'accélère fortement, ce qui est en accord avec les observations expérimentales. On note cependant une cinétique plus rapide que celle observée expérimentalement.

Le modèle cinétique DICTRA® permet de mieux comprendre la cinétique de formation des composés M-A au cours du cycle intercritique. La géométrie proposée (succession périodique de lamelles) et le mécanisme de transformation au refroidissement (purement diffusif, donc pas forcément représentatif de la transformation bainitique) ne permettent cependant pas de faire des prévisions quantitatives sur la cinétique de transformation au refroidissement.

2.5 Courbe T_0

Pour comprendre les mécanismes de formation des composés M-A au refroidissement à partir d'un état entièrement austénitique (pic à 1250°C), il faut décrire les mécanismes de la transformation bainitique (cf. §2.2). Dans cette perspective, on a placé les points expérimentaux (%C dans l'austénite résiduelle, température de fin de transformation bainitique A_{r1}) des deux ZAC à gros grains ($\Delta t^{700/300}=100$ et 500s) dans un diagramme de phase Fe-C. Dans ce diagramme, les limites A_3 et A_1 du domaine biphasé à l'équilibre et au para-équilibre, ainsi que la courbe T_0 correspondant à une transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ sans diffusion sont également tracées³. Les résultats de ces différents calculs sont présentés à la figure IV. 28.

Si la bainite croît sans diffusion, mais rejette tout de suite après son excès de carbone, la plaquette suivante se forme dans une austénite plus riche en carbone. Selon ce mécanisme, la réaction doit s'arrêter à la courbe T_0 . Si, au contraire, la croissance de la ferrite se fait à l'équilibre pour la teneur en carbone, la réaction devrait cesser lorsque l'austénite a la composition donnée par A_{e3} . Dans les deux cas, la teneur en carbone dans l'austénite résiduelle augmente quand la température de transformation diminue, ce qui est en accord avec les mesures expérimentales. Cette tendance peut également être formulée en termes de fraction d'austénite résiduelle en raisonnant sur un bilan de matière : La fraction d'austénite résiduelle augmente quand la température de fin de transformation A_{r3} augmente donc quand le critère de refroidissement $\Delta t^{700/300}$ augmente.

Les points expérimentaux sont situés entre la courbe T_0 et la courbe A_{e3} , plus près de T_0 que de A_{e3} : il est donc difficile de trancher sur l'un ou l'autre des mécanismes de transformation bainitique.

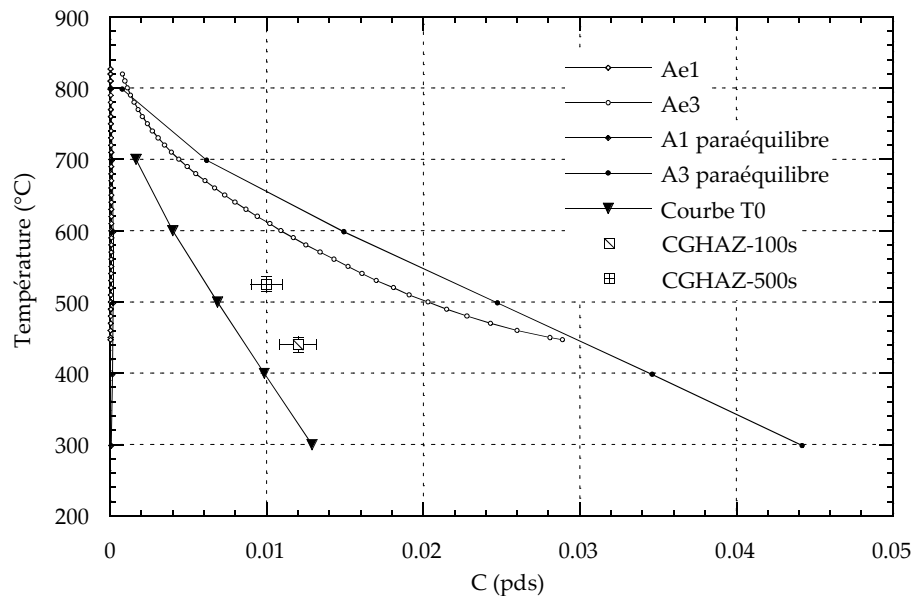


figure IV. 28 : Diagramme de phase Fe-C d'un alliage Fe-C-Mn-Si-Ni sur lequel sont reportées les limites de phases à l'équilibre et au para-équilibre et la courbe T_0 .

³ N.B. : Pour extrapoler ces limites de phases à basse température, on contraint le calcul Thermocalc (ou Ptimec) à ne pas faire apparaître de cémentite au refroidissement en ne déclarant pas la phase.

2.6 Conclusions

Les traitements thermiques intercritiques interrompus ont mis en évidence :

- Au chauffage : la germination de l'austénite par remise en solution de la cémentite située aux anciens joints de grains austénitiques et entre les lattes de bainite.
- Au chauffage et en tout début de refroidissement : la croissance de l'austénite (fraction maximale atteinte=0.2)
- Au refroidissement : deux étapes caractéristiques et très distinctes : une première période ($t < 10s$) durant laquelle la fraction d'austénite diminue très peu ; une seconde, caractérisée par le début de la transformation bainitique, durant laquelle la cinétique de dissolution de l'austénite est très rapide.

Les calculs à l'équilibre thermodynamique et au para-équilibre permettent de prédire la limite vers laquelle tend la fraction transformée. En particulier, ils permettent de comprendre pourquoi l'austénite continue de se former en début de refroidissement. En revanche, ils n'expliquent pas les retards de la transformation au chauffage et surtout au refroidissement.

Un modèle cinétique, prenant en compte la diffusion du carbone et du manganèse, a été utilisé. Les prévisions sont très proches de la cinétique expérimentale. Celle-ci est uniquement limitée par la diffusion du carbone. Le calcul permet par ailleurs de rendre compte des deux cinétiques observées au refroidissement : cinétique lente tant que le gradient de carbone va du centre de l'austénite vers l'interface austénite-ferrite, cinétique beaucoup plus rapide une fois que le gradient de carbone s'est inversé. Des améliorations restent cependant à apporter pour des prévisions plus quantitatives (optimisation de la géométrie initiale, prise en compte d'un chauffage très rapide avant le court maintien intercritique et optimisation du maillage aux interfaces pour mieux décrire les très forts gradients).

3 Stabilité thermique et mécanique de l'austénite résiduelle

3.1 Introduction

D'après certains auteurs [TAI96], la déstabilisation de l'austénite résiduelle en martensite à haute teneur en carbone entraîne une fragilisation des ZAC à basse température. Dans le but de mieux comprendre la ténacité de tels aciers bainitiques, la stabilité mécanique et thermique de l'austénite résiduelle a été étudiée par des observations au MEB à émission de champ, l'utilisation d'un porte-échantillon refroidi in situ dans le MET, et la quantification par diffraction des neutrons et par sigmamétrie après prédéformation.

3.2 Rappels bibliographiques

L'émergence de nouveaux aciers, dits « TRIP » (TRansformation Induced Plasticity), de microstructures ferrito-bainito-austénitiques, a contribué au développement de nouvelles études sur les mécanismes de stabilisation de l'austénite résiduelle. Ces mécanismes sont brièvement rappelés dans les paragraphes suivants.

3.2.1 Généralités

La transformation de l'austénite lors du refroidissement depuis la température d'austénitisation jusqu'à la température ambiante peut ne pas être totale, ce qui donne lieu à de l'austénite résiduelle. C'est en particulier le cas lorsque la température de début de transformation martensitique M_s , donnée par exemple par la formule d'Andrews (Eq. IV.4), est inférieure à la température ambiante.

$$M_s(^{\circ}\text{C})=512-453C-16.9\text{Ni}+15\text{Cr}-9.5\text{Mo}+217\text{C}^2-71.5\text{C.Mn} \text{ (\% massique) [AND65] \quad Eq. IV. 4}$$

La composition nominale de l'acier est donc un élément important puisque les éléments gammagènes (Manganèse et Nickel en particulier) favorisent la stabilité de l'austénite résiduelle. Par ailleurs, l'aluminium, le phosphore et surtout le silicium, en étant insolubles dans la cémentite, retardent la précipitation de carbures.

3.2.2 Cinétique de stabilisation de l'austénite résiduelle

Après certains traitements thermiques, il peut subsister de l'austénite résiduelle à la température ambiante du fait de son enrichissement en certains éléments d'alliage et en carbone. La stabilisation de l'austénite résiduelle nécessite, en particulier, un taux de transformation bainitique suffisant pour enrichir l'austénite en carbone et une faible précipitation de cémentite dans l'austénite. Ces deux phénomènes sont thermiquement activés et dépendent donc du temps et de la température à laquelle ils se produisent [IUN96].

3.2.3 Effet de la microstructure

Le taux d'austénite résiduelle est plus important lorsque la structure austénitique initiale est plus fine [BHA79]. Cet effet de microstructure peut s'expliquer par : (i) une diminution du nombre de sites de germination pour la martensite, (ii) une augmentation du nombre d'obstacles à la croissance des aiguilles ou des plaquettes de martensite, (iii) une augmentation de la quantité d'interfaces ferrite/austénite, riches en carbone.

3.2.4 Rôle particulier du silicium dans la stabilisation de l'austénite résiduelle

L'enrichissement important en carbone de l'austénite au cours de la transformation bainitique, et la stabilité qui en résulte, peut s'expliquer par un retard à la précipitation de carbures dans l'austénite lié à la présence du silicium. En particulier, le silicium retarde la croissance des précipités de cémentite en raison de sa faible solubilité dans la cémentite et de son effet sur l'activité du carbone dans l'austénite [IUN96].

3.2.5 Effet d'une sollicitation mécanique

La transformation martensitique peut se produire au refroidissement, quand la température atteinte est inférieure à la température caractéristique M_s , ou par l'application d'une sollicitation mécanique. Dans le cas particulier où la contrainte appliquée est supérieure à la limite d'élasticité de l'austénite mère (de telle sorte que l'austénite est déformée plastiquement avant la transformation), on parle de transformation martensitique induite par la déformation. C'est le mode de transformation observé dans les aciers « TRIP » sollicités en traction. Il s'accompagne d'une augmentation significative de l'allongement réparti.

Effet de la contrainte sur la transformation martensitique

La transformation martensitique est possible lorsque la température T est telle que la variation d'enthalpie libre due à la transformation $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha}$ est supérieure à une valeur critique $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha}_{M_s}$. En l'absence de contrainte appliquée, cette condition énergétique est satisfaite quand $T < M_s$.

A une température donnée supérieure à M_s , l'application d'une contrainte externe se manifeste sous forme d'un travail mécanique W , qui s'ajoute à l'enthalpie libre chimique $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha}$ de la transformation martensitique (figure IV. 29). La condition énergétique pour la transformation martensitique est alors satisfaite pour des températures inférieures à M_s' , avec $M_s' > M_s$.

Effet de la déformation sur la transformation martensitique

La sollicitation mécanique favorise la transformation martensitique :

- par des effets thermodynamiques de la contrainte appliquée (cf. ci-dessus) (mode I)
- par la production de nouveaux sites de germination stimulée par la déformation plastique. Ce deuxième phénomène est appelé germination induite par la déformation et se produit quand $T > M_s^\sigma$, c'est-à-dire une fois atteinte la limite d'élasticité de l'austénite (figure IV. 30) (mode II).

3.3 Stabilité mécanique et thermique de l'austénite résiduelle

3.3.1 Stabilité thermique

Etude quantitative par diffraction des neutrons

La stabilité thermique de l'austénite résiduelle a été étudiée par diffraction des neutrons au laboratoire Léon Brillouin⁴ (CEA CNRS, Saclay). L'avantage de la méthode est de pouvoir mesurer, en refroidissement continu par paliers dans une enceinte cryogénique, l'évolution d'une très faible quantité d'austénite résiduelle. Les mesures sont réalisées tous les 15°C, de 20°C à -220°C, pour les trois microstructures.

⁴ Ces essais ont été réalisés dans le cadre d'une proposition d'expérience.

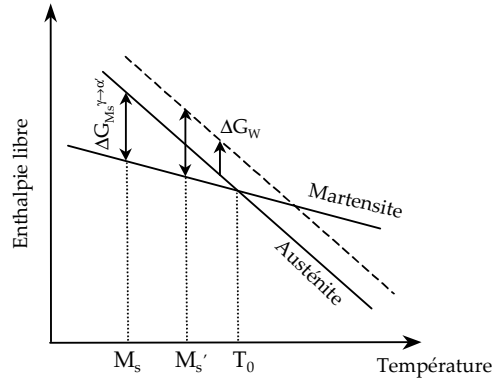


figure IV. 29 : Illustration schématique des enthalpies libres de l'austénite et de la martensite en fonction de la température

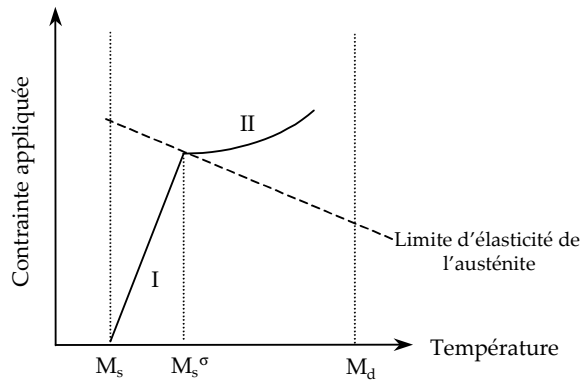


figure IV. 30 : Illustration schématique montrant l'évolution de la contrainte critique de transformation martensitique avec la température.

Pour chaque mesure, le temps de comptage est de 30 minutes et la vitesse de refroidissement entre chaque palier de mesure est de $0,5^{\circ}\text{C}/\text{min}$. On effectue également une mesure après un retour à la température ambiante. Le dépouillement des spectres de diffraction se fait par comparaison entre le spectre expérimental et un spectre calculé à partir d'un certain nombre de paramètres (teneurs, paramètres de maille, profils des raies de diffraction...). Les paramètres sont affinés de telle sorte que les spectres expérimentaux et calculés soient les plus proches possibles (au sens des moindres carrés). Les matériaux étant très légèrement texturés, le dépouillement des spectres est délicat. Les mesures sont donc relatives : l'état initial (avant déstabilisation) est choisi comme état de référence.

La figure IV. 31 montre l'évolution de la raie {111} de l'austénite en fonction de la température pour la microstructure ICCGAZ-100s. Lorsque la température diminue, l'austénite se contracte, le paramètre de maille décroît et le pic de diffraction est décalé vers les angles de diffraction plus élevés. Le coefficient de dilatation de l'austénite mesuré expérimentalement vaut 10^{-5}K^{-1} . Il est inférieur au coefficient de dilatation connu classiquement dans la littérature (2.10^{-5}K^{-1}). Cela suggère que l'austénite résiduelle est dans un état fortement contraint (de traction) lors du refroidissement. On remarque également une diminution de l'aire sous le pic, caractéristique d'une transformation de l'austénite résiduelle au refroidissement.

Les évolutions de la fraction en austénite et du paramètre de maille en fonction de la température sont données à la figure IV. 32 et à la figure IV. 33.

Pour les trois microstructures, la transformation martensitique n'est que partielle. Au maximum, seule environ 20% de l'austénite initialement présente dans le matériau est transformée. En-deçà de $T=100\text{K}$, les courbes présentent un palier. Les données sur les échantillons réchauffés (points noirs sur les courbes) semblent cependant montrer qu'un maintien prolongé à basse température favorise la transformation (surtout pour CGHAZ-500s, cf. figure IV. 32). Ceci est en accord avec le fait que la transformation martensitique devient fortement dépendante du temps si la température de trempage est inférieure à -100°C ou -150°C selon les nuances. L'austénite la moins stable est l'austénite contenue dans ICCGAZ-100s. C'est également l'austénite la moins riche en carbone (paramètre de maille le plus faible). Au sein d'une même microstructure, les composés d'austénite qui se transforment en premier sont les composés les moins riches en carbone : Le paramètre de maille moyen mesuré après la trempe est, semble-t-il, supérieur à ce qu'il était avant la déstabilisation de l'austénite. Les composés qui se sont transformés sont donc ceux qui avaient un petit paramètre de maille, donc une basse teneur en carbone.

L'étude précise de la forme des pics (en particulier la largeur) permet de déterminer la taille moyenne des particules d'austénite analysées dans une fenêtre de tailles comprises entre 15 et 1000 Angströms. N.B. : La taille moyenne déterminée par cette méthode ne représente donc en aucun cas la taille moyenne des composés d'austénite contenus dans le matériau. L'évolution de la taille des particules en fonction de la température est donnée à la figure IV. 34. On peut remarquer que :

- Les composés d'austénite contenus dans CGHAZ-100s sont plus petits que ceux de ICCGAZ-100s et CGHAZ-500s.
- Il semble qu'il existe une texture locale au niveau des composés d'austénite. Une des directions cristallographiques {111} est située dans la direction d'allongement de la particule. Ces petites particules sont sans doute situées entre les lattes de bainite, dont la direction de croissance est proche de $\langle 111 \rangle_{\gamma}$.
- Les courbes taille des particules en fonction de la température sont très légèrement croissantes. Les composés d'austénite qui se transforment en premier seraient donc les plus gros.

Etude qualitative par microscopie électronique en transmission

Les mécanismes de déstabilisation de l'austénite résiduelle au refroidissement ont été étudiés par microscopie électronique en transmission. La lame mince est refroidie in situ dans le MET grâce à un porte-échantillon refroidi à l'azote liquide. La température atteinte est alors de -170°C .

Des dislocations et des embryons de fautes d'empilement sont observés à 20°C (figure IV. 35). A basse température, l'austénite résiduelle se transforme en martensite maclée (figure IV. 35d).

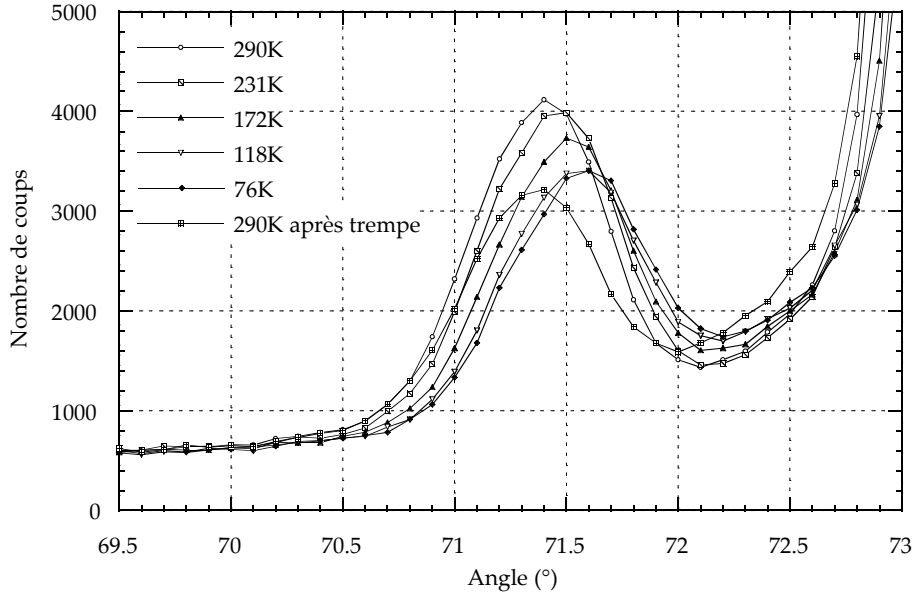


figure IV. 31 : Evolution du spectre de diffraction (en particulier de la raie {111} de l'austénite) en fonction de la température

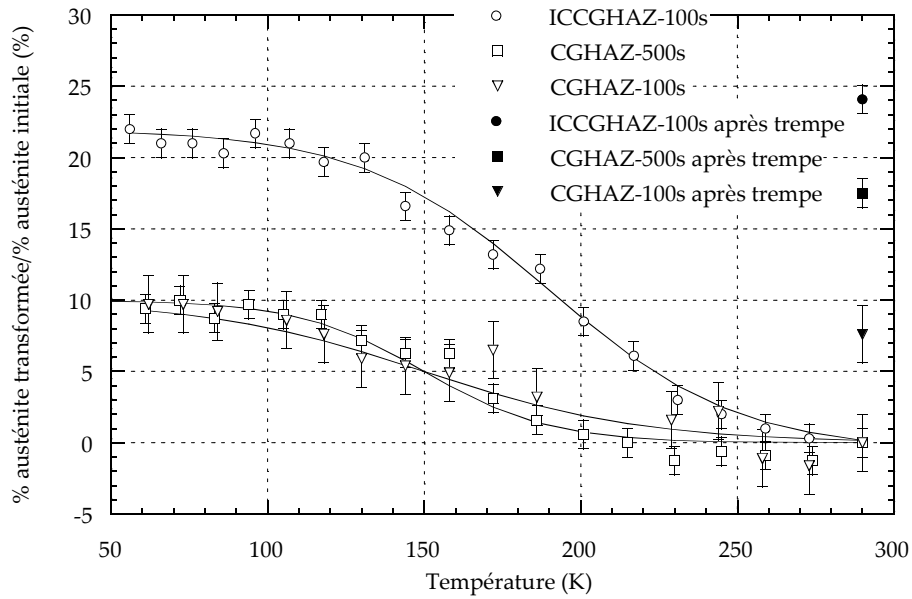


figure IV. 32 : Evolution du rapport entre le pourcentage d'austénite transformée et le pourcentage d'austénite initiale avec la température. Les points noirs représentent les mesures à la température ambiante après le refroidissement à 50K.

A cause des mécanismes très rapides de transformation, les sites de germination n'ont pas été clairement identifiés. On observe cependant que les fautes d'empilement se propagent avant le début de la transformation (figure IV. 35a, b et c). Ces fautes se propagent de manière très discontinue, par une succession d'avancées rapides et de blocages. De nouvelles fautes d'empilement sont également créées par dissociation de dislocations en partielles. La propagation de ces fautes d'empilement pourrait résulter des contraintes internes liées à la différence des coefficients de dilatation de la ferrite et de l'austénite.

D'autres facteurs, comme la variation de l'énergie de fautes d'empilement avec la température dans les alliages à base de fer [REM78], ou le décrochage des dislocations partielles épinglées par les atomes de carbone, peuvent contribuer à ce phénomène. Dans les aciers inoxydables austénitiques, il a été montré que la propagation des fautes d'empilement ou plus généralement de défauts plans jouent un rôle important dans la germination de la martensite [LEC72, OLS76].

Dans certains cas, la transformation n'est pas complète, et il subsiste après transformation un liseré d'austénite riche en défauts à la périphérie du noyau de martensite maclée.

3.3.2 *Stabilité mécanique*

L'instabilité mécanique de l'austénite résiduelle a été détectée par émission acoustique (cf. chapitre V). Elle a été étudiée quantitativement par des mesures de sigmamétrie sur des éprouvettes déformées. Les éprouvettes de traction (ELT10) ont été testées à 20°C et -196°C, et interrompues après une déformation homogène de 5%. Les résultats sont donnés au tableau IV. 4. Ils montrent qu'une faible déformation ($\epsilon=5\%$) suffit à déstabiliser une grande partie de l'austénite résiduelle. Ils mettent également en évidence un effet combiné de la température et de la déformation sur la déstabilisation. A basse température (-196°C), la transformation martensitique est totale pour $\epsilon=5\%$.

3.4 Conclusions

La stabilité thermique et mécanique de l'austénite résiduelle dans les zones affectées par la chaleur a été étudiée qualitativement et quantitativement. Au refroidissement, seule 20% (au maximum) de l'austénite initiale est transformée. Les composés d'austénite sont d'autant plus stables qu'ils sont riches en carbone et de petite taille. L'effet des fautes d'empilement sur les mécanismes de transformation a également été abordé. La sollicitation mécanique semble déstabiliser plus facilement l'austénite que le refroidissement sans contrainte appliquée : la transformation martensitique est totale pour 5% de déformation seulement.

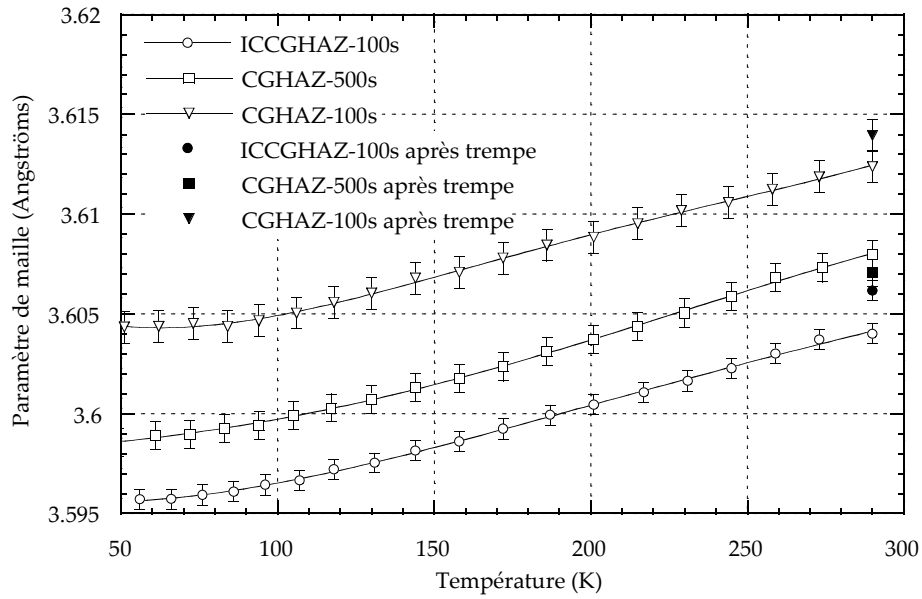


figure IV. 33 : Evolution du paramètre de maille de l'austénite avec la température.

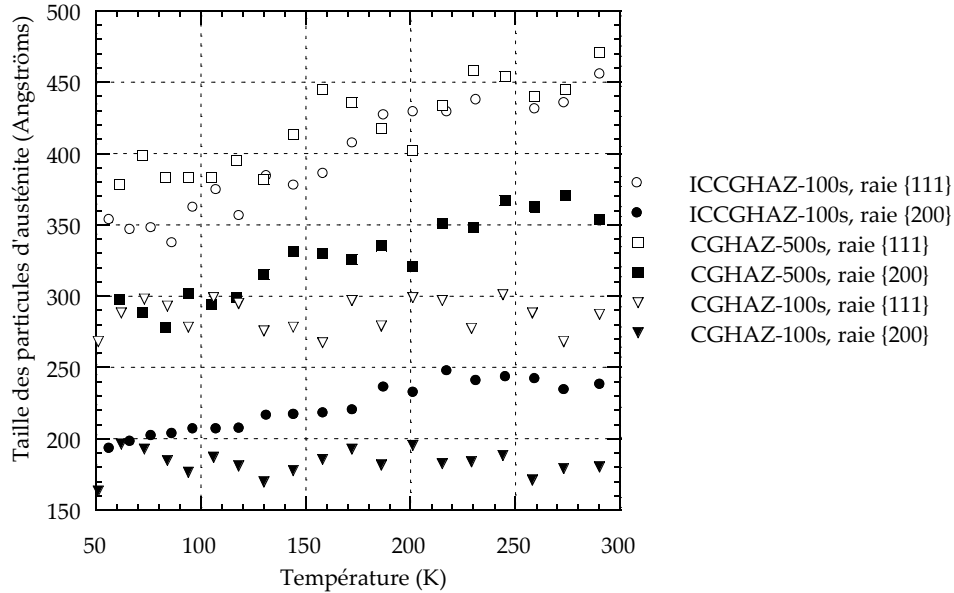


figure IV. 34 : Evolution de la taille moyenne des particules d'austénite (dans une fourchette comprise entre 15 et 1000 Å) avec la température. Les points noirs (resp. blancs) correspondent aux mesures réalisées sur la raie {111} (resp. {200}) de l'austénite.

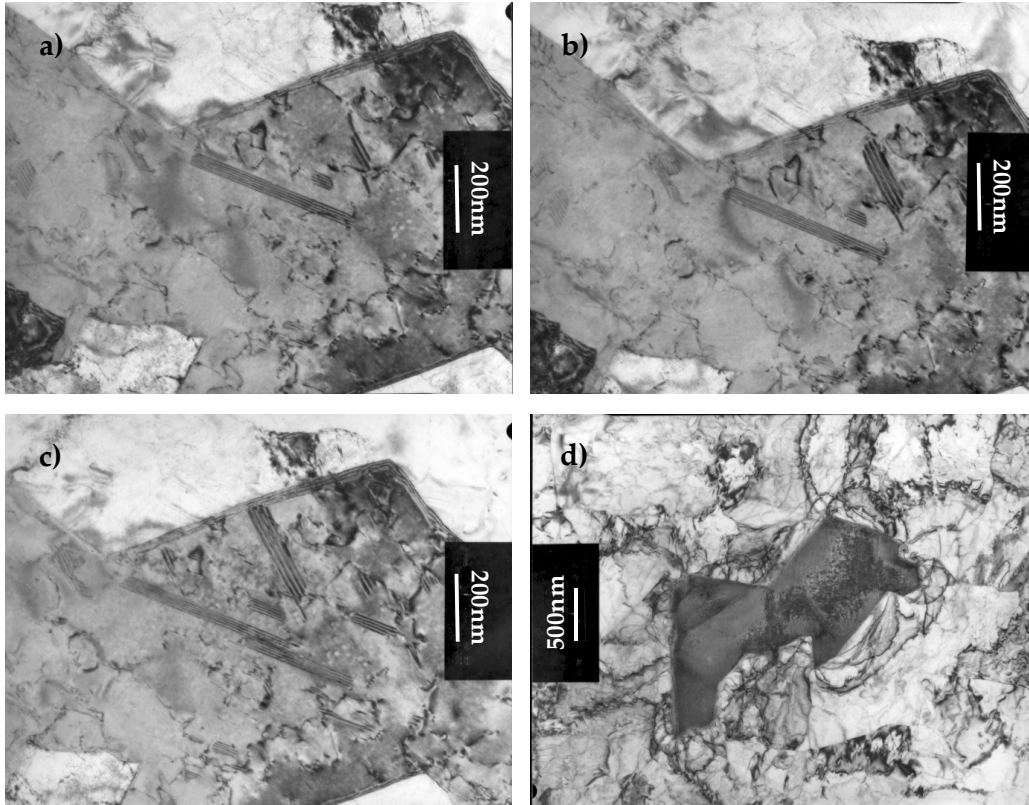


figure IV. 35 : Micrographies MET en champ clair d'un composé d'austénite résiduelle. a) au cours du refroidissement, b), c) juste avant la transformation $\gamma \rightarrow \alpha'$ à -170°C . d) Composé de martensite observé après la transformation. ZAC CGHAZ-500s.

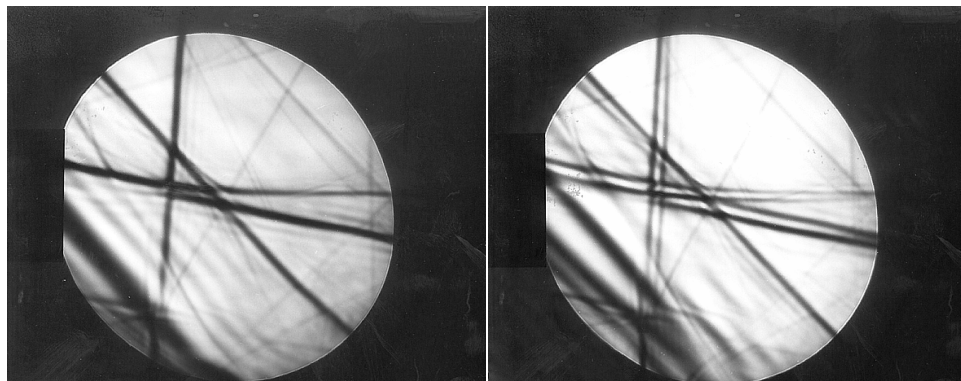


figure IV. 36 : Clichés expérimentaux de diffraction électronique en faisceau convergent. Axe de zone $[519\ 476\ 1701]$ proche de l'axe de zone $[1\ 1\ 4]$. a) Cristal parfait d'austénite, b) Cristal fauté. La plupart des lignes sont séparées en une ligne principale et une ligne secondaire. Dans ce cas, le vecteur faute est $R=1/3.[1\ -1\ 1]$.

Matériau	% austénite résiduelle à 20°C		% austénite résiduelle à -196°C	
	$\epsilon=0$	$\epsilon=5\%$	$\epsilon=0$	$\epsilon=5\%$
1250°C - 100s	2.3	0.9	2.1	0.3
1250°C+775°C - 100s	4.2	1.3	3.4	0
1250°C - 500s	4.0	0.5	3.6	0

tableau IV. 4 : Mesures quantitatives par sigmamétrie de la déstabilisation thermique ($\epsilon=0$) et mécanique ($\epsilon=5\%$) de l'austénite résiduelle à 20°C et -196°C pour les trois microstructures de ZAC.

4 Conclusions

Les observations métallographiques aux microscopes optique et électroniques (MEB et MET) ont mis en évidence l'existence de différents composés Martensite-Austénite. Dans les zones les plus fragiles (ICCGHAZ-100s), l'austénite résiduelle est principalement située entre les lattes de ferrite bainitique, tandis que les composés massifs, martensitiques ou mixtes, sont alignés le long des anciens joints de grains austénitiques. Dans les composés mixtes, l'austénite est distribuée à la périphérie alors que la martensite occupe le centre. Cette configuration caractéristique peut s'expliquer par des mécanismes de stabilisation chimique et/ou mécanique.

Les mécanismes de formation des composés M-A ont été caractérisés à l'aide de traitements thermiques interrompus au cours du second cycle de soudage (1250°C $\Delta t_{700^{\circ}\text{C}/300^{\circ}\text{C}}=100\text{s}$ puis 775°C $\Delta t_{700^{\circ}\text{C}/300^{\circ}\text{C}}=100\text{s}$). L'austénite, source des composés M-A, se forme par dissolution des carbures entre les lattes de bainite et aux anciens joints de grains austénitiques. Elle croît au chauffage et au début du refroidissement, puis régresse à partir de 600°C . Ce comportement a été modélisé en tenant compte des aspects thermodynamiques, avec ou sans partition des éléments en substitution. Un calcul de diffusion et de croissance de phases dans un alliage Fe-C-Mn a permis de rendre compte de la cinétique de formation de l'austénite. Celle-ci est uniquement limitée par la diffusion du carbone. La teneur élevée en carbone de cette austénite entraîne sa transformation partielle en martensite en fin de refroidissement et la formation des îlots M-A aux joints des anciens grains austénitiques et de lattes de bainite.

La stabilité de l'austénite résiduelle a été étudiée vis-à-vis de la température par refroidissement in situ et diffraction de neutrons. Une partie de l'austénite résiduelle se déstabilise lors du refroidissement à -200°C . Les fautes d'empilement observées au MET peuvent influencer la stabilité thermique de l'austénite résiduelle en se propageant avant la transformation. La transformation partielle des composés M-A en martensite sous sollicitation mécanique a également été mise en évidence. Cette déstabilisation mécanique peut expliquer la ductilité élevée des ZAC à 20°C mise en évidence au chapitre II. Les résultats quantitatifs de sigmamétrie sur essais de traction suggèrent que la majorité des composés d'austénite résiduelle situés à la pointe d'une fissure (de préfissuration ou de clivage) sont susceptibles d'être déstabilisés. La question de savoir si cette transformation joue un rôle sur les mécanismes de rupture, et si oui, comment, sera abordée au chapitre suivant.

Chapitre V

Mécanismes d'endommagement et de rupture

1. Etude expérimentale des mécanismes de rupture	157
1.1. Procédures expérimentales	157
1.2. Résultats	159
2. Effet de la stabilité de l'austénite résiduelle	177
3. Discussion	177
3.1. Etape critique de la rupture par clivage	177
3.2. Analyse micromécanique de l'amorçage	183
4. Conclusions	199

Chapitre V

Mécanismes d'endommagement et de rupture

L'étude des micro-mécanismes de rupture constitue un point clé du travail d'amélioration des propriétés de ténacité des Zones Affectées par la Chaleur, puisqu'elle permet d'établir des relations fortes et générales entre les microstructures complexes, les cycles thermiques de soudage et la ténacité.

Les essais mécaniques présentés au chapitre II mettent en évidence l'effet de certains paramètres métallurgiques tels que les composés M-A et la structure bainitique sur la ténacité des zones à gros grains. La raison profonde de tels effets n'est cependant pas bien identifiée. Les objectifs du présent chapitre sont les suivants :

- Déterminer l'unité microstructurale qui contrôle la rupture par clivage.
- Préciser les relations entre mécanisme de clivage et conditions d'essai (température, géométrie...).

Pour ce faire, l'analyse détaillée des processus de rupture est réalisée grâce à la technique de l'émission acoustique et à l'observation minutieuse des coupes longitudinales et des faciès de nombreuses éprouvettes testées et/ou rompues à différentes températures. Dans une deuxième partie, ces examens sont discutés à l'aide d'une approche micro-mécanique de l'amorçage appliquée aux éprouvettes axisymétriques entaillées.

1. Etude expérimentale des mécanismes de rupture

1.1. Procédures expérimentales

1.1.1. Essais mécaniques

Les mécanismes de rupture ont été étudiés à partir d'éprouvettes axisymétriques entaillées AE4-50, AE2-50 et AE0,2-50 rompues à différentes températures (palier fragile, palier ductile et dans le domaine de la transition) ainsi que sur des éprouvettes de flexion préfissurées ou non. Les faciès non attaqués et attaqués (attaque Villela) ont été observés au MEB. L'observation des coupes longitudinales de faciès préalablement nickelés et des éprouvettes déformées mais non rompues a été faite par microscopie optique et électronique à balayage après attaque Villela. Les fissures secondaires de clivage de ces coupes longitudinales ont été étudiées en EBSD.

1.1.2. Suivi de l'endommagement par émission acoustique (ZAC)

Afin de corréliser la ténacité et les microstructures des ZAC simulées, il est intéressant de connaître les premières étapes de la rupture en endommageant le matériau sans le rompre. Dans le cas de la rupture fragile, cela constitue une difficulté expérimentale importante. Quelques-uns des résultats présentés dans ce chapitre ont été obtenus en utilisant la technique de l'émission acoustique (E.A.). Cette technique, très utilisée dans l'étude de la rupture en corrosion sous contrainte, a été, jusqu'à présent, peu appliquée au clivage [CAO97 ; CLA81 ; SCR81], sauf conditions particulières [ROG89, KHA82 ; LEE86] (Eprouvettes de flexion, larges zones clivées). Une étude préliminaire, entreprise à l'IRSID [STU98] sur la ZAC ICCGHAZ-100s, a montré que la technique d'E.A. permet la détection d'événements locaux comme le clivage et l'interruption d'essais de traction avant la rupture catastrophique. L'étude a été étendue aux trois ZAC (CGHAZ-100s et 500s et ICCGHAZ-100s), sur différentes géométries (de traction AE0,2-50 et de flexion fissurées KF20) et à différentes températures ($-60^{\circ}\text{C} < T < 20^{\circ}\text{C}$ ¹). Des examens métallographiques sur coupes et sur faciès ont été conduits pour analyser en détail les processus de rupture (amorçage et propagation) des ZAC [LAM00bis].

a) Quelques rappels sur l'émission acoustique

Les principes de base de l'émission acoustique et des différents modèles de sources sont donnés par F. Montheillet et F. Moussy [MON86]. Le lecteur pourra également se référer à quelques articles de revue [LEN90 ; HEI87]. L'Emission Acoustique (E.A.) est le phénomène de génération d'ondes élastiques transitoires résultant de micro-déplacements locaux internes à un matériau, sous l'effet d'une sollicitation. La plupart des mécanismes physiques engendrant des micro-déplacements locaux sont des sources d'émission acoustique. On peut citer par exemple le mouvement des dislocations, la transformation martensitique, le maclage, la décohésion d'inclusions, la rupture de particules ou de grains. L'onde élastique produite est le plus souvent détectée par un capteur piézo-électrique fixé sur la surface du matériau. On distingue deux cas extrêmes de sources :

- Les sources qui engendrent des signaux de grande amplitude et nettement séparés dans le temps : il s'agit de l'émission par salves. Ce type d'émission est lié à l'amorçage et à l'extension de l'endommagement (clivage, fragmentation des particules de seconde phase...).
- Les sources très nombreuses qui engendrent des signaux à l'allure de bruit : il s'agit de l'émission continue. Ce type d'émission est essentiellement lié à la déformation plastique homogène.

¹ T=-60°C est la température minimale de fonctionnement des capteurs piézoélectriques utilisés.

Domaine de fréquence (kHz)	Gain (dB)	Seuil (dB)	Vitesse de l'onde (m.s ⁻¹)	Temps de définition de la salve (ms)
100-300	40	45	5800	1000

tableau V. 1 : Paramètres d'acquisition de l'émission acoustique

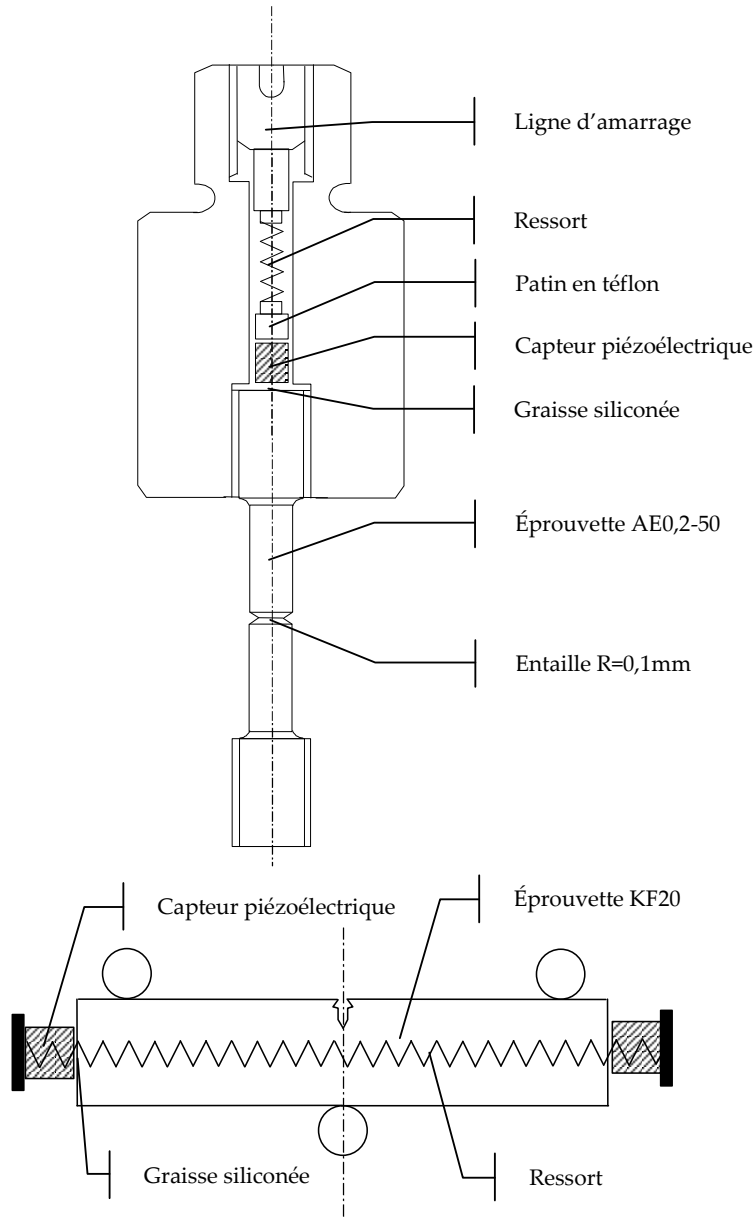


figure V. 1 : Schémas des montages d'émission acoustique pour les essais sur éprouvette axisymétrique entaillée AE0,2-50 et sur éprouvette KF20.

La puissance du signal résultant est proportionnelle au volume V déformé, à la vitesse de déformation plastique équivalente et à l'aire moyenne A balayée par les dislocations. Lors d'un essai de traction, l'E.A. croît près de la limite d'élasticité macroscopique du fait de l'augmentation de la vitesse de déformation plastique équivalente et décroît ensuite comme A .

L'émission acoustique permet également de localiser les sources et donc l'endommagement dans une éprouvette. Le principe de la localisation est d'analyser les retards entre les instants d'arrivée d'une même salve sur plusieurs capteurs afin d'en déterminer la position source. Par cette technique, il est possible de localiser les sources le long de l'axe d'une éprouvette de traction ou de déterminer les dimensions de la zone endommagée en fond de fissure dans le cas des éprouvettes CT par exemple.

b) Procédure expérimentale

Quinze à vingt éprouvettes axisymétriques entaillées AE0,2-50 (diamètre minimum 5mm ; diamètre maximum 9mm) de chaque microstructure de ZAC ont été usinées à partir d'ébauches Gleeble. Afin d'étudier les mécanismes de rupture dans le cas de contraintes triaxiales élevées et dans des conditions fragiles à température ambiante, les éprouvettes sont fortement entaillées (rayon en fond d'entaille de 0,1mm). Les essais de traction sont réalisés sur une machine à vis Tinius Olsen entre 20°C et -60°C avec un enregistrement de l'émission acoustique. Des capteurs piézo-électriques sont fixés à chaque extrémité de l'éprouvette de traction et reliés par des amplificateurs à un système d'acquisition MISTRAS 2001. Les principaux paramètres d'acquisition sont donnés au tableau V. 1. Le schéma du montage est présenté à la figure V. 1.

Le système permet ainsi la détection de l'émission continue et de l'émission par salves correspondant à l'endommagement. L'utilisation couplée des deux capteurs permet également de localiser le clivage dans le fût de l'éprouvette. Dans le domaine de température exploré, cette technique permet d'interrompre les essais avant la rupture brutale.

Certaines éprouvettes endommagées mais non rompues sont coupées dans la longueur et utilisées pour des observations métallographiques (Microscopie optique et électronique à balayage). Les fissures de clivage sont analysées par EBSD afin de mettre en évidence la barrière microstructurale la plus forte qui contrôle la propagation du clivage dans ces microstructures. Les autres éprouvettes endommagées sont ré-usinées avec une entaille plus douce (Diamètre minimum $\approx 4,8$ mm) et testées par fatigue jusqu'à la rupture finale afin d'initier une fissure de fatigue à partir du clivage existant. La méthode employée est celle de l'escalier : Les contraintes minimales et maximales initiales sont 90 et 450MPa respectivement ($R_\sigma=0,2$) ; la fréquence est de 160Hz. σ_{\max} est augmentée progressivement par pas de 5MPa tous les 10^6 cycles jusqu'à la rupture complète de l'éprouvette. Les observations des faciès de rupture permettent alors de mettre en évidence les sites d'amorçage (clivage) de la rupture par fatigue. Enfin, pour les éprouvettes restantes, les essais de traction sont menés jusqu'à la rupture finale afin d'acquérir les informations acoustiques sur tout le trajet de chargement.

Des éprouvettes de flexion préfissurées (KF20) de ICCGHAZ-100s ont également été testées, à 20°C -30°C et -60°C. Une fois endommagées, les éprouvettes ont été à nouveau sollicitées en fatigue et observées au MEB. Certaines éprouvettes sont testées jusqu'à la rupture finale.

1.2. Résultats

1.2.1. Métal de base

a) Observations

(i) Fractographie

L'analyse systématique des surfaces de rupture obtenues sur une large gamme de températures et de géométries a permis de dégager la tendance suivante :

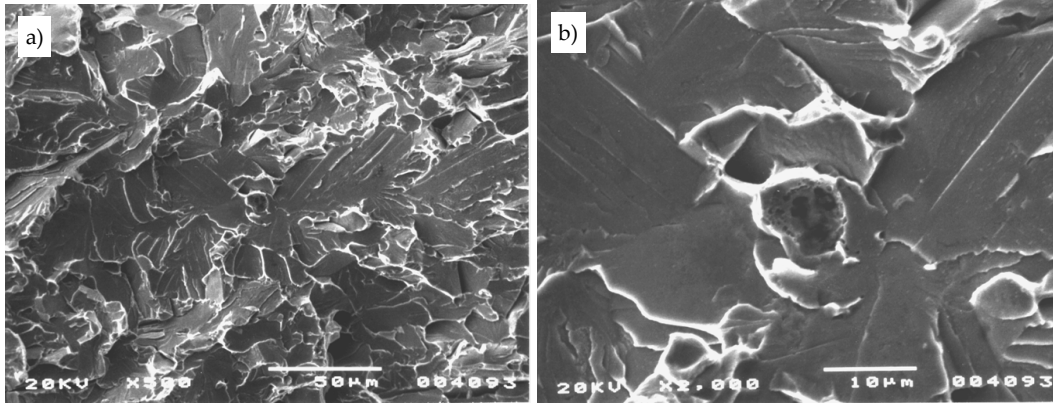


figure V. 2 : a) Examen fractographique d'une éprouvette AE4-50 rompue à -190°C ($\epsilon_R=1\%$). Amorçage sur une inclusion d'oxydes mixtes Ca, Al, O. Métal de base. b) Détail

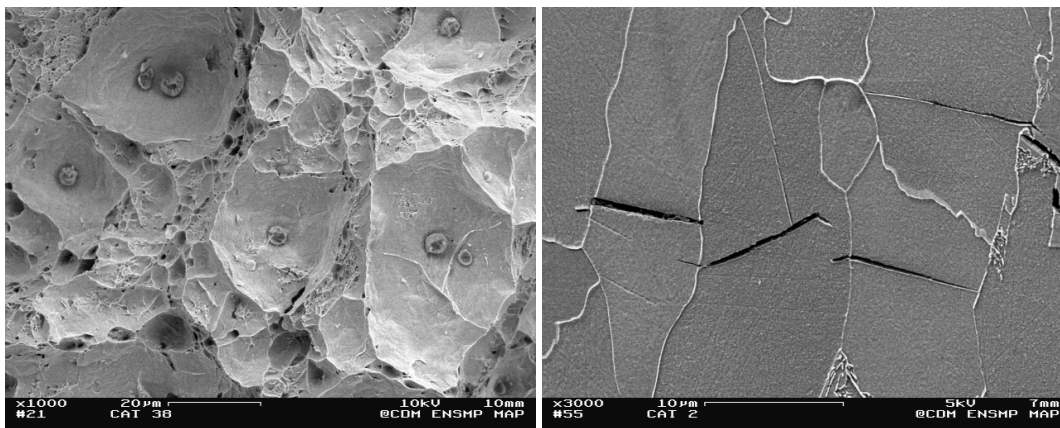


figure V. 3 : Faciès de rupture ductile d'une éprouvette AE4-50 rompue à 20°C ($\epsilon_R=83\%$). Métal de base.

figure V. 4 : Coupe longitudinale² d'une éprouvette AE4-50 de métal de base rompue à -196°C ($\epsilon_R=13\%$). Fissures secondaires de clivage déviées ou arrêtées aux joints de grains ferritiques (Attaque Nital 4%).

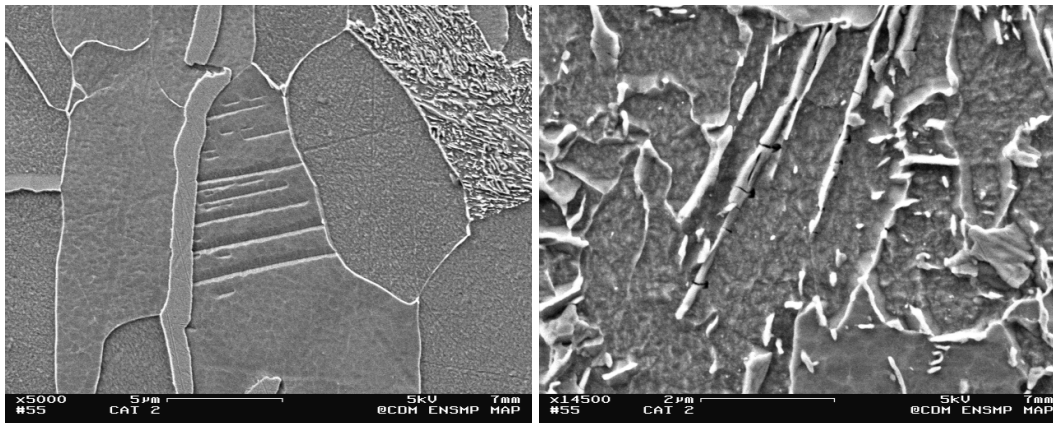


figure V. 5 : Coupe longitudinale d'une éprouvette AE4-50 de métal de base rompue à -196°C ($\epsilon_R=13\%$). Macles dans un grain ferritique (Attaque Nital 4%)

figure V. 6 : Coupe longitudinale d'une éprouvette AE4-50 de métal de base rompue à -196°C ($\epsilon_R=13\%$). Rupture des fibres de cémentite dans la perlite (Attaque Nital 4%)

² Toutes les coupes longitudinales présentées dans ce chapitre sont placées de telle sorte que le faciès de rupture est horizontal et au-dessus des clichés.

- Pour les éprouvettes AE4-50 rompues à basse température et présentant des déformations à rupture faibles (<3%), les sites d'amorçage sont uniques et correspondent toujours à des inclusions rompues (Al, Ca, O) (figure V. 2).
- Pour les éprouvettes AE4-50 présentant des déformations à rupture plus élevées (>3%) ou pour les éprouvettes générant un taux de triaxialité supérieur (Charpy, flexion 3 points), aucun site d'amorçage particulier n'est détecté.

Il est intéressant de noter qu'à -196°C, certaines facettes contiennent des languettes caractéristiques du maillage résultant d'une déviation locale de la fissure de son plan de propagation.

Sur les faciès de rupture ductile, les oxydes Al₂O₃, MgO et CaO occupent les grosses cupules, tandis que de plus petits précipités (NbC de diamètre 500 nm environ) habitent les plus petites cupules (figure V. 3).

(ii) Coupes longitudinales

Les observations des coupes longitudinales polies et attaquées révèlent la présence de nombreuses fissures secondaires de clivage (figure V. 4). La taille de ces fissures peut être reliée à la taille de grain ferritique. A -196°C, certains grains sont maclés (figure V. 5). A plus haute température et pour des déformations plus élevées, on n'observe plus de maillage et les fissures secondaires arrêtées sur les joints de grains ferritiques sont plus ouvertes et plus émoussées. Les lamelles de cémentite présentes dans la perlite sont des sites privilégiés de l'endommagement (figure V. 6).

b) Micro-mécanismes de rupture

(i) Rupture fragile

Deux mécanismes de rupture par clivage peuvent se produire selon le niveau de déformation atteint ou la géométrie des éprouvettes :

- **Pour des déformations faibles (<3%), la taille des inclusions semble être le paramètre métallurgique qui contrôle la rupture par clivage.** Ce mécanisme est observé pour les triaxialités les plus faibles (AE4-50).
- **Pour des déformations supérieures à 3%, i.e. dans la plupart des cas, l'amorçage est plus difficile à identifier :** Les concentrations de contraintes nécessaires peuvent être créées par des empilements de dislocations dans la ferrite, en particulier par des hétérogénéités de déformation, comme les macles. L'amorçage peut également être la conséquence de l'endommagement des lamelles de cémentite, qui, orientées dans la direction de traction, se comportent comme des fibres fragiles rompues transversalement en plusieurs endroits. Les observations fractographiques et métallographiques suggèrent cependant que la propagation dans la ferrite est l'étape critique du clivage. L'observation des fissures secondaires de clivage montre que la traversée d'un joint de grain ferritique constitue un obstacle important à la propagation du clivage. Cela se traduit par une augmentation de l'énergie de clivage. La contrainte de franchissement du joint vaut :

$$\sigma_c = \left(\frac{\pi}{1-\nu^2} \right)^{1/2} \left(\frac{E\gamma_R}{d} \right)^{1/2} \quad \text{Eq. V. 1}$$

Lorsque cette contrainte critique dépasse celle qu'il faut appliquer pour la naissance du clivage, les fissures de clivage se bloquent sur les joints. **Dans ces conditions, la taille de grain ferritique est le paramètre métallurgique qui contrôle la rupture par clivage.**

(ii) Rupture ductile

A la température ambiante, la rupture résulte de la croissance et de la coalescence de cavités. Celles-ci prennent naissance sur les inclusions (oxydes mixtes et sulfures) et sur les précipités de petite taille après déformation plastique de la matrice. La germination secondaire sur ces précipités interrompt la coalescence des grosses cupules primaires.



figure V. 7 : Faciès de rupture fragile par clivage d'une éprouvette AE4-50 de ICCGAZ-100s rompue à -160°C ($\epsilon=4\%$) après attaque métallographique Villela. L'attaque révèle la présence de composés M-A « en collier », parfois déchaussés, aux anciens joints de grains austénitiques.

1.2.2. Zones Affectées par la Chaleur

a) Observations

(i) Fractographie

- Sur le palier fragile, la surface de rupture est caractérisée par des facettes de clivage variant de 5 à 50 μm pour CGHAZ-100s et ICCGHAZ-100s et en moyenne supérieure d'une quinzaine de microns pour CGHAZ-500s. Le relief est très marqué et les sites d'amorçage de la rupture sont difficiles à identifier. Pour les mettre en évidence, des cartographies à champs jointifs à faible grandissement ($\times 100$ à $\times 150$) de la zone d'amorçage (i.e. juste après le faciès de préfissuration en fatigue pour les éprouvettes KF20 et les zones centrales pour les éprouvettes AE) ont été réalisées (figure V. 7). **Les sites d'amorçage sont multiples.** La figure V. 8 présente un cas typique d'amorçage sur un composé M-A, présent au site de convergence des rivières de clivage.

Les composés M-A en collier (situés le long de l'ancien joint de grain austénitique) de ICCGHAZ-100s sont révélés sur la plupart des frontières des facettes de clivage (figure V. 7). Sur certaines facettes, la convergence des rivières de clivage semble indiquer que l'amorçage est étroitement lié à ces composés M-A. Parfois, le site d'amorçage est situé au milieu de la facette et correspond à un composé M-A massif, voisin d'un autre composé. Le plus souvent, le site d'amorçage est situé aux anciens joints de grains où les M-A facilitent le passage de la fissure principale (i.e. les rivières repartent du joint et non du cœur du grain suivant). Dans le domaine de transition fragile ductile, les facettes de clivage comportent de nombreuses microcavités associées à des composés M-A déchaussés (figure V. 9). Les microstructures CGHAZ-100s et CGHAZ-500s présentent les mêmes types de faciès que ICCGHAZ-100s. Les sites d'amorçage sont moins facilement observables et plutôt situés au centre des facettes : on ne retrouve pas l'alignement caractéristique des M-A « en collier ».

Amorçage sur les composés M-A et multiplicité des sites ont été confirmés par les essais interrompus par émission acoustique : Pour toutes les microstructures de ZAC testées à 20°C et -30°C, on constate la présence de plusieurs micro-fissures stables dont la taille varie de 50 μm à 700 μm (figure V. 10) arrêtées sur des joints de forte désorientation (figure V. 11). Selon la déformation atteinte, ces micro-fissures sont situées dans le volume ou près de l'entaille des éprouvettes AE0,2-50, à l'endroit de la plus grande contrainte principale (tableau V. 2). De même, dans le cas des éprouvettes KF20, l'amorçage de la rupture est observé en avant de la préfissure de fatigue (figure V. 12a). A nouveau, l'attaque métallographique de ces surfaces révèle la présence de composés M-A aux sites d'amorçage des fissures (figure V. 12b et figure V. 13).

- A température ambiante, la rupture est ductile (figure V. 14a). Le faciès des AE comporte deux types de cupules. Les grosses cupules sont amorcées sur les inclusions (CaS et oxydes), tandis que les petites cupules sont amorcées sur les composés M-A (figure V. 14b).

Température d'essai (°C)	Taille moyenne de la zone clivée (μm)	Position moyenne relative r/R_0 de la fissure de clivage dans le rayon de l'éprouvette
20	144	0.73
-30	320	0.88

tableau V. 2 : Caractéristiques de fissures arrêtées en fonction de la température

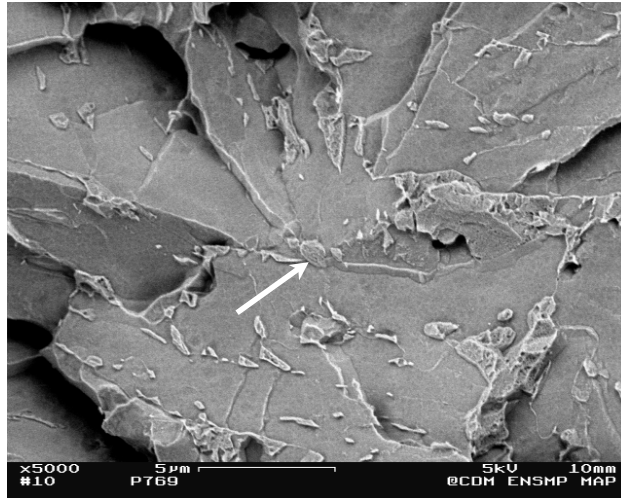


figure V. 8 : Faciès de rupture fragile par clivage d'une éprouvette AE4-50 de ICCGHAZ-100s rompue à -160°C ($\epsilon_R=4\%$). L'attaque Villela révèle la présence d'un composé M-A au site de convergence des rivières.

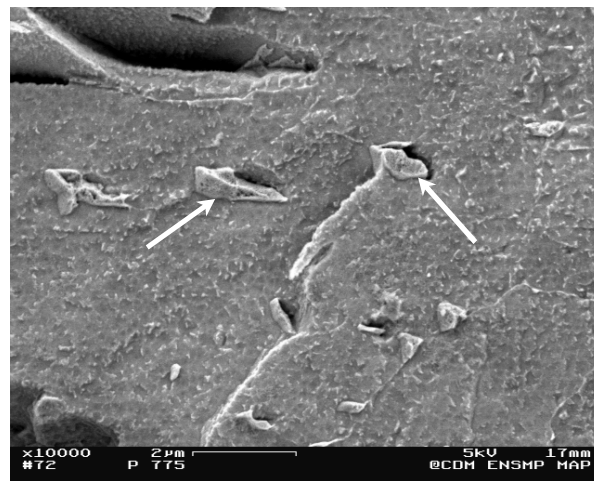


figure V. 9 : Faciès de rupture fragile par clivage d'une éprouvette AE4-50 de ICCGHAZ-100s rompue à -90°C ($\epsilon_R=30\%$). L'attaque Villela révèle la présence de composés M-A déchaussés.

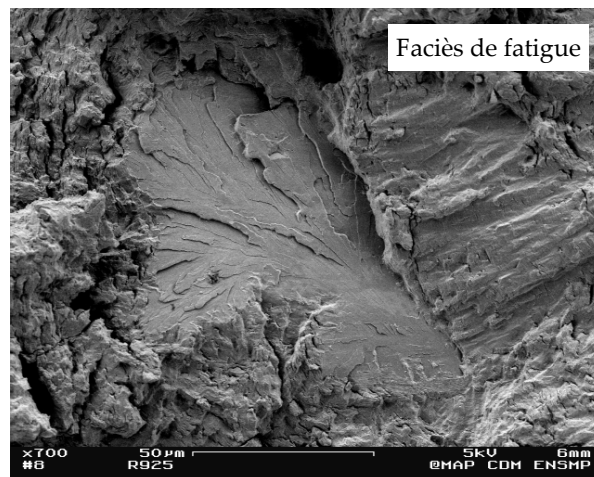


figure V. 10 : Fissure de clivage arrêtée et entourée par le faciès de fatigue d'une éprouvette AE0,2-50 de ICCGHAZ-100s testée à 20°C.

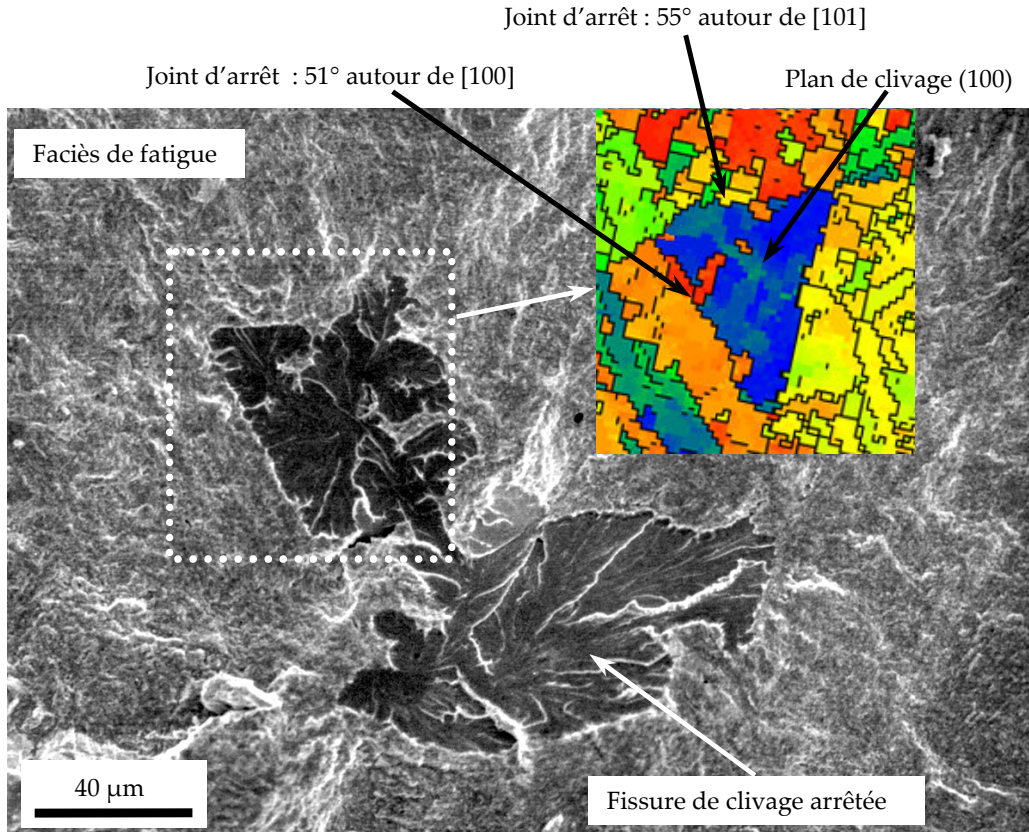


figure V. 11 : Eprouvette AE0,2-50 de CGHAZ-100s testée à -30°C. Fissure de clivage arrêtée et entourée par le faciès de fatigue. La cartographie EBSD correspondante montre que les joints d'arrêt sont des joints de forte désorientation (>50°). Le plan de clivage est un plan de type {100} du paquet bainitique.

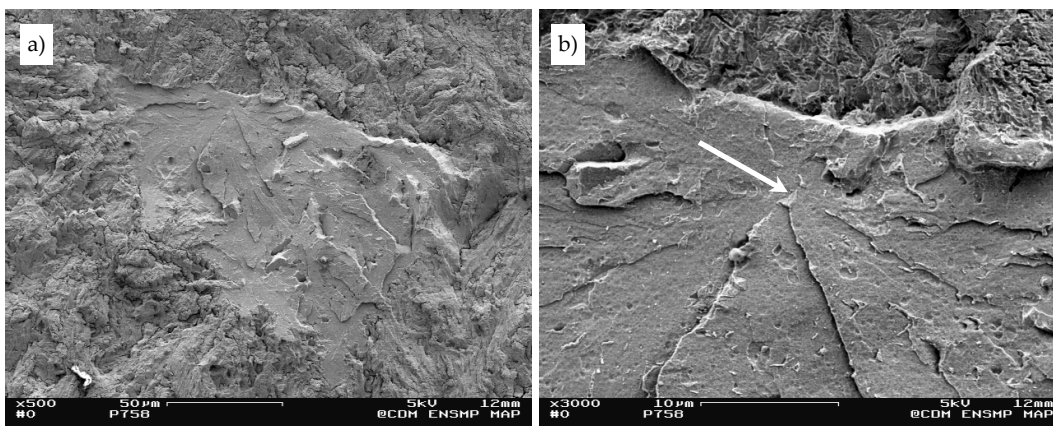


figure V. 12 : a) Fissure de clivage amorcée le long du front de préfissuration d'une éprouvette KF20 ICCGHAZ-100s testée à 20°C et interrompue après l'émission d'une salve énergétique. b) Détail de la figure a) montrant que le site d'amorçage est un composé M-A.

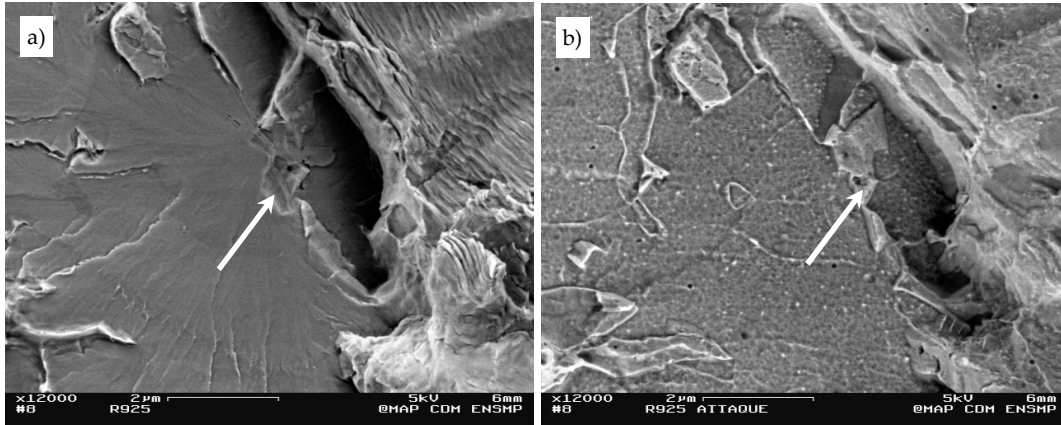


figure V. 13 : a) Détail de la figure V. 10a. La flèche indique le site d'amorçage de la rupture par clivage. b) L'attaque de la zone d'amorçage révèle la présence d'un composé M-A à l'origine de la rupture.

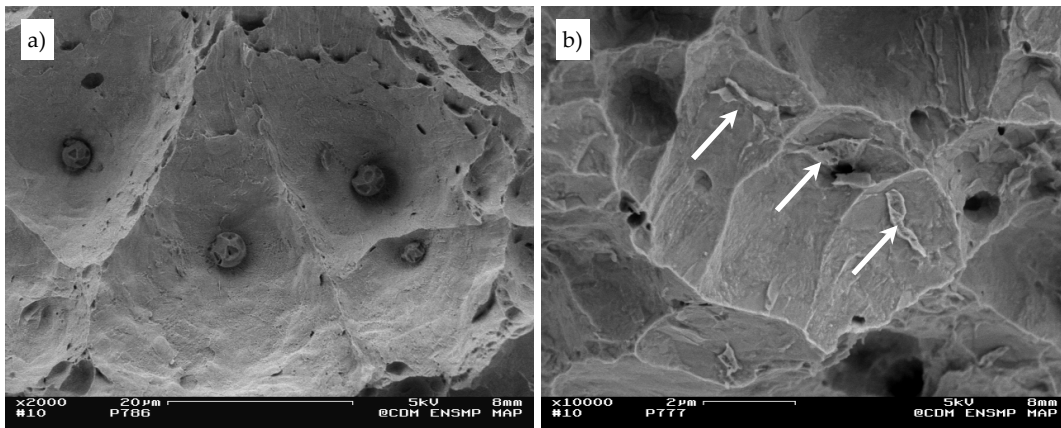


figure V. 14 : a) Faciès de rupture ductile d'une éprouvette AE4-50 de ICCGHAZ-100s rompue à 20°C ($\epsilon_r=53\%$). Attaque Villela. b) Détail de la figure a. Mise en évidence des composés M-A dans les petites cupules par attaque métallographique au réactif Villela.

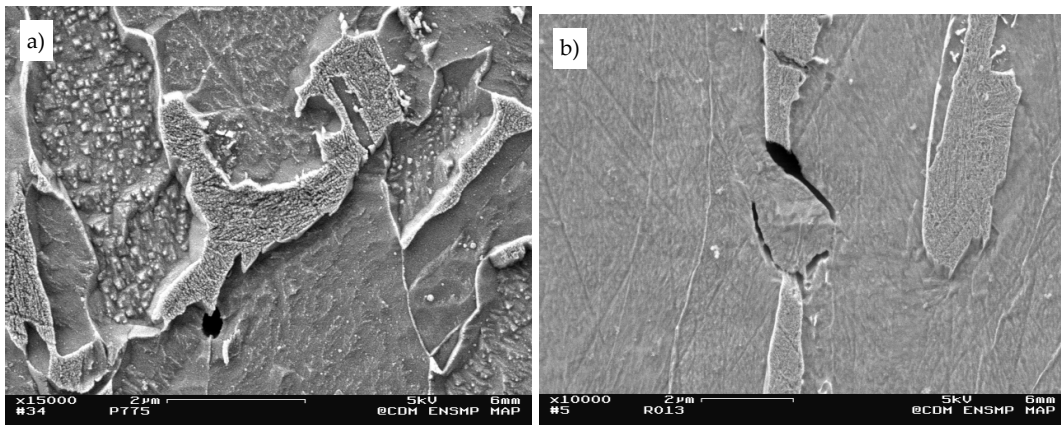


figure V. 15 : a) Coupe longitudinale d'une éprouvette AE4-50 de ICCGHAZ-100s rompue à -90°C ($\epsilon_r=30\%$). Cavitation à l'interface M-A/matrice, initiée sur un point anguleux. b) Coupe longitudinale d'une éprouvette AE4-50 de CGHAZ-500s rompue à 20°C. Endommagement préférentiel entre deux composés M-A.

(ii) Coupes longitudinales

L'observation sur coupes longitudinales des éprouvettes AE et de ténacité permet d'étudier les premiers stades de l'endommagement (①) ainsi que certains mécanismes de propagation des fissures de clivage (②).

① Premiers stades de l'endommagement :

Ces analyses mettent en évidence les effets de la **géométrie** (caractérisée par le taux de triaxialité qu'elle engendre), de la **température** et de la **morphologie** des particules M-A sur l'endommagement.

- A très basse température ($-196^{\circ}\text{C} < T < -170^{\circ}\text{C}$), aucun endommagement n'est observé sous le faciès de rupture.
- Lorsque la déformation à rupture est supérieure à quelques %, l'endommagement sur les composés M-A est visible :
 - **Sur les éprouvettes faiblement entaillées générant un taux de triaxialité inférieur à 1,2 (Traction, AE4-50, AE2-50), l'endommagement sur les composés M-A est essentiellement ductile** et se fait par cavitation et décohésion à l'interface particule/matrice. Les points anguleux des composés M-A ainsi que les zones intermédiaires entre deux composés sont des sites privilégiés de cet endommagement (figure V. 15). Dans le domaine de la transition fragile-ductile, les microcavités créées aux interfaces M-A/matrice croissent et semblent coalescer. Le défaut "ductile" ainsi formé se propage ensuite par clivage à travers le paquet bainitique. A 20°C , la rupture se produit par amorçage, croissance et coalescence de cavités autour des inclusions (décohésion sur la totalité de l'interface) et des composés M-A (cavitation sur une partie seulement de l'interface). Les essais de traction in situ dans le MEB montrent que la germination de cavités sur les M-A interlattes se fait préférentiellement aux intersections des bandes de glissement (figure V. 16). Les composés interlattes allongés dans le sens de la direction de traction se déforment nettement avant de se déchirer (figure V. 17).
 - **Sur les éprouvettes fortement entaillées (AE0,2-50, KF20), l'endommagement est le plus souvent fragile et se produit par rupture des composés.** Dans ce dernier cas, on observe que les composés allongés dans la direction de traction sont plus propices à la rupture (figure V. 18).
 - Dans tous les cas, les composés d'austénite situés sous le faciès de rupture sont déstabilisés pendant l'essai à basse température (figure V. 19). La plupart des composés situés dans le fût de l'éprouvette (qui ont donc subi le même refroidissement, sans être déformés) ne sont pas déstabilisés.

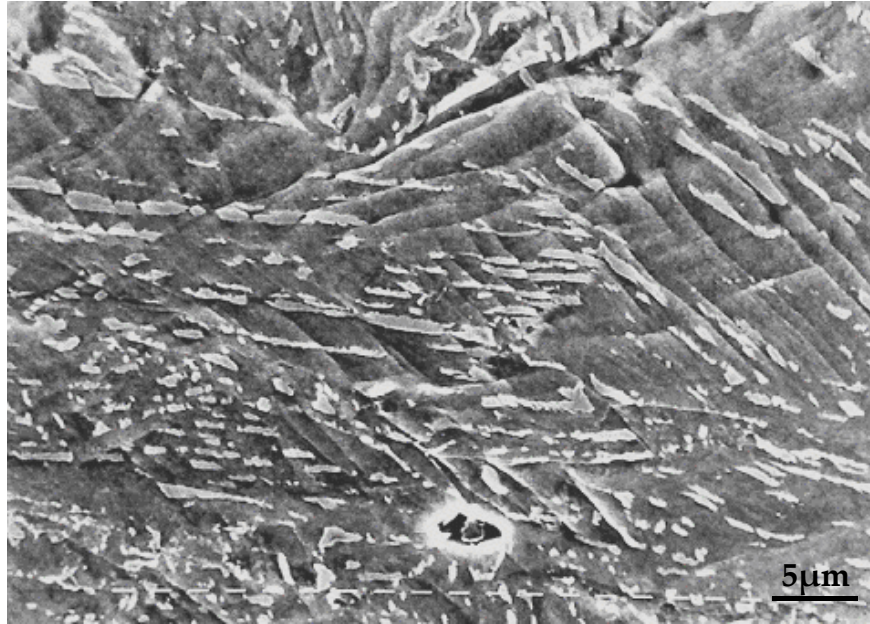


figure V. 16 : Surface déformée d'une éprouvette de traction *in situ* dans le MEB ($T=20^{\circ}\text{C}$). Les composés M-A interlattes sont endommagés au croisement des bandes de glissement. Microstructure ICCGHAZ-100s.

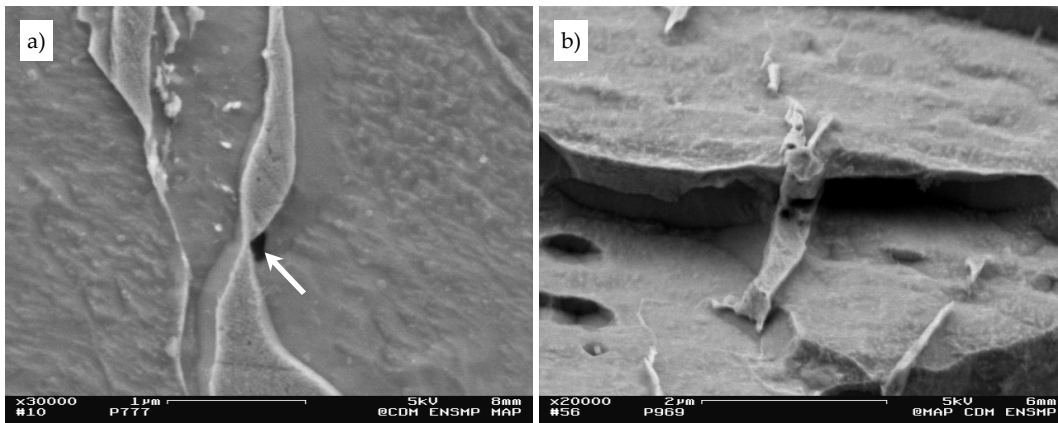


figure V. 17 : a) Coupe longitudinale d'une éprouvette AE4-50 de ICCGHAZ-100s rompue à 20°C ($\epsilon_R=53\%$). Composé interlattes strictionné (Attaque Vilella). b) Faciès de rupture d'une éprouvette de flexion 4 points de CGHAZ-500s rompue à -196°C . Les composés interlattes ne clivent pas au passage de la fissure.

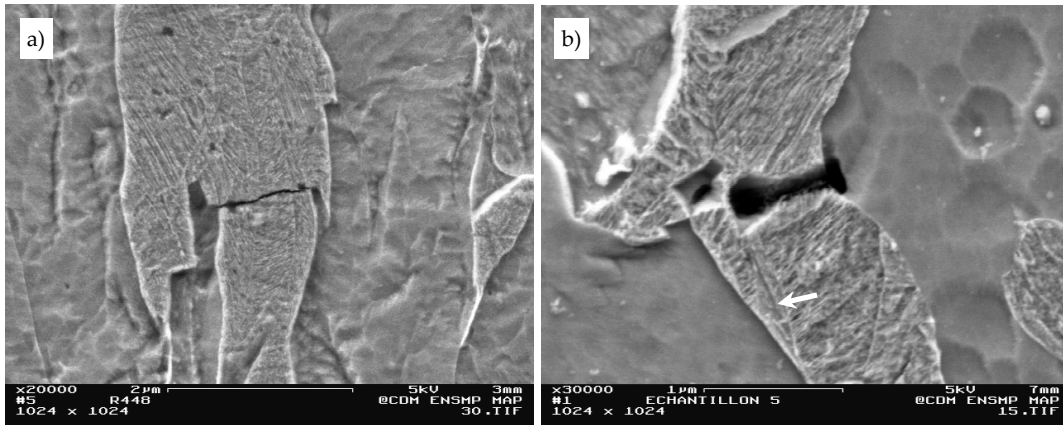


figure V. 18 : a) Coupe longitudinale d'une éprouvette AE0,2-50 de ICCGHAZ-100s testée à 20°C. Fissure de clivage dans un composé M-A arrêtée sur un joint de paquet martensitique, b) Coupe longitudinale d'une éprouvette AE0,2-50 de CGHAZ-500s rompue à 20°C. Composé M-A clivé.

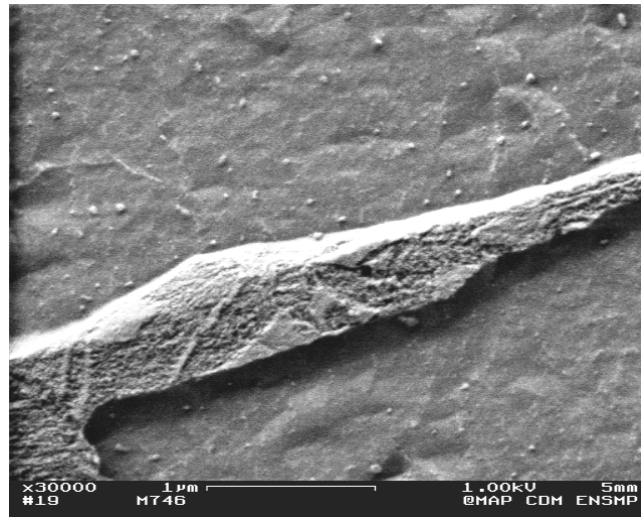


figure V. 19 : Coupe longitudinale d'une éprouvette de flexion fissurée de ICCGHAZ-100s rompue à -120°C ($K_I=41\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$). Un composé interlatte situé sous le faciès de rupture est partiellement transformé en martensite.

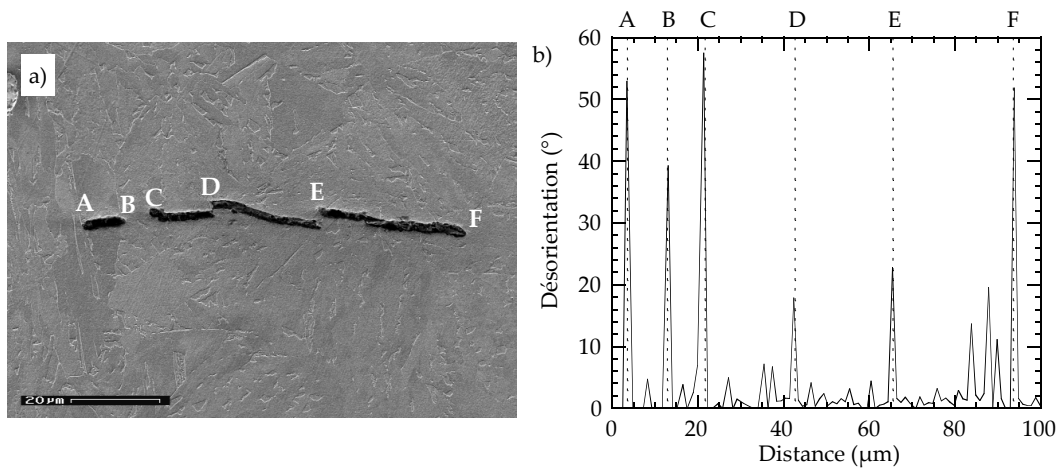


figure V. 20 : a) Fissure de clivage observée dans le volume d'une éprouvette de CGHAZ-500s après détection par émission acoustique d'un endommagement créé à 20°C. A cause du polissage électrolytique de l'attaque, la fissure apparaît légèrement émousée. b) Profil de désorientation déterminé par EBSD parallèlement à la fissure de la figure V. 20a.

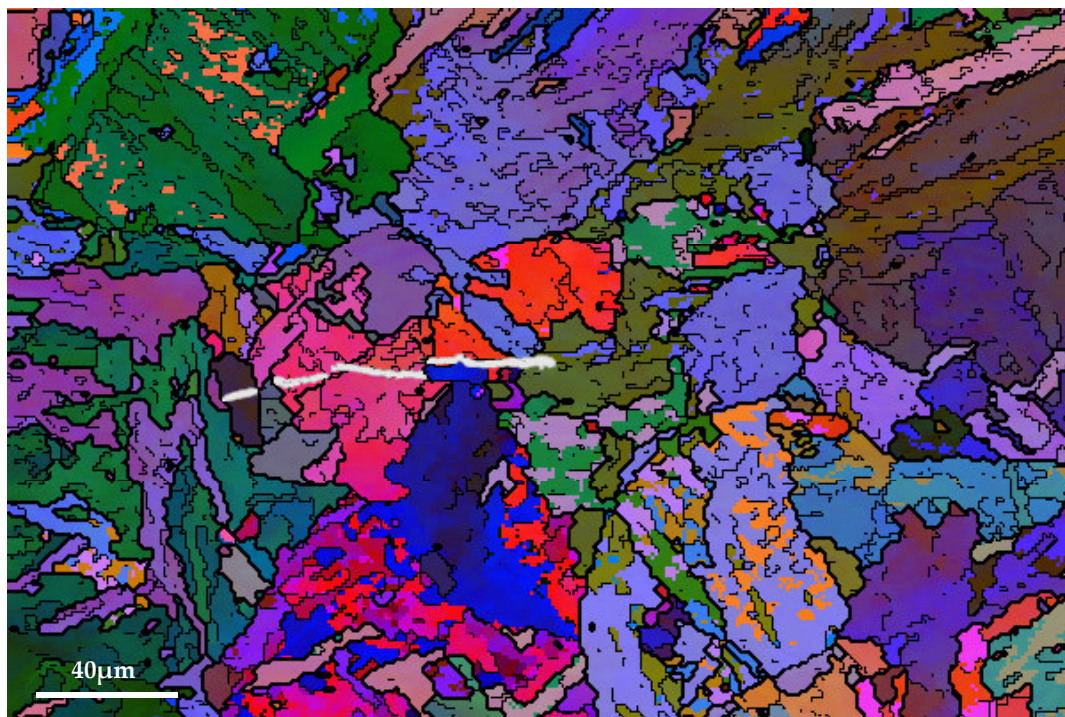


figure V. 21 : Cartographie EBSD de la zone endommagée présentée à la figure V. 20a.

Température d'essai (°C)	Nombre de salves	Energie (V.s)	Amplitude (dB)	Nombre de coups	Durée (ms)
20	1 à 5	150 à 1400	75 à 97	500 à 1200	5 à 11
-30*	1 à 5	>15100 à >26700	100 (saturation)	3700 à 5400	36 à 45

tableau V. 3 : Caractéristiques acoustiques des salves correspondant à l'amorçage du clivage. (*pour CGHAZ-500s et ICCGAZ-100s seulement)

② Propagation :

Excepté à très basse température, les micrographies optiques montrent de nombreuses fissures secondaires sous les faciès de rupture fragile des différentes éprouvettes (AE, KF20). Les éprouvettes AE0,2-50 testées à 20°C et -30°C et interrompues par émission acoustique contiennent quelques micro-fissures stables et légèrement émoussées (figure V. 20a). Les déviations et les arrêts de ces fissures ont été étudiés par EBSD. La figure V. 21 présente une cartographie EBSD de la figure V. 20a. La fissure s'arrête sur des joints de forte désorientation (désorientation > 40°), tandis que les joints de faible désorientation (autour de 20°) n'induisent qu'une légère déviation (figure V. 20b et figure V. 21). Cette observation a été confirmée par de nombreuses analyses (65 arrêts de fissures) sur les trois microstructures de ZAC [GOU00]. On peut vérifier que les joints « de forte désorientation » sont des joints de flexion et/ou de torsion de désorientation supérieure à 50°, impliquant la propagation de la fissure en mode II ou mode III respectivement, moins favorable que la propagation en mode I. Les joints « de faible désorientation » correspondent aux angles minimaux de flexion et torsion cumulés. Pour cette analyse, on a considéré que la direction de propagation de la fissure dans le grain était soit <110>, soit <100> du plan de clivage {100}, comme montré expérimentalement par Semprimoschnig et al. [SEM97] sur un acier grâce à l'EBSD et à une technique de reconstruction topographique des faciès au MEB.

b) Caractéristiques de l'émission acoustique des ZAC

Des données typiques d'E.A. obtenues lors d'un essai de traction à 20°C sur une éprouvette de CGHAZ-500s sont rapportées à la figure V. 22. Les spectres d'E.A comprennent une première étape d'émission continue en début de plasticité suivie d'une étape de décroissance ponctuée par une ou plusieurs salves très énergétiques. Le premier pic d'émission acoustique continue, qui apparaît en début de déformation macroscopique, résulte de la mobilité simultanée de nombreuses dislocations [HEI87]. Ensuite, l'E.A. décroît continûment parce que la vitesse des dislocations décroît [LON90]. L'émission continue (mesurée par son niveau moyen, ASL) des éprouvettes de CGHAZ-500s (figure V. 22) et de ICCGAZ-100s qui contiennent de nombreux composés d'austénite résiduelle décroît beaucoup moins vite avec la déformation que celle des éprouvettes CGHAZ-100s (figure V. 22). Cette différence peut être due à la transformation martensitique induite par la déformation [JAC98] et à la décohésion de l'interface bainite/martensite et/ou à la rupture des composés de martensite [LON90; LEE99]. Ces observations confirment les mesures magnétiques (sigmamétrie) présentées au chapitre IV : Durant un essai de traction, l'austénite est entièrement transformée en martensite pour de faibles déformations plastiques ($\epsilon \leq 5\%$). L'émission continue résultant de la transformation martensitique croît avec le volume sollicité : le spectre continu correspondant à la transformation martensitique induite par la déformation est beaucoup moins intense sur éprouvettes KF20 que sur éprouvettes AE0,2-50.

Enfin, pour tous les essais à 20°C et -30°C et la plupart des essais à -60°C, la rupture instable est précédée de quelques événements acoustiques distincts, d'énergies très élevées, toujours localisés à la hauteur de l'entaille de l'éprouvette (figure V. 22). Ces salves sont caractéristiques de l'amorçage du clivage [CAO97; KHA82; ROG89; LEE86] et sont considérées comme un critère d'interruption de l'essai. L'énergie de telles émissions correspond à quelques salves seulement, dont l'amplitude semble varier avec la température d'essai. Les principaux paramètres acoustiques des salves « de clivage » sont donnés au tableau V. 3. Leur signature acoustique très caractéristique est présentée à la figure V. 23a. A 20°C, les premières amorces de clivage correspondent à des signaux d'énergies allant de 150 à 1400 V.s. A -30°C et -60°C, les premiers pics enregistrés sont beaucoup plus énergétiques, d'amplitudes supérieures à 100dB (supérieures à la limite de détection des capteurs) pour les deux microstructures fragiles CGHAZ-500s et ICCGAZ-100s. Ces pics plus énergétiques coïncident avec une taille moyenne de facette de clivage supérieure (tableau V. 2).

Les caractéristiques de deux essais menés jusqu'à rupture à 20°C et -40°C sur éprouvettes KF20 sont présentées à la figure V. 23b. Si la rupture à température ambiante est précédée d'un très grand nombre d'événements acoustiques « de clivage », la rupture catastrophique à -40°C se produit en revanche sans détection préalable d'amorces « arrêtées ». Cette observation peut se visualiser de manière plus générale sur une courbe de transition de ténacité sur laquelle on repère les facteurs

d'intensité des contraintes à l'amorçage de fissures arrêtées, et à la rupture finale de l'éprouvette (figure V. 24). Les valeurs des ténacités à rupture augmentent avec la température tandis que les ténacités à l'amorçage des fissures non propageantes n'évoluent pas (ou peu).

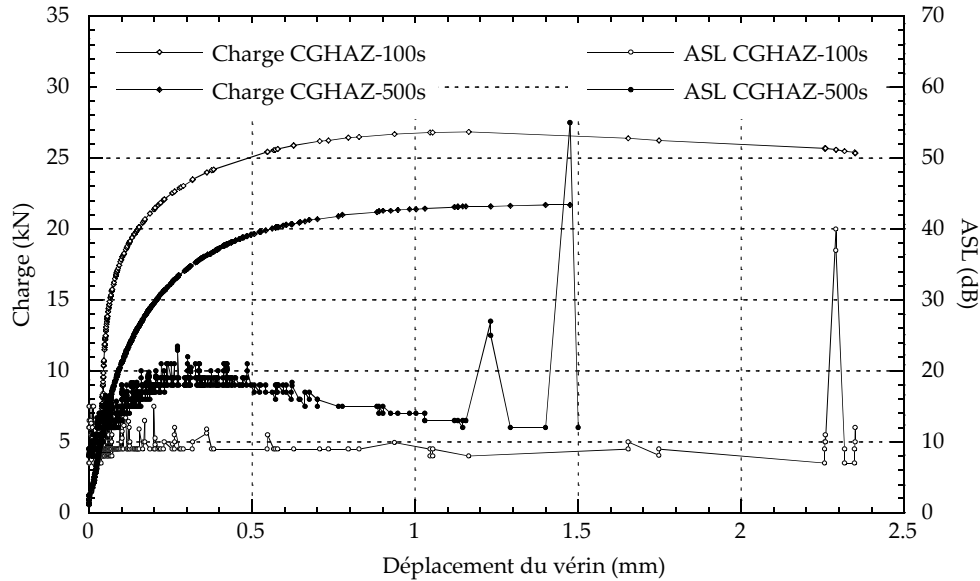


figure V. 22 : Signaux d'émission acoustique pour une éprouvette de CGHAZ-500s testée à 20°C et d'une éprouvette AE0,2-50 de CGHAZ-100s testée à -30°C. Evolution du signal moyen (ASL) et de la charge en fonction du déplacement du vérin.

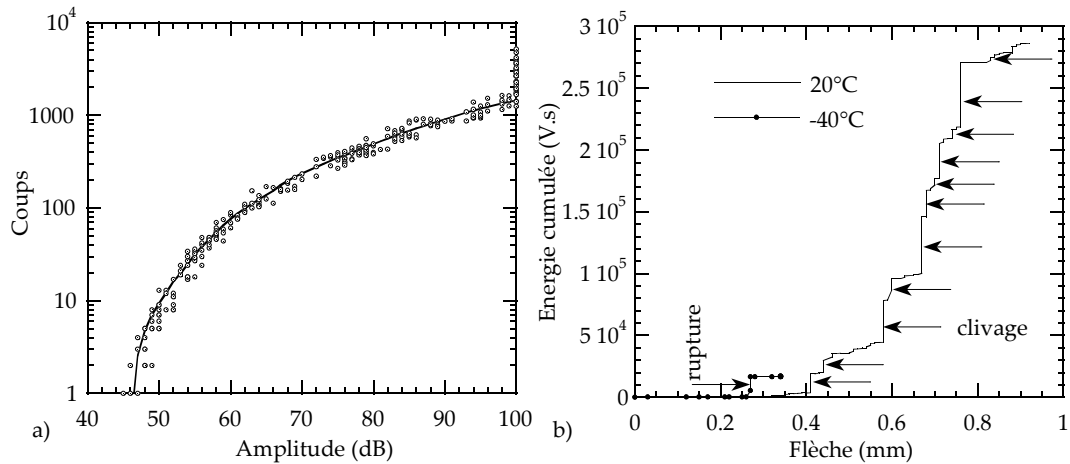


figure V. 23 : a) Signature acoustique de la rupture par clivage. b) Comparaison de l'évolution de l'énergie cumulée lors de deux essais sur éprouvettes KF20, ICCGHAZ-100s, réalisés à 20°C (~80 fissures arrêtées) et -40°C (Pas de fissure arrêtée).

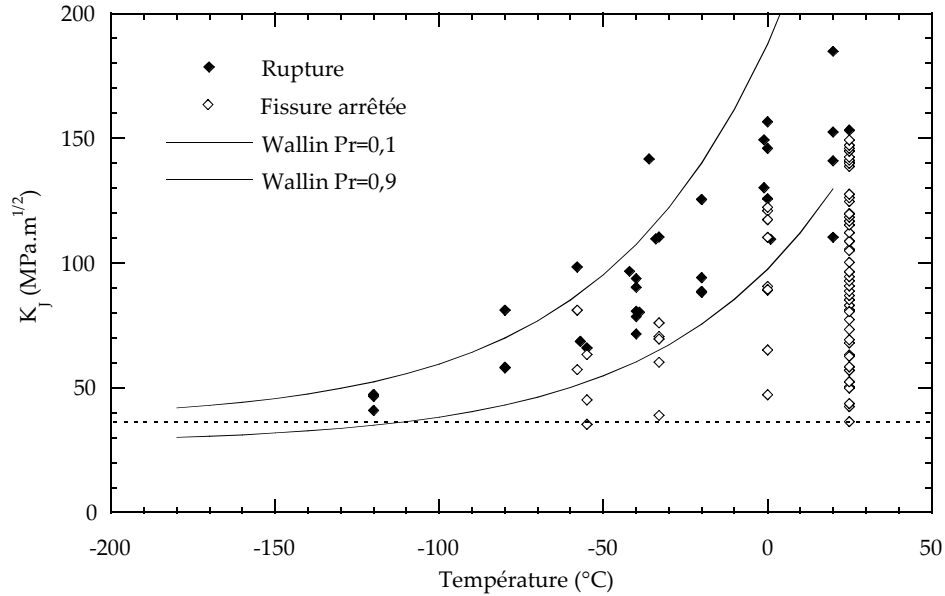


figure V. 24 : Courbe de transition de ténacité KF20 de la microstructure ICCGHAZ-100s. Sur ce graphe, les symboles évidés représentent les différentes valeurs du facteur d'intensité des contraintes K_I mesurées pour chaque apparition de nouvelle fissure arrêtée (à 20°C, 0°C, -30°C et -60°C uniquement) ; Les symboles pleins marquent la ténacité à rupture des éprouvettes.

c) Micro-mécanismes de rupture

(i) Rupture fragile par clivage

① Amorçage

Des micro-fissures dans les composés M-A et des micro-cavités aux interfaces M-A/matrice sont observées sur les coupes longitudinales attaquées. Le choix de l'un ou l'autre des mécanismes d'endommagement est conditionné par la géométrie des éprouvettes (et en particulier le taux de triaxialité qu'elles engendrent), la température et la morphologie des composés M-A et sera discuté au paragraphe 3.2. Ces deux types d'endommagement provoquent l'amorçage de la rupture par clivage.

Dans les conditions de chargement « classiques » (triaxialité moyenne dans le domaine de transition), les composés M-A, bien que très riches en carbone, ne fissurent pas. D'après Aihara et al. [AIH88], ces constatations sont raisonnables si l'on suppose que, au taux de refroidissement étudié (4°C/s en moyenne), les composés M-A sont auto-revenus et retrouvent alors une relativement bonne ténacité. Bien qu'auto-revenue, la martensite reste nettement plus dure que la matrice. Les incompatibilités de déformation sont à l'origine des microcavités observées aux interfaces M-A/matrice [MAT95, TIA97]. Les concentrations de contraintes dans la matrice sont probablement plus élevées dans les zones de forte densité de M-A, i. e. aux anciens joints de grains austénitiques de ICCGHAZ-100s ou dans les zones de ferrite entre deux M-A massifs proches voisins [DAV94]. Ces zones constituent donc un site favorable à l'amorçage de la rupture fragile. Une approche micromécanique, présentée au §3.2, permettra de discuter plus en détail ces analyses, en particulier les conditions d'apparition des différents mécanismes d'endommagement.

Contrairement aux îlots massifs, les composés M-A interlattés sont très déformables et ne clivent pas au passage de la fissure, ce qui contredit les conclusions de Kawabata et al. sur les effets de morphologie [KAW94]. D'après les observations au MET, ces derniers sont essentiellement constitués d'austénite résiduelle. Ils sont donc capables d'accommoder la déformation imposée localement par la matrice bainitique.

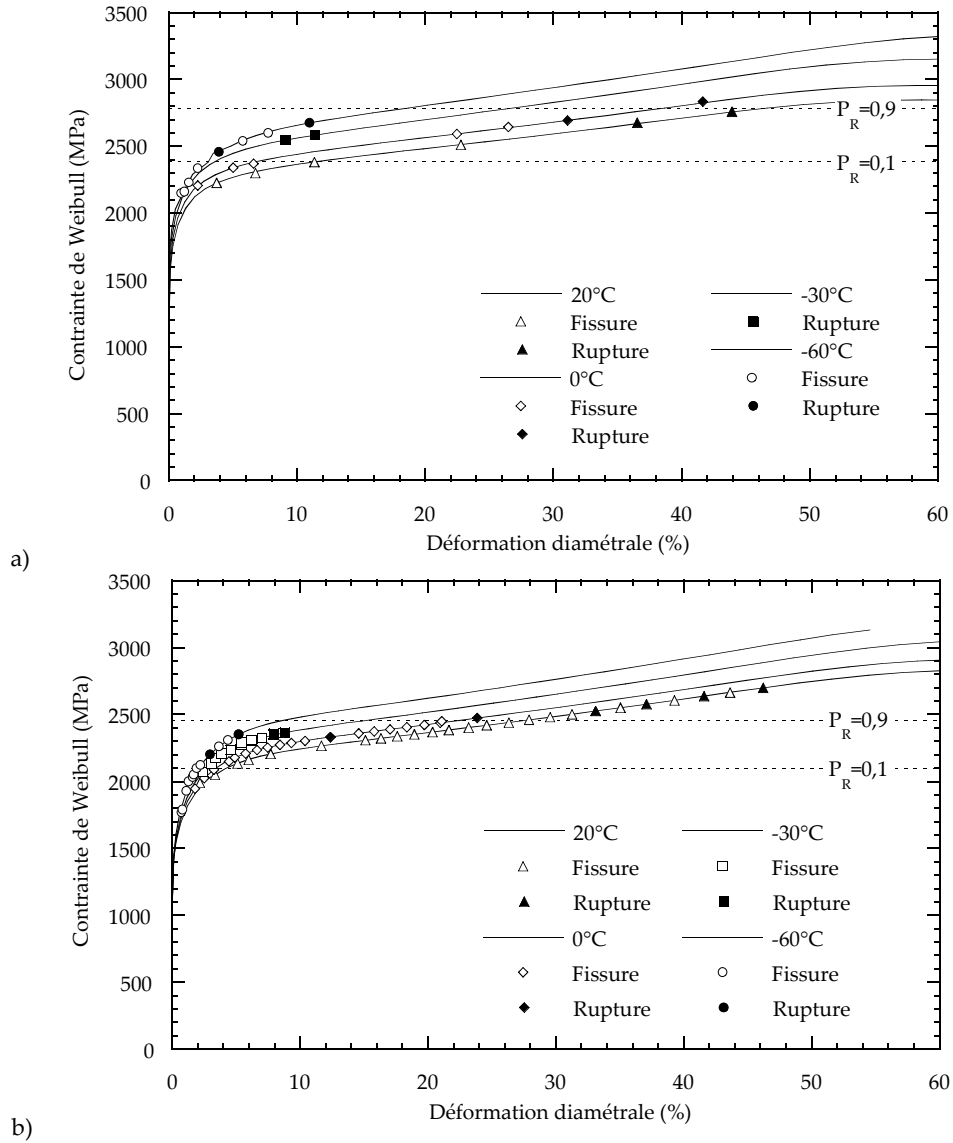


figure V. 25 : Evolution de la contrainte de Weibull au cours du chargement d'une éprouvette AE0,2-50 à 20°C, 0°C, -30°C et -60°C. Les symboles évidés représentent les différentes valeurs de la contrainte de Weibull, calculées pour chaque apparition de nouvelle fissure arrêtée. Les symboles pleins marquent la rupture des éprouvettes. a) CGHAZ-100s, b) ICCGAZ-100s.

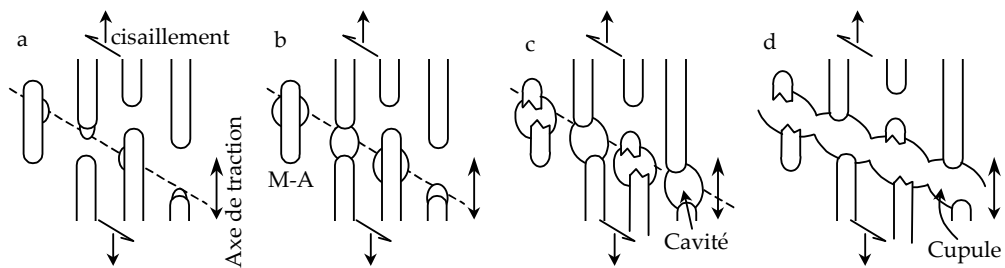


figure V. 26 : Représentation schématique des mécanismes de rupture ductile dans les ZAC à gros grains d'aciers modernes microalliés, d'après [KIM91].

Au-delà d'une certaine déformation plastique en revanche (<5% en moyenne) ou à basse température, ces composés d'austénite se transforment en martensite et n'accommodent plus la déformation. L'effet d'une telle transformation sur les propriétés de rupture est abordé au §2 et discuté au §3.2.

A très basse température, aucun endommagement n'est observé sous les faciès de rupture, ce qui suggère que **la rupture est contrôlée par l'amorçage**.

A plus haute température (dans la plupart des cas étudiés), l'endommagement issu des composés M-A provoque l'amorçage de fissures de clivage dans le paquet bainitique environnant, dans les zones où la contrainte principale est maximale. Les contraintes critiques d'amorçage du clivage ont été calculées par éléments finis : Les contraintes de Weibull au moment de l'apparition de la première fissure de clivage sont données à la figure V. 25. Ces contraintes varient selon les microstructures : les microstructures les plus fragiles CGHAZ-500s et ICCGAZ-100s ont des contraintes critiques inférieures à celles de CGHAZ-100s.

③ Propagation

L'entité critique de clivage correspond à la distance entre deux joints voisins de forte désorientation, i.e. à la taille du paquet bainitique défini par EBSD au chapitre III (i.e. le paquet bainitique efficace).

Excepté à très basse température, la rupture est contrôlée par la propagation. L'étape critique de la rupture est la propagation d'une fissure « de type Griffith » d'un paquet bainitique efficace à un autre. Ces résultats justifient l'application d'une loi de type Weibull pour décrire les propriétés à rupture de telles microstructures [BER83].

③ Evolution avec la température

Le mécanisme de rupture change avec la température : le franchissement d'une fissure à travers le joint de paquet bainitique semble d'autant plus facile que la température est basse, si bien que les premières zones clivées sont plus grandes et moins stables à basse température qu'à température ambiante. Selon Tsann Lin et al. [LIN87] et Linaza et al. [LIN95], cette évolution est une conséquence de l'augmentation de l'énergie de surface effective matrice-matrice (ou de la ténacité à l'arrêt du joint de grain). Le mécanisme physique de transition, expliqué plus en détail par Rice et Thomson [RIC74] et Argon [ARG87] et rappelé au chapitre I, permet de comprendre cette évolution : L'arrêt d'une fissure de clivage en train de se propager repose sur la combinaison de plusieurs phénomènes : entre autres, la diminution de sa vitesse de propagation (interaction avec les joints de grains par exemple), l'émoussement en pointe de fissure (à cause de l'augmentation de la température) et la diminution de la contrainte de traction en pointe de fissure (cas des pop-ins sur les géométries KF20, par exemple).

(ii) Rupture ductile

A la température ambiante, de petites cavités germent à l'interface entre les composés M-A et la matrice ferritique. De plus grosses cavités sont formées sur la totalité des interfaces inclusion - matrice. Ces microcavités s'élargissent ensuite aux interfaces et dans la matrice déformée plastiquement. Les composés M-A sont rompus durant l'étape de croissance des cavités. La dernière étape de la rupture ductile correspond à la coalescence des cavités. La figure V. 26 présente schématiquement une séquence de croissance des cavités ductiles proposée par B.C. Kim et al. [KIM91]. La germination de cavités sur les composés M-A entraîne une légère baisse de la ductilité pour la ZAC réchauffée dans le domaine intercritique sur éprouvettes axisymétriques entaillées. Dans tous les cas, la baisse de ductilité reste relativement faible, ce qui est en accord avec les observations des éprouvettes après essais interrompus et la germination tardive des cavités sur les composés M-A. La taille moyenne des petites cupules (associées aux M-A) est du même ordre de grandeur que l'espacement entre composés associés aux microcavités. Il semble donc que cet espacement joue un rôle important sur la rupture ductile des zones à gros grains.

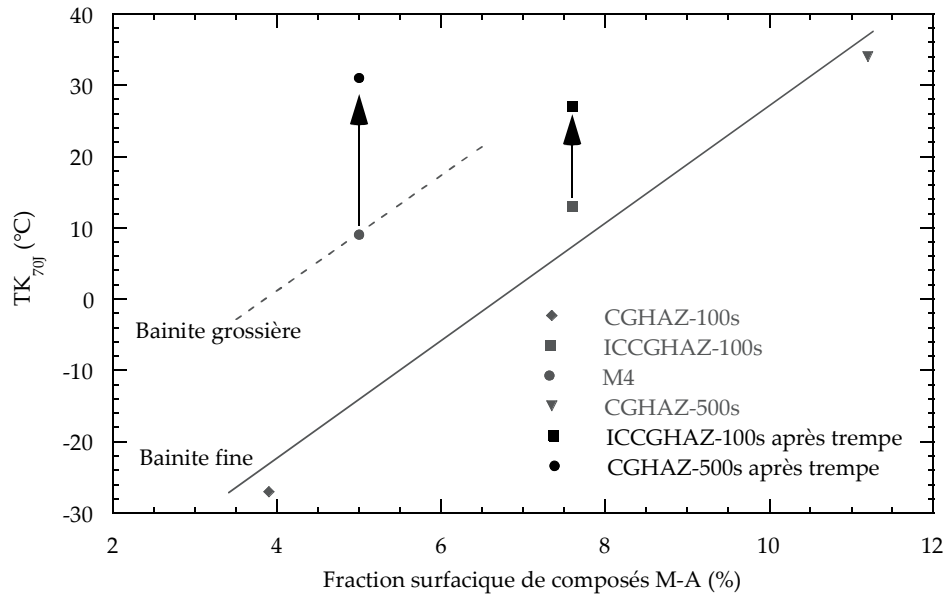


figure V. 27 : Evolution des températures de transition TK_{70} avant et après trempe à l'azote liquide pour les deux ZAC ICCGHAZ-100s et CGHAZ-500s.

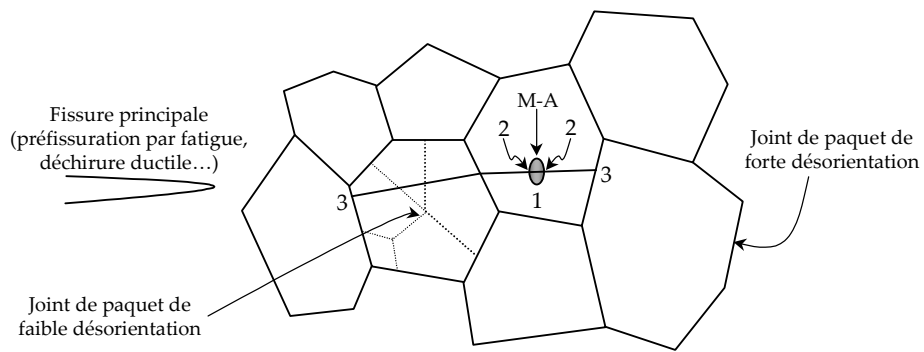


figure V. 28 : Schéma des étapes nécessaires à la rupture.

2. Effet de la stabilité de l'austénite résiduelle

L'effet de la déstabilisation de l'austénite résiduelle sur les propriétés à rupture a été étudié au moyen d'essais de résilience. Les éprouvettes sont préalablement trempées dans l'azote liquide à -196°C , puis testées à différentes températures afin de déterminer la courbe de transition fragile-ductile, et les températures caractéristiques $\text{TK}_{28\text{J}}$ et $\text{TK}_{70\text{J}}$.

L'évolution des températures $\text{TK}_{70\text{J}}$ avant et après trempe est présentée à la figure V. 27. Une trempe préalable à -196°C détériore l'énergie Charpy des deux ZAC. Malgré la très faible fraction d'austénite transformée ($\approx 20\%$ de l'austénite initiale d'après le Chapitre IV), la température de transition augmente significativement après le traitement de refroidissement, ce qui est en accord avec les conclusions de Taillard et al. [VER90, TAI91] et Hanus [HAN93].

Ces résultats suggèrent que les composés de martensite fraîchement transformés sont beaucoup plus néfastes que ceux d'austénite résiduelle de même taille et de même distribution. Les mécanismes d'une telle fragilisation ne sont pas encore bien compris. La grande fragilité de la martensite riche en carbone nouvellement formée et/ou la diminution de l'énergie d'amorçage de la rupture par clivage à cause des contraintes induites par la transformation de phase austénite-martensite peuvent être invoquées. La transformation $\gamma \rightarrow \alpha'$ induit en effet des dilatations volumiques d'environ 3%. L'effet de cette dilatation a été observé sur lame mince et se traduit par un contraste de franges d'iso-inclinaison, caractéristique de la déformation de la lame (cf. Chapitre IV). Ces contraintes et déformations induites sont calculées et discutées au paragraphe 3.2.

3. Discussion

3.1. Etape critique de la rupture par clivage

3.1.1. Description des mécanismes

Dans les microstructures de ZAC, les barrières microstructurales à la propagation sont variées et l'analyse de la transition ductile-fragile et de l'étape critique est relativement complexe (cf. Chapitre I, §1.3.3). La rupture résulte de la succession des trois événements simples suivants (figure V. 28) :

1. Rupture d'un composé M-A (ou micro-cavitation à l'interface M-A/matrice).
2. Propagation de cette micro-fissure sur un plan de clivage de la matrice environnante grâce au franchissement de l'interface M-A/matrice. Cela nécessite que la contrainte locale dépasse une valeur critique donnée par la formule de Griffith :

$$\sigma_{\text{cg}} = \sqrt{\frac{\pi E \gamma_{\text{cg}}}{(1 - \nu^2) \cdot a}} \quad \text{Eq. V. 2}$$

3. Propagation de la fissure aux paquets voisins par le franchissement du joint de paquet de forte désorientation (accompagnée de l'accommodation nécessaire due à la désorientation entre grains), sous la condition que :

$$\sigma > \sigma_{\text{gg}} = \sqrt{\frac{\pi E \gamma_{\text{gg}}}{(1 - \nu^2) \cdot D}} \quad \text{Eq. V. 3}$$

où D est la taille de paquet bainitique « efficace » déterminée par EBSD.

Les conditions favorisant chacune des étapes du processus de rupture évoluent avec la température et la microstructure (figure V. 29). A très basses températures, dans un régime de rupture entièrement fragile, le processus de rupture dépend de l'étape n°1 ou n°2.

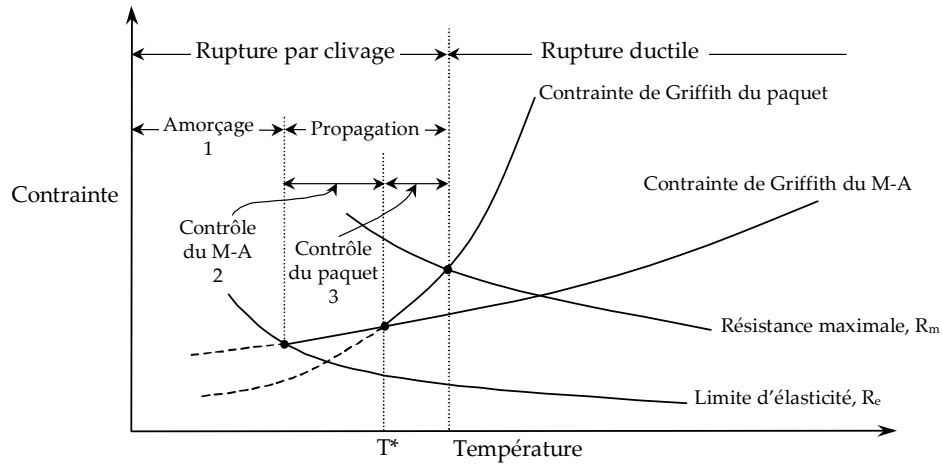


figure V. 29 : Représentation schématique de l'évolution des contraintes critiques de clivage avec la température, selon que la rupture est induite par la rupture de composés ou par celle des paquets bainitiques. Ce schéma distingue, dans la zone de rupture par clivage, une région où la rupture est contrôlée par l'amorçage et une région où la rupture est contrôlée par la propagation, d'après [LIN87].

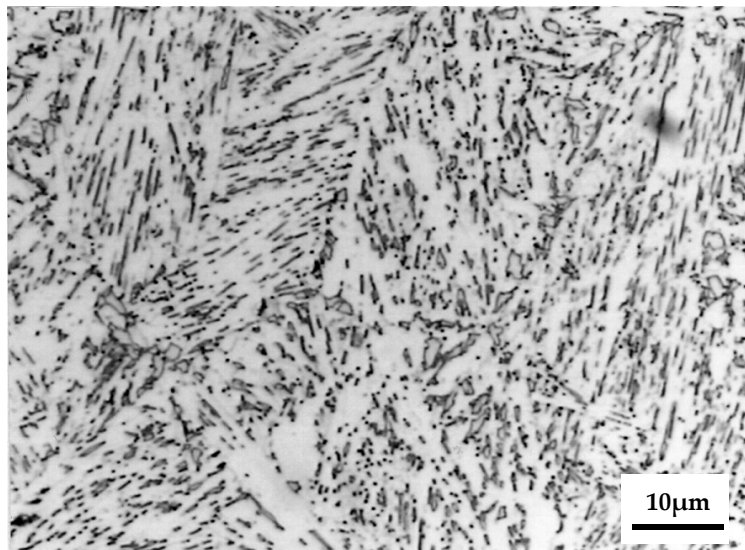


figure V. 30 : Micrographie optique de la microstructure issue du traitement thermique $T_{p1}=1200^{\circ}\text{C}$, $\dot{T}_1=50^{\circ}\text{C/s}$ + $T_{p2}=775^{\circ}\text{C}$ pendant 2s, $\Delta t_{700^{\circ}\text{C}/300^{\circ}\text{C}}=100\text{s}$ (Attaque Villela).

En revanche, à plus hautes températures, l'observation de fissures arrêtées de la taille d'un paquet suggère que l'étape critique est la propagation dynamique et l'arrêt de fissure au joint de paquet suivant (étape n°3). Ce changement est une conséquence de la variation de l'énergie de surface effective « matrice/matrice » γ_{mm} avec la température, suggérée au paragraphe 1.2.2.c) et mise en évidence par différents auteurs [LIN87, MAR94, ROD98].

Ces modèles prédisent un effet combiné des particules et des grains dans le processus de rupture macroscopique. L'importance de ces effets dépend des tailles relatives des deux entités microstructurales et de leur capacité relative à arrêter la propagation de fissures [MAR94]. Pour confirmer ce dernier point, des essais mécaniques sur une microstructure « à matrice tenace », et comportant de nombreux composés M-A ont été réalisés.

3.1.2. Validation sur une « bainite tenace »

Pour obtenir une « bainite tenace » riche en composés M-A, plusieurs possibilités ont été examinées : (i) Diminuer la température de premier pic afin de diminuer la taille de grain austénitique et affiner la structure bainitique résultante, (ii) Augmenter la vitesse de refroidissement pour former une structure fine de bainite inférieure, voire de martensite et (iii) Faire un réchauffage dans le domaine intercritique pour former de gros composés M-A et, éventuellement faire revenir la martensite issue du premier cycle thermique. Finalement, le choix s'est porté sur le cycle suivant : $T_{p1}=1200^{\circ}\text{C}$, $\dot{T}_1=50^{\circ}\text{C/s}$ + $T_{p2}=775^{\circ}\text{C}$ pendant 2s, $\Delta t^{700^{\circ}\text{C}/300^{\circ}\text{C}}=100\text{s}$. La micrographie présentée à la figure V. 30 atteste d'une structure bainitique fine relativement homogène, comprenant de nombreux composés M-A interlattes et aux anciens joints de grains austénitiques.

Des éprouvettes axisymétriques entaillées AE4-50 et AE10-50 ont été testées à différentes températures, et observées post-mortem au MEB.

Les courbes contrainte moyenne – déformation moyenne des différents essais sont présentées à la figure V. 31. Les déformations à rupture sont très supérieures à celles observées sur les ZAC, malgré une limite d'élasticité légèrement supérieure. La température de transition sur éprouvette AE4-50 est d'environ -150°C , i.e. 30°C de moins que CGHAZ-100s et 60°C de moins que ICCGAZ-100s et CGHAZ-500s. Ce gain significatif de ductilité s'explique par le mécanisme de rupture particulier mis en évidence lors des observations fractographiques : Les faciès en « fraise » ou en « étoile » sont caractérisés par des facettes de clivage relativement déformées contenant de très nombreuses microcavités (figure V. 32). Ces microcavités proviennent de l'amorçage et de la croissance de l'endommagement ductile sur les composés M-A. Les multiples ligaments ductiles entourant les facettes témoignent de la difficulté de propager les fissures amorcées dans la matrice environnante et permettent d'expliquer, au moins qualitativement, les ductilités très élevées mesurées. **Dans un régime de rupture contrôlée par la propagation, la présence de composés M-A massifs et en quantité importante ne suffit pas à détériorer la ténacité des ZAC.** La ténacité élevée de la matrice bainitique et l'existence d'une barrière forte à la propagation permet de retarder la rupture par clivage, malgré un amorçage de l'endommagement très actif.

3.1.3. Effet de la taille de grain efficace sur la ténacité

La ténacité de la matrice est en partie liée à la taille de grain efficace, i.e. à la taille moyenne des entités cristallographiques délimitées par des joints de fortes désorientations. Pour illustrer plus en détail cette corrélation, des caractérisations cristallographiques (par EBSD) et mécaniques ont été réalisées sur deux microstructures typiques « en lattes » : une ZAC à gros grains telle que $T_{p1}=1350^{\circ}\text{C}$, $\Delta t^{700^{\circ}\text{C}/300^{\circ}\text{C}}=100\text{s}$ simulée à partir du métal de base de l'étude, et une microstructure ferritique aciculaire issue d'un métal fondu brut de solidification de composition nominale : 0,08%C, 0,19%Si, 1,51%Mn, 0,0146%P, 0,006%S, 0,044%Cr, 0,006%Mo, 0,029%Ni, 0,010%Al, 0,007%Co, 0,073%Cu, 0,002%Nb, 0,0092%Ti, 0,008%V, 0,0076%Sn, 0,0039%As, 0,0023%Sb, 18ppmB, 0,0027%Zr.

Les cartographies EBSD de ces deux microstructures sont présentées à la figure V. 33.

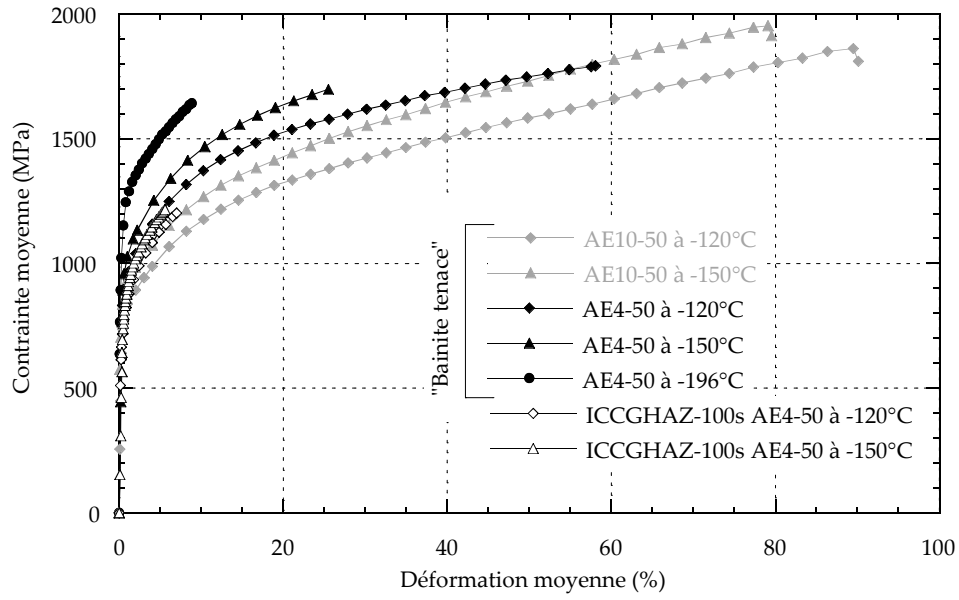


figure V. 31 : Courbes de chargement des éprouvettes AE4-50 et AE10-50 et comparaison avec ICCGHAZ-100s.

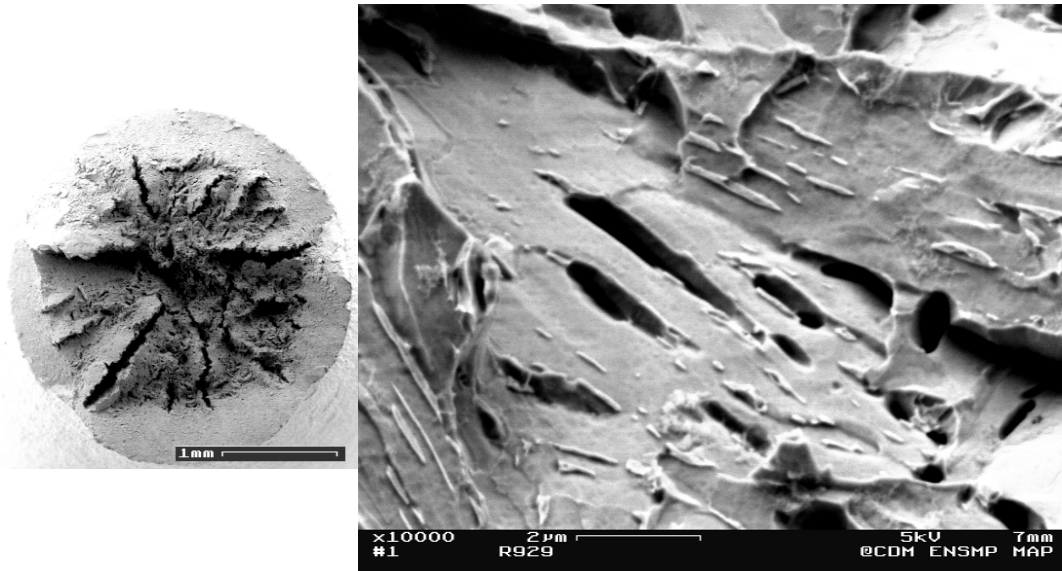


figure V. 32 : Faciès de rupture d'une éprouvette AE4-50 rompue à -120°C ($\epsilon_R=58\%$). Détail d'une facette de clivage et mise en évidence de nombreuses microcavités initiées sur les composés M-A interlattes (Attaque Villela).

Ces microstructures se distinguent très nettement par leurs tailles de grains efficaces : de l'ordre de 150 à 200 μm pour la ZAC simulée, 2 à 3 μm pour la ferrite aciculaire. Dans le premier cas, le pic à 1350°C entraîne un grossissement très important du grain austénitique. Ces grains austénitiques sont faiblement désorientés³ et les variants bainitiques ayant germé de part et d'autre des anciens joints de grains austénitiques sont eux-mêmes très faiblement désorientés (figure V. 33a). Il en résulte une structure très grossière, dans laquelle les grains efficaces sont gros et massifs (quasiment équiaxes).

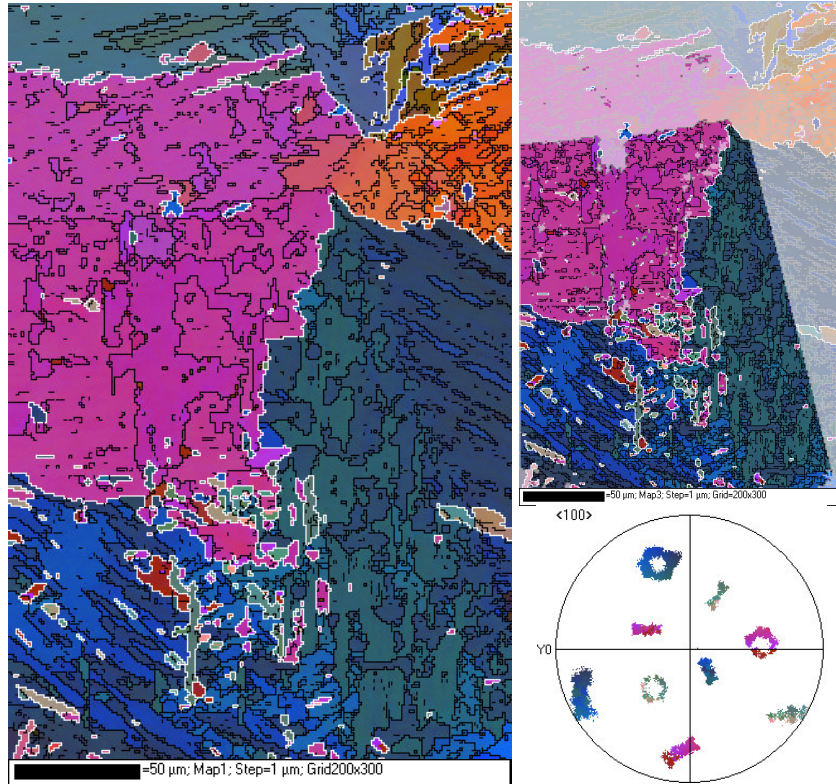
Dans le second cas en revanche, la germination est intragranulaire, au niveau des très nombreuses inclusions non-métalliques (contenant les éléments Si, Al, Ti) présentes dans le métal fondu. Les anciens joints de grains austénitiques tapissés de ferrite allotriomorphe massive ne sont pas propices à la germination de ferrite bainitique. Les aiguilles de ferrite aciculaire, bien que toujours en relation KS et/ou NW avec l'austénite mère, germent quasi indépendamment les unes des autres (étant donné le nombre très important de sites de germination) de telle sorte que la densité de joints de forte désorientation est élevée.

Des essais de traction sur éprouvettes entaillées AE0,2-50 ont été réalisés sur la ZAC simulée, et caractérisés par émission acoustique : à 20°C, la rupture finale est précédée de quelques émissions de salves énergétiques caractéristiques de l'amorçage de fissures de clivage. A -60°C en revanche, aucune émission ne précède la rupture : la matrice bainitique n'est plus l'entité microstructurale contrôlant le clivage. Entre 0°C et -40°C, les résultats sont dispersés, et les deux modes de rupture peuvent être obtenus. On note T^* , la température critique de changement de mécanisme pour laquelle la résistance des joints de grains efficaces devient inférieure à celle des interfaces M-A/matrice (cf. figure V. 29). La température T^* de la ZAC à « très gros grains », comprise entre 0°C et -40°C est supérieure à celles observées pour CGHAZ-100s, ICCGHAZ-100s et CGHAZ-500s ($T^* < -60^\circ\text{C}$). Ce décalage peut s'expliquer par la diminution de la résistance du joint de grain, directement liée à la taille de paquet efficace.

La ferrite aciculaire est quant à elle beaucoup plus tenace : la résilience moyenne K_{cv} à -40°C est égale à 111J (et correspond à une température de transition $T_{k_{28J}}$ d'environ -80°C). La germination de ferrite aciculaire intragranulaire paraît être un bon moyen pour réduire la taille de grain efficace et par conséquent pour améliorer la ténacité de ce type d'acier. L'introduction d'inclusions très stables (oxydes de titane par exemple) a déjà été envisagée. Cependant, ces développements restent actuellement limités au soudage à très haute énergie. Lors de traitements de soudage à plus faible énergie (nécessaires lors de réparation), le grain austénitique est plus petit, et le nombre de sites de germination aux joints de grains austénitiques est plus élevé : la formation de bainite est alors privilégiée.

³ Cette faible désorientation est peut-être la conséquence d'une recristallisation en phase austénitique.

a)



b)

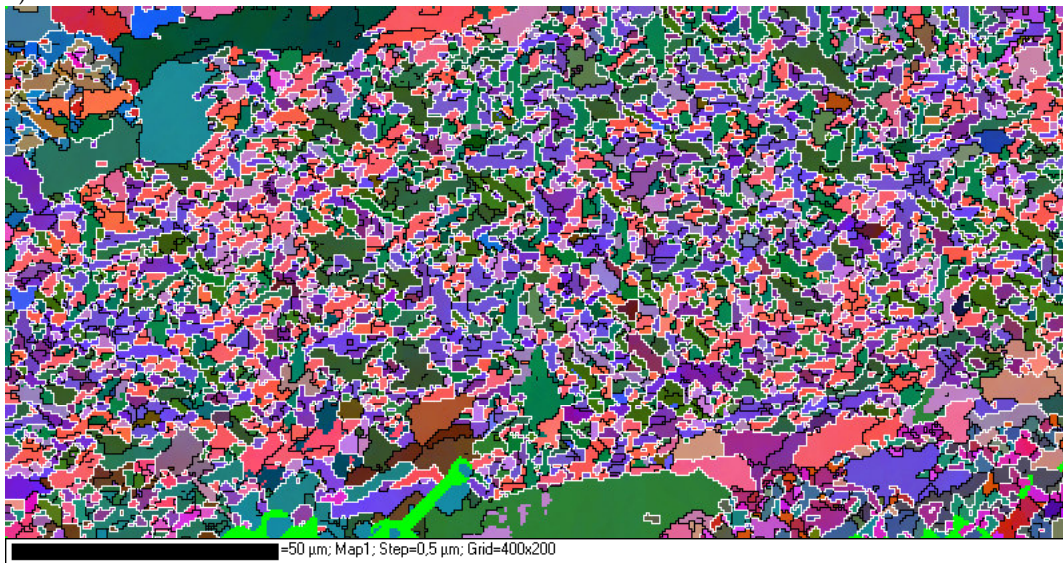


figure V. 33 : Cartographies EBSD : a) ZAC à gros grains que $T_{p1}=1350^{\circ}\text{C}$, $\Delta t_{700^{\circ}\text{C}/300^{\circ}\text{C}}=100\text{s}$, b) Ferrite aciculaire. Les joints blancs sont des joints de fortes désorientations ($>45^{\circ}$), les joints noirs sont de faibles désorientations ($<15^{\circ}$).

3.2. Analyse micromécanique de l'amorçage

Si la présence de composés M-A ne suffit pas à détériorer la ténacité de bainites « tenaces » (cf. §3.1.2), elle reste très préjudiciable dans le cas des ZAC étudiées : 5% de composés M-A suffisent à augmenter de 40°C la température de transition TK_{70} **pour une bainite équivalente** (cf. comparaison des microstructures CGHAZ-100s et ICCGHAZ-100s sur la figure V. 27). Les composés M-A jouent en effet un rôle essentiel sur l'étape d'amorçage de la rupture fragile, l'étape suivante du processus de rupture étant la propagation de ce micro-défaut à la matrice adjacente et aux grains voisins. Les raisons d'une telle sensibilité à l'amorçage évoquées dans la littérature sont multiples, mais toutes sont basées sur une même constatation : La présence des composés M-A entraîne des concentrations locales de contraintes et des contraintes internes triaxiales près de l'interface M-A/matrice.

Les observations faites sur des éprouvettes axisymétriques entaillées avec différents rayons d'entaille (AE4-50, AE2-50 et AE0,2-50) semblent indiquer que les mécanismes d'amorçage sur les composés M-A dépendent du taux de triaxialité des contraintes. Le taux de triaxialité est ici défini comme le rapport de la contrainte hydrostatique sur la contrainte équivalente de Von Mises :

$$T = \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}} \quad \text{Eq. V. 4}$$

Les contraintes et les déformations qui contrôlent ces mécanismes d'amorçage dépendent d'un certain nombre de facteurs :

- La différence de dureté entre la particule et la matrice
- La forme de la particule
- La taille de la particule
- L'orientation de la particule
- L'interaction entre plusieurs particules
- L'état de contrainte

Dans cette partie, les effets de la forme, de la taille, de l'orientation de la particule et du taux de triaxialité imposé ont été étudiés grâce à des analyses d'homogénéisation par champs moyens et des calculs par éléments finis. Les conséquences mécaniques de la transformation de l'austénite en martensite ont également été étudiées. Dans une dernière partie, ces calculs micromécaniques sont appliqués en post-traitement à différentes éprouvettes axisymétriques entaillées.

3.2.1. *Procédures numériques*

a) **Modèles d'homogénéisation par champs moyens**

Dans les modèles d'homogénéisation à champs moyens, le problème clé est celui de la localisation des contraintes et des déformations, i.e. de la détermination des champs mécaniques locaux à partir des données macroscopiques. Le plus souvent, les techniques d'homogénéisation font appel à la résolution du problème de l'inclusion d'Eshelby, et conduisent à différentes solutions classiques dans le cas de l'élasticité linéaire : Estimation autocohérente classique ou à trois phases, et estimation de Mori et Tanaka. Ces modèles sont rappelés en annexe C.

On peut généraliser les traitements précédents au cas de l'élasto-plasticité (ou plus généralement de comportements non linéaires) sous sollicitation monotone en identifiant l'état plastique courant à un état élastique d'un matériau fictif. On utilise pour cela les modules sécants ou tangents des lois considérées (cf. annexe C).

Les résolutions de tels modèles pas à pas, sur le trajet de chargement, font généralement intervenir des traitements numériques complexes. C'est pourquoi des simplifications supplémentaires ont été apportées par Kröner et Berveiller-Zaoui :

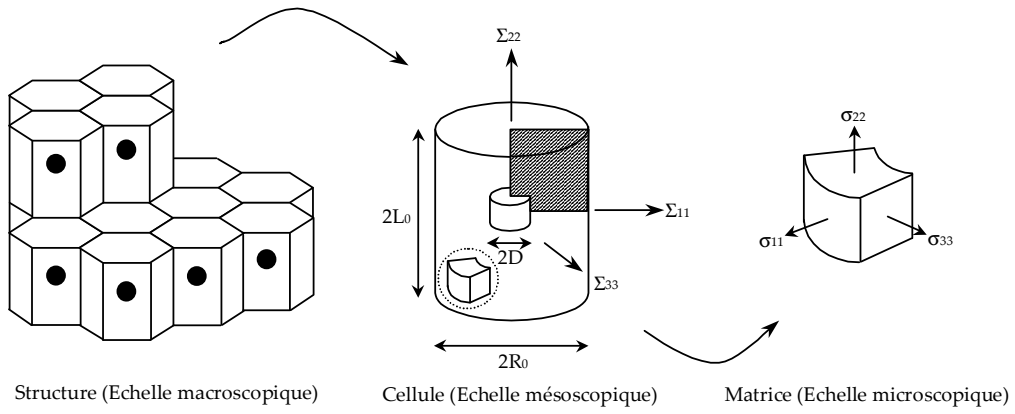


figure V. 34 : Dessin schématique des différentes échelles macro, méso et microscopiques d'un matériau, d'après [STE97].

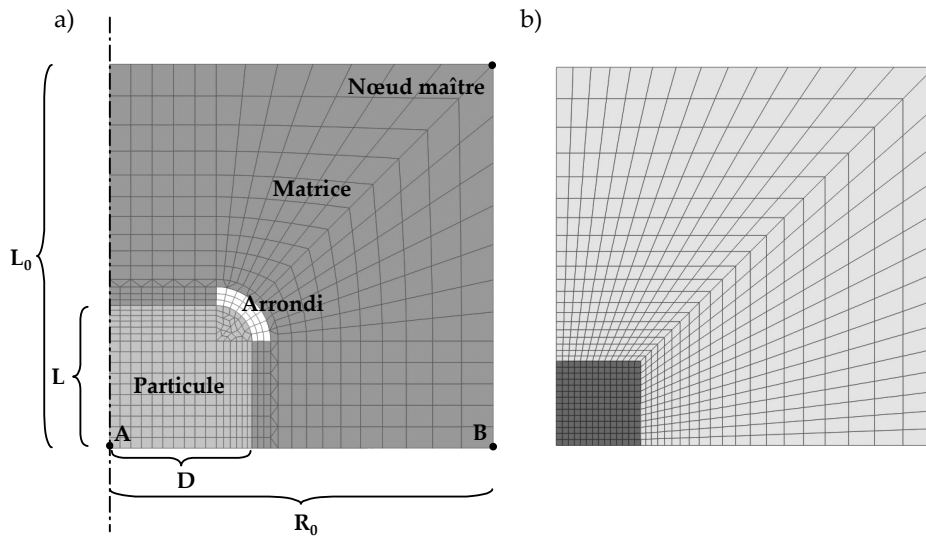


figure V. 35 : a) Maillage de la cellule élémentaire axisymétrique. b) Maillage de la cellule élémentaire utilisée dans le calcul en déformation plane (§3.2.2.e)

Kröner [KRO61] propose un schéma autocohérent en considérant tour à tour chacune des phases en inclusion dans un milieu homogène ayant les propriétés du matériau global homogénéisé cherché, en faisant l'hypothèse que l'interaction entre la matrice et l'inclusion est élastique. Dans le cas particulier d'une inclusion sphérique, la règle de localisation s'écrit alors :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{\Sigma}} + 2\mu \cdot (1 - \beta) : (\underline{\underline{E}}^p - \underline{\underline{\varepsilon}}^p) \quad \text{Eq. V. 5}$$

avec $\beta = \frac{2 \cdot (4 - 5\nu)}{15 \cdot (1 - \nu)} \approx \frac{1}{2}$ pour un acier.

Dans le modèle de Berveiller-Zaoui [BER79bis], l'interaction entre la matrice et l'inclusion est élasto-plastique et les modules effectifs sont considérés comme isotropes (cf. détails en annexe). Dans le cas d'une inclusion sphérique, la règle de localisation s'écrit :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{\Sigma}} + \frac{\mu}{1 + \frac{3\mu}{2} \cdot \frac{E_{eq}}{\Sigma_{eq}}} : (\underline{\underline{E}}^p - \underline{\underline{\varepsilon}}^p) \quad \text{Eq. V. 6}$$

Les calculs numériques des modèles de Kröner et Berveiller-Zaoui ont été réalisés dans le cas d'une inclusion ellipsoïde grâce à un développement particulier (emprunté à S. Bugat) du logiciel ZéBuLoN Z8.1. Ces modèles sont appliqués sur un volume élémentaire représentatif. Les lois de comportement élasto-plastique de la matrice bainitique et de l'inclusion martensitique sont décrites en détail au paragraphe suivant.

Différents paramètres ont été étudiés :

- La forme de la particule, et en particulier son rapport de forme L/D ($1 \leq L/D \leq 4$).
- L'orientation de la particule par rapport à l'axe de traction (parallèle ou perpendiculaire).
- La fraction volumique f de phase dure en inclusion ($1\% \leq f \leq 15\%$).
- Le chargement appliqué et en particulier le taux de triaxialité des contraintes T ($0 \leq T \leq 3$).

b) Modèle de cellule

(i) Modèle par éléments finis

Les microstructures de ZAC ne sont pas homogènes à l'échelle microscopique et peuvent être considérées comme un assemblage de volumes élémentaires représentatifs (VER) à l'image de cette « micro-structure ». Le modèle micromécanique considère ici des cellules unitaires simples contenant chacune une particule dure M-A (figure V. 34). Afin de simplifier la modélisation, la microstructure est supposée périodique et les cellules élémentaires de forme hexagonale sont approchées par des cylindres à bases circulaires afin de permettre les calculs axisymétriques. Cette dernière approximation est couramment utilisée dans la littérature pour l'étude de la rupture ductile [STE97] ou des composés M-A [KAW94, MOL97, TOY00]. La figure V. 35a présente la cellule élémentaire comportant la particule dure M-A cylindrique entourée de la matrice bainitique plus molle. Du fait des symétries du problème, seul un quart de la cellule est maillée. Le maillage est constitué de 1902 nœuds et 621 éléments. Les éléments sont axisymétriques quadratiques à intégration réduite (CAX8R). Les calculs sont réalisés à l'aide du code ZéBuLon 8. Les rapports d'éclatement de la cellule et de la particule sont égaux à 1 ($R_0=L_0$ et $D=L$ respectivement) et la fraction volumique de seconde phase est de 5%.

(ii) Conditions aux limites

Les différentes observations expérimentales ont montré l'importance du taux de triaxialité global (T) sur l'endommagement des particules M-A. Cet état de contrainte triaxial est pris en compte dans le modèle par l'application de conditions aux limites particulières. Du fait de la périodicité du motif élémentaire (pavage de l'espace par des cellules cylindriques M-A/matrice), on impose aux bords de la cellule de rester droits et parallèles à leurs positions initiales.

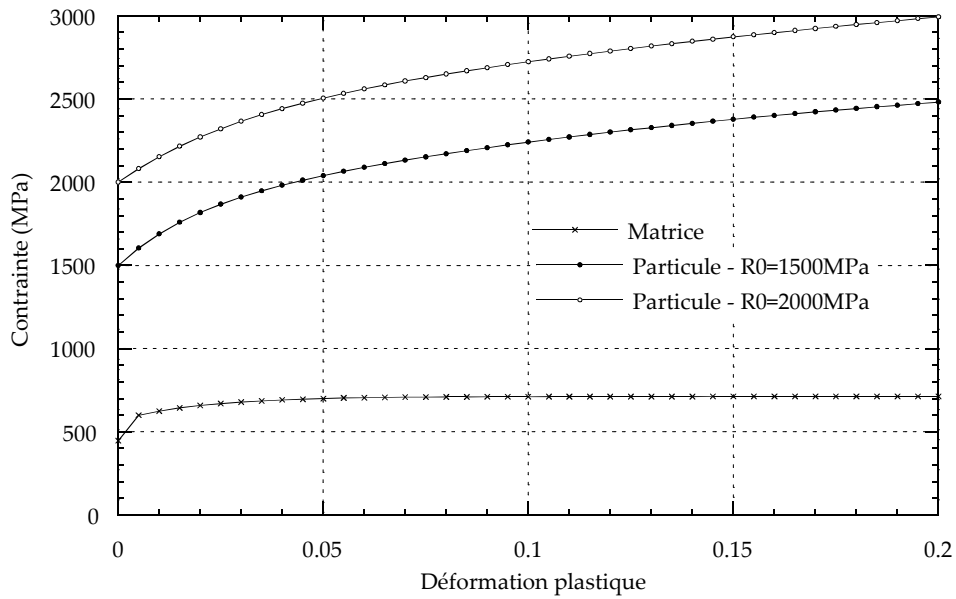


figure V. 36 : Evolution de la contrainte vraie en fonction de la déformation plastique dans la matrice et dans les particules de martensite ($R_0=1500\text{MPa}$ ou 2000MPa)

Références	Expressions	Conditions
Tiré de [HRI92]	$H_M = 812 \cdot C + 293$	%C<0,6%
[DUE86]	$H_M = 802 \cdot C + 305$	%C<0,2%
Tiré de [HRI92]	$H_M = 884 \cdot (1 - 0,3 \cdot C^2) + 294$	%C<0,8%
[KAW94]	$\sigma_{0,2} = 2410 \cdot C^{0,40}$ (MPa)	-

tableau V. 4 : Relations empiriques exprimant la dureté de la martensite en fonction de sa teneur en carbone, selon différents auteurs.

Teneur en carbone dans le métal de base (%)	Dureté maximale du composé M-A	Dureté moyenne du métal de base
0,025	649	214
0,092	701	221
0,150	693	215

tableau V. 5 : Duretés comparées du métal de base et des composés M-A dans les ZAC, pour différentes teneurs nominales en carbone, tiré de [MAT95].

Pour cela, l'option « multi-point contraint » (MPC) permet de forcer tous les nœuds d'un bord à suivre le déplacement de leur « nœud maître ». Le chargement triaxial est imposé au niveau du nœud maître. Les réactions nodales dans les directions radiales (F_1) et axiales (F_2) sont calculées de telle sorte que :

$$\left. \begin{aligned} F_2 &= \Sigma_{22} \cdot S_2 = \Sigma_{22} \cdot \pi \cdot R_0^2 \\ F_1 &= \Sigma_{11} \cdot S_1 = \Sigma_{11} \cdot 2\pi \cdot R_0 L_0 \end{aligned} \right\} \begin{aligned} F_2 &= \frac{\Sigma_{22}}{\Sigma_{11}} \cdot \frac{R_0}{2L_0} \end{aligned} \quad Eq. V. 7$$

Lorsque le chargement est axisymétrique, le rapport des contraintes est donné par :

$$\frac{\Sigma_{22}}{\Sigma_{11}} = \frac{3T+2}{3T-1} \quad Eq. V. 8$$

La résolution du problème par éléments finis utilise la méthode de Riks qui facilite l'intégration pour des trajets de chargement complexes, ou, comme ici, pour des chargements imposés en contrainte.

(iii) Définition des différentes grandeurs mésoscopiques

Pour comparer les résultats des modèles à champs moyens et ceux donnés au niveau microscopique par le calcul de cellule, il est nécessaire de moyenniser les valeurs des tenseurs des contraintes et des déformations sur l'ensemble des points d'intégration. Cette opération est réalisée en post-traitement. On obtient ainsi les tenseurs macroscopiques $\underline{\underline{\Sigma}}$ et $\underline{\underline{E}}$. La loi de comportement macroscopique relie la contrainte équivalente au sens de Von Mises :

$$\Sigma_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2} \cdot \left(\underline{\underline{\Sigma}} - \frac{1}{3} \cdot \text{tr}(\underline{\underline{\Sigma}}) \cdot \underline{\underline{Id}} \right) : \left(\underline{\underline{\Sigma}} - \frac{1}{3} \cdot \text{tr}(\underline{\underline{\Sigma}}) \cdot \underline{\underline{Id}} \right)} \quad Eq. V. 9$$

à la déformation plastique cumulée définie par :

$$E_p^{cum} = \sqrt{\frac{2}{3} \underline{\underline{E}}_p : \underline{\underline{E}}_p} \quad Eq. V. 10$$

avec : $\underline{\underline{E}}_p = \underline{\underline{E}}_{totale} - \underline{\underline{E}}_e$

$$\underline{\underline{E}}_e = C^{-1} : \underline{\underline{\Sigma}} = \frac{1+\nu}{E} \underline{\underline{\Sigma}} - \frac{\nu}{E} \cdot \text{tr}(\underline{\underline{\Sigma}}) \cdot \underline{\underline{Id}}$$

Les déformations totales mésoscopiques sont définies à partir des déplacements U_1 et U_2 au coin par :

$$\left\{ \begin{aligned} E_{22}^T &= \int_{L_0}^L \frac{dL}{L} = \ln\left(\frac{L}{L_0}\right) = \ln\left(\frac{L_0 + U_2}{L_0}\right) \\ E_{11}^T = E_{33}^T &= \int_{R_0}^R \frac{dR}{R} = \ln\left(\frac{R}{R_0}\right) = \ln\left(\frac{R_0 + U_1}{R_0}\right) \end{aligned} \right. \quad Eq. V. 11$$

(iv) Description des matériaux

Les courbes contrainte déformation de la matrice bainitique et de la martensite sont présentées à la figure V. 36. Les deux matériaux sont isotropes, $E=210.10^3\text{MPa}$ et $\nu=0.3$. La loi de comportement de la matrice bainitique est obtenue à partir d'essais de traction réalisés sur la ZAC à gros grains (CGHAZ-100s). L'effet des carbures et des quelques composés M-A contenus dans CGHAZ-100s sur le comportement de la bainite est négligé. Elle s'écrit de la forme :

$$\sigma = R_0 + Q_1 \cdot (1 - e^{-b_1 P}) + Q_2 \cdot (1 - e^{-b_2 P}) \quad Eq. V. 12$$

avec $R_0=445,5\text{ MPa}$; $Q_1=143,3$; $b_1=48,27$; $Q_2=123,9$; $b_2=968$ à 20°C .

Aucune loi de comportement sur les composés M-A n'a pu être déterminée au cours de cette étude, les essais de nano-indentation n'ayant pas été concluants. Les données de la littérature sur le comportement en traction de la martensite brute de trempe riche en carbone sont assez rares.

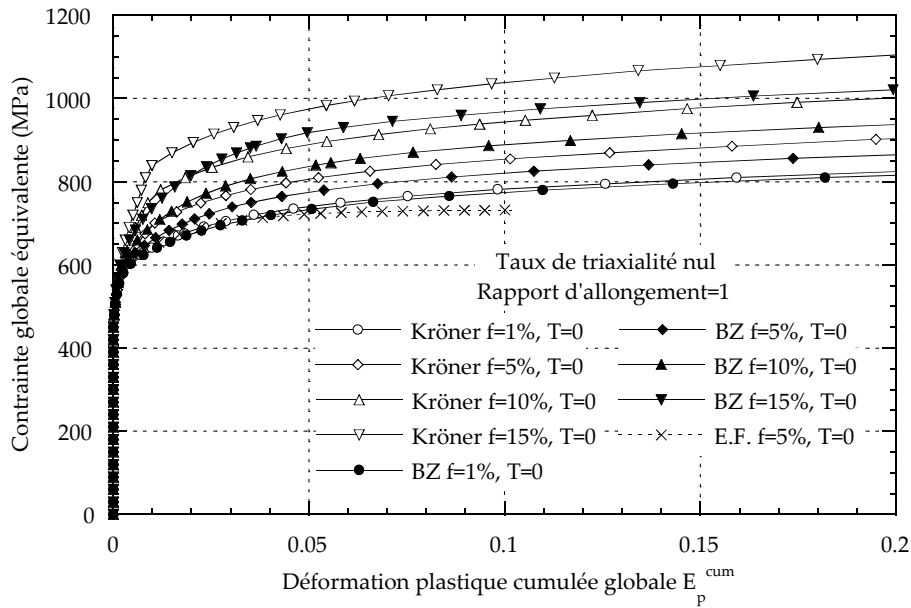


figure V. 37 : Valeur de la contrainte globale équivalente $\Sigma_{eq}^{T=0}$ pour différents niveaux de chargement E_p^{cum} et pour différentes fractions volumiques f de martensite.

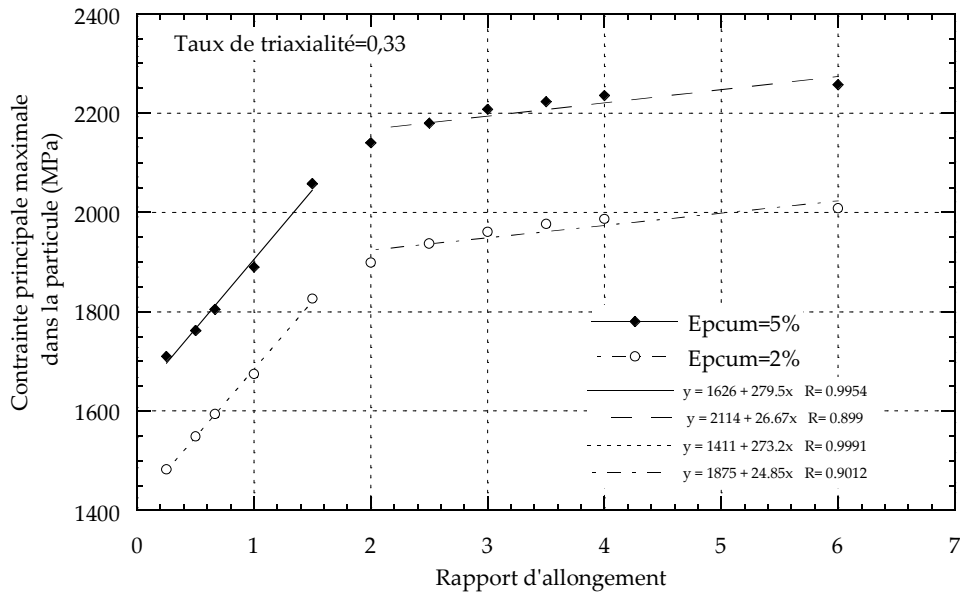


figure V. 38 : Valeur de la contrainte principale maximale dans la martensite, évaluée par le modèle de Kröner en fonction du rapport d'allongement de la particule.

La phase martensitique est notablement plus dure et plus fragile que la ferrite, ce qui entraîne une rupture prématurée de l'éprouvette lors d'essais de traction et complique alors l'acquisition de données expérimentales. Les principaux mécanismes de durcissement sont :

- Un cas extrême de durcissement par mise en solution solide d'insertion du carbone.
- Une forte densité de dislocations créées par le cisaillement du réseau lors de la transformation.
- Une grande finesse de la microstructure.

Il est généralement admis que la dureté de la martensite trempée dépend surtout de sa teneur en carbone [GRA77]. Partant de ce constat, de nombreuses relations empiriques reliant la teneur en carbone et la dureté (ou la limite d'élasticité) de la martensite ont pu être déterminées (tableau V. 4).

Lorsque la teneur en carbone est proche de 1% (cas des composés M-A), les relations précédentes, obtenues sur des martensites massives, ne sont en général plus applicables et prédisent des duretés extrêmement élevées. D'après les travaux de Okada et al. [OKA94], la dureté des composés M-A augmente avec la teneur en carbone, mais reste inférieure à la dureté de la martensite massive. Elle est généralement plus élevée pour les composés massifs (HV=950) que pour les composés allongés (HV=700) et peut être réduite par des traitements thermiques ultérieurs. Un tableau de correspondance reliant la teneur en carbone du métal de base et la dureté (HV 2g) des composés M-A a été établi par Komizo et Fukada (tableau V. 5) [MAT95].

S'appuyant sur ces données, la limite d'élasticité du composé M-A considérée pour les calculs (par champs moyens et par éléments finis) est égale à $R_0=2000\text{MPa}$. Une limite d'élasticité de 1500MPa a également été utilisée à titre de comparaison.

La loi d'érouissage est, quant à elle, issue d'une étude réalisée à l'IRSID sur trois échantillons de martensite pure contenant 0,105%, 0,207% et 0,204% de carbone [CECA99]. L'ajustement d'une loi d'Hollomon du type $\sigma = K \cdot \varepsilon^n$ a abouti à un coefficient d'érouissage $n=0,14$, indépendant de la teneur en carbone de la martensite. Cette forme d'érouissage et la connaissance de la limite d'élasticité (1500MPa ou 2000MPa) permet alors d'établir une loi de comportement isotrope de la forme :

$$\sigma = R_0 + Q_1 \cdot (1 - e^{-b_1 P}) + Q_2 \cdot (1 - e^{-b_2 P})$$

avec $R_0=1500\text{MPa}$; $Q_1=974$; $b_1=5,7$; $Q_2=313$; $b_2=55$ à 20°C .

ou $R_0=2000\text{MPa}$; $Q_1=1300$; $b_1=3,2$; $Q_2=380$; $b_2=35$ à 20°C .

3.2.2. Résultats

a) Effet du taux de triaxialité

La contrainte hydrostatique Σ_m n'est engendrée que par la déformation élastique qui est la même dans la phase dure et dans la phase molle. On peut donc écrire que :

$$\underline{\underline{\underline{\sigma^T(x) = \underline{\underline{\underline{\sigma^{T=0}(x) + T \cdot \Sigma_{eq}^{T=0} \cdot Id}}}}}} \quad \text{Eq. V. 13}$$

Cela signifie que, pour une déformation globale constante, la contrainte principale maximale croît linéairement avec le taux de triaxialité des contraintes. La pente de cette droite est donnée par la contrainte globale équivalente à taux de triaxialité nul. Elle augmente avec la déformation globale équivalente (figure V. 37). Pour $E_p^{\text{cum}}=5\%$ et $f=5\%$, 718MPa (E.F.) $< \Sigma_{eq}^{T=0} < 803\text{MPa}$ (Kröner).

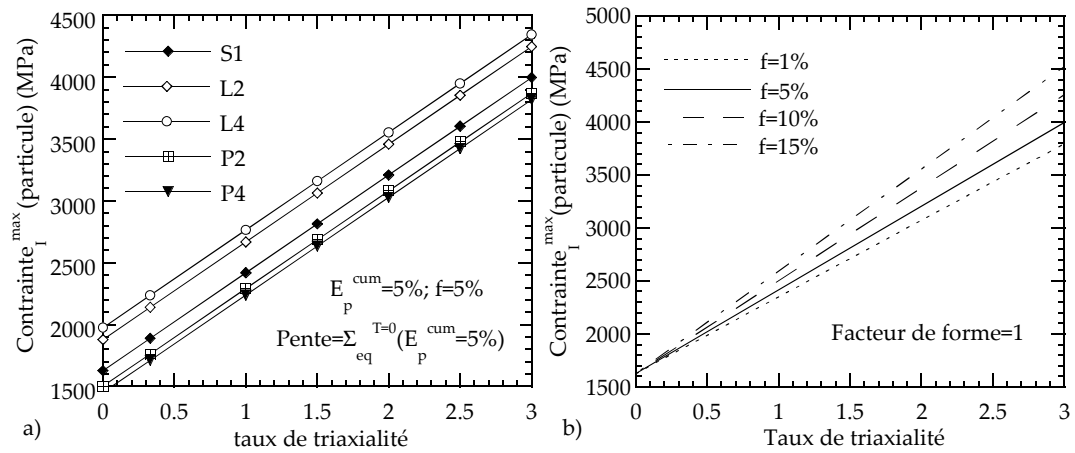


figure V. 39 : a) Evolution de la contrainte principale maximale dans la particule en fonction du taux de triaxialité, pour différentes configurations (S1 : $L/D=1$; L2 : $L/D=2$, particule parallèle à la direction de traction ; L4 : $L/D=4$, particule parallèle à la direction de traction ; P2 : $L/D=2$, particule perpendiculaire à la direction de traction ; P4 : $L/D=4$, particule perpendiculaire à la direction de traction). b) Evolution de la contrainte principale maximale dans la particule en fonction du taux de triaxialité, pour différentes fractions volumiques de martensite.

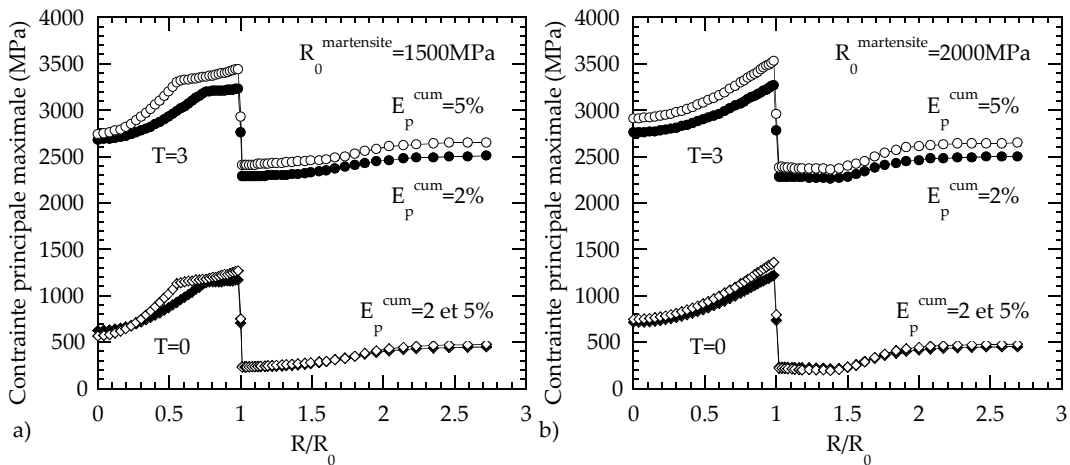


figure V. 40 : Distribution de la contrainte principale σ_{22} le long du ligament AB (cf. figure V. 35a), pour $T=0$ et 3 et pour $E_p^{\text{cum}}=2$ et 5%. a) Cas où $R_0(\text{martensite})=1500\text{MPa}$, b) Cas où $R_0(\text{martensite})=2000\text{MPa}$.

b) Effet de la forme et de l'orientation de la particule

Le rapport d'allongement de la particule est ici défini comme le rapport des dimensions de la particule parallèlement et perpendiculairement à la direction de traction. Le paramètre regroupe donc les informations de forme et d'orientation du composé. Le rapport est supérieur à 1 (respectivement inférieur à 1) lorsque la particule est allongée parallèlement (respectivement perpendiculairement) à la direction de traction.

Les effets de forme et d'orientation de la particule calculés par le modèle de Kröner sont présentés à la figure V. 38. La contrainte principale maximale dans la particule est une fonction croissante du rapport d'allongement : les particules allongées dans la direction principale de traction sont plus chargées et donc, a priori, plus critiques vis-à-vis de la rupture par clivage. Elle évolue peu avec la déformation plastique cumulée. Par ailleurs, on peut montrer que $\Sigma_{eq}^{T=0}$ ne dépend pas de la forme ni de l'orientation de la particule (cf. figure V. 39a). La variation de la contrainte principale maximale dans la particule avec le rapport d'allongement est plus importante pour les faibles rapports d'allongement (<2). Quantitativement, on peut écrire :

$$\text{Si } L/D \leq 2 : \forall T, \quad \sigma_{11}(T; L/D) - \sigma_{11}(T; 1) = 270 \cdot (L/D - 1)$$

$$\text{Si } L/D > 2 : \forall T, \quad \sigma_{11}(T; L/D) - \sigma_{11}(T; 1) = 25 \cdot (L/D - 2) + 270$$

c) Effet de la taille ou de la fraction volumique des composés M-A

La contrainte principale maximale dans l'inclusion augmente avec la taille (ou la fraction volumique) du composé (figure V. 39b). Ceci s'explique par l'augmentation de la contrainte globale équivalente $\Sigma_{eq}^{T=0}$ avec la fraction volumique de phase dure (figure V. 37). Quantitativement, on trouve que :

$$\Sigma_{eq}^{T=0}(f) = k_1 + k_2 \cdot (f - 1) \quad \text{Eq. V. 14}$$

où $k_1 \approx 700 \text{MPa}$ et $k_2 \approx 12 \text{MPa}/\%$.

En résumé, les effets des différents paramètres de taille (f), de triaxialité (T) et de rapport d'allongement (L/D) sur la contrainte principale maximale dans le composé M-A peuvent s'écrire de la manière suivante :

$$\sigma_{11}(T; f; L/D) = \sigma_{11}(T = 0; L/D) + \Sigma_{eq}^{T=0}(f) \times T \quad \text{Eq. V. 15}$$

ou encore,

$$\text{Si } L/D \leq 2 : \sigma_{11}(T; f; L/D) = \sigma_{11}(T = 0; L/D = 1) + 270 \cdot (L/D - 1) + [k_1 + k_2 \cdot (f - 1)] \times T$$

$$\text{Si } L/D > 2 : \sigma_{11}(T; f; L/D) = \sigma_{11}(T = 0; L/D = 1) + \underbrace{25 \cdot (L/D - 2) + 270}_C + \underbrace{[k_1 + k_2 \cdot (f - 1)]}_B \times T$$

A : Surplus de contrainte dû à une fraction volumique supérieure à 1%.

B : Surplus de contrainte dû à un taux de triaxialité supérieur à 0.

C : Surplus de contrainte dû à un facteur de forme différent de 1.

d) Hétérogénéités de contraintes et de déformations

La figure V. 40 montre la distribution de la contrainte principale maximale le long de la ligne médiane AB (sur la figure V. 35a) à 2% et 5% de déformation plastique cumulée, E_p^{cum} . Les contraintes sont maximales dans la particule à l'interface M-A/matrice. C'est le long de cette interface que la particule plastifie en premier, quand $R_0 = 1500 \text{MPa}$ (figure V. 40a). Le centre de la particule est plutôt relâché.

Les contraintes en chaque point de Gauss augmentent linéairement avec le taux de triaxialité et on vérifie que la contrainte globale équivalente Σ_{eq} n'évolue pas avec le taux de triaxialité.

La déformation plastique dans la matrice le long de l'interface horizontale M-A/matrice est relativement faible mais devient très supérieure à la déformation globale près du nœud maître (défini à la figure V. 35a) : l'existence d'un coin peut avoir une importance significative sur les mécanismes d'amorçage, ce qui a été mis en évidence expérimentalement.

La description numérique des champs de contraintes et de déformations dans la matrice près du coin est très difficile. Les gradients étant très importants, cette description dépend de la géométrie choisie (coin anguleux ou « arrondi », rayon de courbure de l'arrondi...) et de la taille de maille utilisée pour discrétiser cette zone. Elle est d'autant plus difficile que les gradients sont élevés, i. e. que le coin est aigu. Ici, les champs de contraintes et de déformations sont moyennés sur une zone de 24 éléments adjacente à la particule arrondie (figure V. 35a).

Les contraintes et les déformations dans la particule et dans l'arrondi sont représentées à la figure V. 41. Si la rupture du composé M-A est soumise à un critère de contrainte critique, il est évident que ce critère sera atteint d'autant plus tôt que le taux de triaxialité est élevé. A bas taux de triaxialité en revanche, les contraintes peuvent être trop basses dans la particule pour déclencher le clivage. L'absence de clivage précoce permet alors d'atteindre des déformations plastiques élevées dans l'arrondi et éventuellement de déclencher un second mécanisme d'endommagement nécessitant un niveau seuil de déformation plastique. Un tel scénario semble en bon accord avec les observations expérimentales.

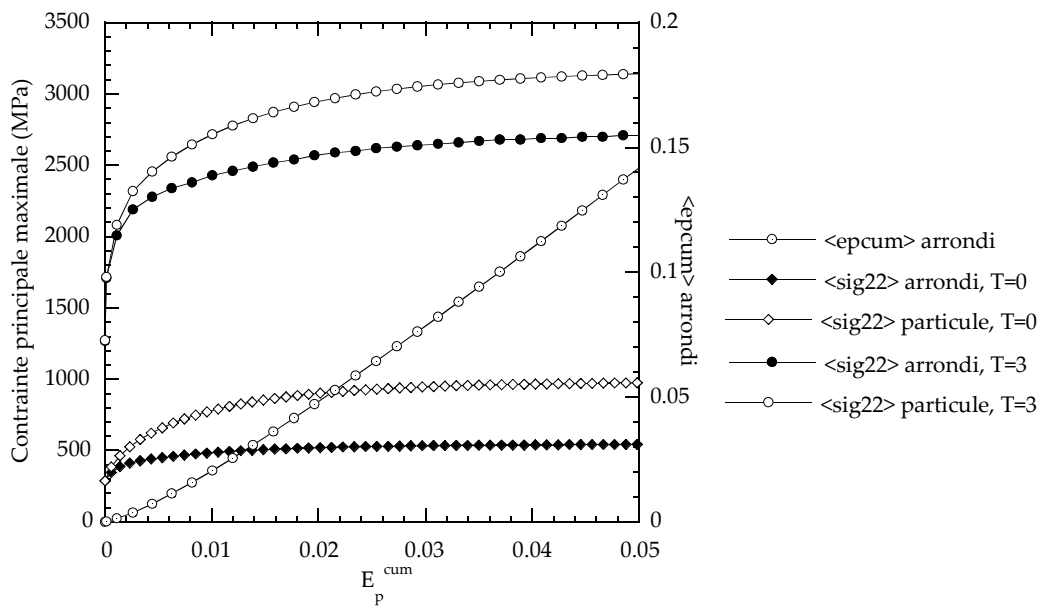


figure V. 41 : Evolution de la contrainte principale σ_{22} et de la déformation plastique cumulée moyenne $\langle e_{pcum} \rangle$ dans l'arrondi (défini à la figure V. 35a) avec la déformation plastique cumulée globale E_p^{cum} .

e) Effet de la transformation de phase austénite-martensite

(i) Mise en œuvre

Dans les aciers bainitiques, le changement de phase austénite \rightarrow martensite au refroidissement (ou lors d'une trempe à -196°C) qui conduit à la formation des composés M-A, s'accompagne d'une déformation macroscopique (dilatation et cisaillement). Cette déformation génère des contraintes internes qui peuvent influencer les propriétés mécaniques de l'acier et son comportement à l'amorçage lors de la rupture. Pour quantifier cet état de pré-contrainte, la transformation martensitique d'un composé parallélépipédique d'austénite a été modélisée. Suivant la théorie phénoménologique de la transformation martensitique, la déformation homogène engendrée par une telle transformation résulte de la déformation de Bain et du cisaillement hétérogène induit par le micro-maillage, soit :

$$\underline{\underline{F}} = \underline{\underline{B}} \cdot \underline{\underline{P}} \quad \text{Eq. V. 16}$$

Etant donnés les paramètres de maille de l'austénite mère et de la martensite contenant 1% de carbone, la matrice de déformation de Bain s'écrit :

$$\begin{cases} a_\gamma = 3.592 \text{ \AA} \\ a_{\alpha'} = 2.85 \text{ \AA} \\ c_{\alpha'} = 2.98 \text{ \AA} \end{cases} \Rightarrow \underline{\underline{B}} = \begin{pmatrix} 0.122 & 0 & 0 \\ 0 & -0.170 & 0 \\ 0 & 0 & 0.122 \end{pmatrix} \text{ dans le repère de la martensite} \quad \text{Eq. V. 17}$$

Lorsque la teneur en carbone de la martensite est comprise entre 0,9%C et 1,4%, le plan d'habitat préférentiel est $\{225\}_\gamma$. Dans ce cas, les théories de Bowles et Mac Kenzie (ou de Wechsler) à un seul cisaillement hétérogène permettent de calculer la matrice de cisaillement hétérogène ainsi que la déformation macroscopique en grandes déformations. Cette dernière s'écrit :

$$\underline{\underline{F}} = \begin{pmatrix} 0.976564 & -0.023436 & -0.061156 \\ -0.023436 & 0.976564 & -0.061156 \\ 0.051396 & 0.051396 & 1.134119 \end{pmatrix} \text{ dans le repère de l'austénite} \quad \text{Eq. V. 18}$$

En petites déformations, la déformation macroscopique engendrée par la transformation de l'austénite en martensite s'écrit alors :

$$\underline{\underline{\epsilon}}^{\text{homogène}} = \frac{1}{2}(\underline{\underline{F}} - \underline{\underline{Id}} + {}^t(\underline{\underline{F}} - \underline{\underline{Id}})) = \begin{pmatrix} -0.023436 & -0.023436 & -0.00488 \\ -0.023436 & -0.023436 & -0.00488 \\ -0.00488 & -0.00488 & 0.134119 \end{pmatrix} \text{ austénite} \quad \text{Eq. V. 19}$$

$$\underline{\underline{\epsilon}}^{\text{homogène}} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & -0.047 & 0 \\ 0 & 0 & 0.134 \end{pmatrix} \text{ dans le repère propre} \quad \text{Eq. V. 20}$$

Le maillage utilisé est présenté à la figure V. 35b. La déformation homogène est appliquée en l'absence de tout autre chargement. Les bords sont contraints à rester droits. La déformation libre ci-dessus est considérée comme une déformation thermique résultant d'une élévation de température fictive $\Delta T=1^\circ\text{C}$. Les coefficients de dilatation α_{ij} fictifs de la particule sont définis de telle sorte que :

$$\underline{\underline{\epsilon}}^{\text{homogène}} = \underline{\underline{\alpha}} \times \Delta T \quad \text{Eq. V. 21}$$

Le calcul est réalisé grâce à un développement particulier de ZéBuLon 8.0 emprunté à S. Fréchin. Ce développement permet en particulier de définir des coefficients non diagonaux ($\alpha_{ij} \ i \neq j$) dans la matrice de dilatation. L'orientation cristallographique de l'austénite initiale par rapport à l'axe de la particule n'est pas un paramètre étudié ici. De plus, le calcul est réalisé dans le cas où un seul variant

particulier de martensite est choisi. Il permet uniquement de décrire les tendances, sans bien sûr prendre en compte les phénomènes d'auto-accommodation ou d'effet TRIP qui peuvent modifier significativement les champs de contraintes locaux.

(ii) Résultats

La transformation de phase austénite-martensite se traduit par une élévation générale des niveaux de déformation plastique et de contrainte équivalente dans la matrice, à proximité de la particule (figure V. 42). La déformation plastique maximale atteinte en fin de transformation est proche de 11% dans une zone très confinée à l'interface M-A-matrice, et vaut plus généralement entre 2% et 5%. La contrainte de Von Mises est plus homogène et peut atteindre 720MPa à proximité de la particule. Le changement de phase austénite-martensite induit donc des contraintes et des déformations plastiques non négligeables dans la matrice, certainement surestimées du fait des hypothèses simplificatrices du calcul (et en particulier la germination d'un seul variant de martensite). Néanmoins, ce phénomène peut accentuer l'effet de concentration de contrainte souvent imputé aux secondes phases dans les mécanismes de rupture et ainsi expliquer la dégradation des propriétés de résilience après transformation.

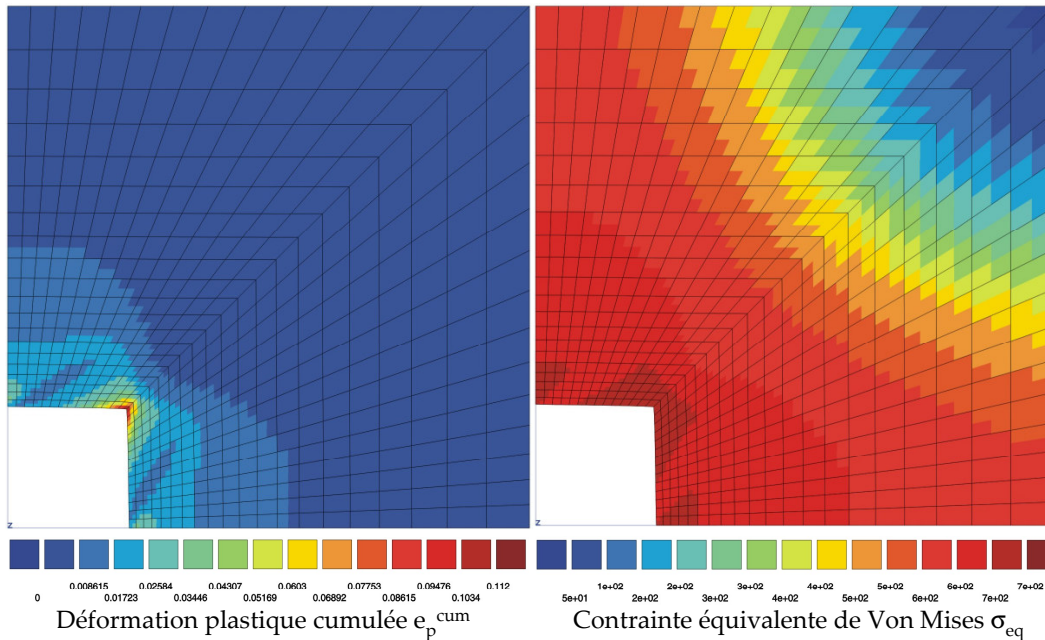


figure V. 42 : Isovaleurs de la déformation plastique cumulée et de la contrainte équivalente de Von Mises dans la matrice en fin de transformation martensitique.

3.2.3. Application aux éprouvettes axisymétriques entaillées

Les calculs de cellule apportent des informations intéressantes sur les champs de contraintes et de déformations à l'échelle microscopique, pour un chargement donné. Dans une structure macroscopique, telle que les éprouvettes axisymétriques entaillées sur lesquelles on étudie les mécanismes de rupture, l'état de contrainte et de déformation n'est pas homogène et le chargement subi par les particules M-A diffère selon leurs positions dans l'éprouvette. Dans ce paragraphe, on tente d'établir des relations de changement d'échelle pour déterminer (au moins qualitativement) des critères d'endommagement macroscopiques à l'échelle de la structure à partir d'analyses microscopiques à l'échelle de la particule : critère de rupture fragile décrit par une contrainte critique dans la particule ou critère d'endommagement ductile décrit par le modèle de Rice et Tracey.

a) Procédure numérique

Les contraintes microscopiques (dans la particule et dans la matrice) peuvent s'exprimer à partir des contraintes mésoscopiques selon la relation de Beremin [BER81]. Cette relation exprime la contrainte principale maximale dans une particule (de symétrie axiale) soumise à un chargement axisymétrique en fonction des grandeurs mésoscopiques :

$$\begin{aligned}\sigma_{22} &= \Sigma_m + \frac{2}{3}\Sigma_{eq} + k \cdot E' \cdot E_p^{cum} \\ &= \Sigma_{22} + k \cdot E' \cdot E_p^{cum}\end{aligned}\quad Eq. V. 22$$

où Σ_m et Σ_{eq} sont respectivement les contraintes hydrostatique et équivalente mésoscopiques, E_p^{cum} est la déformation plastique cumulée, k est une fonction du facteur de forme de la particule et son orientation par rapport au chargement. Enfin, E' est un « module de Young plastique » et :

- vaut $\frac{d\Sigma_{eq}}{dE_p^{cum}}$ si l'écroutissage est linéaire,
- est inférieur à $\frac{d\Sigma_{eq}}{dE_p^{cum}}$ sinon, du fait de l'hétérogénéité d'écroutissage au voisinage de l'inclusion.

Beremin propose d'approcher le module plastique $E' = \frac{d\Sigma_{eq}}{\beta \cdot dE_p^{cum}}$ par : $\frac{(\Sigma_{eq} - \sigma_y)}{\beta \cdot E_p^{cum}}$ Eq. V. 23

où β est un facteur empirique et σ_y est la limite d'élasticité du matériau.

Finalement, la relation V.22 s'écrit :

$$\sigma_{22} = \Sigma_{22} + \frac{k}{\beta} \cdot (\Sigma_{eq} - \sigma_y) \quad Eq. V. 24$$

qui exprime que la contrainte à laquelle est soumise la particule est la somme de la contrainte dans la matrice, Σ_{22} , et la contrainte issue de l'hétérogénéité de déformation entre la matrice et l'inclusion, fonction croissante de la déformation plastique appliquée à la matrice.

Le paramètre k/β est identifié à partir des calculs de cellules. On trouve :

$$\sigma_{22}^{particule} = \Sigma_{22} + 1,8 \cdot (\Sigma_{eq} - \sigma_y) \quad Eq. V. 25$$

Par extension, on définit le tenseur des contraintes dans l'arrondi $\underline{\underline{\sigma}}^{ar}$ en exprimant les deux invariants, $\text{tr}(\underline{\underline{\sigma}}^{ar})$ et σ_{eq}^{ar} en fonction des grandeurs mésoscopiques :

$$\text{tr}(\underline{\underline{\sigma}}^{ar}) = \text{tr}(\underline{\underline{\Sigma}}) + 0,4 \cdot (\Sigma_{eq} - \sigma_y), \text{ où la constante } 0,4 \text{ est ajustée sur les calculs de cellule.}$$

$$e_p^{cum ar} = f(E_p^{cum}) \text{ où } f \text{ est une fonction polynomiale également ajustée sur les calculs de cellule.}$$

$$\sigma_{eq}^{ar} = R(e_p^{cum ar}) \text{ où } R \text{ est la fonction de charge.}$$

Les calculs de cellule ne donnent accès qu'aux deux invariants $\text{tr}(\underline{\underline{\sigma}}^{ar})$ et σ_{eq}^{ar} du tenseur $\underline{\underline{\sigma}}^{ar}$. On définit donc un tenseur $\underline{\underline{\sigma}}^{ar}$ fictif mais équivalent à $\underline{\underline{\sigma}}^{ar}$ au sens de Rice et Tracey (i.e. de même trace et de même contrainte équivalente) qui s'écrit :

$$\begin{aligned}\sigma_{11}^{ar} = \sigma_{33}^{ar} &= \frac{1}{3}(\text{tr}(\underline{\underline{\sigma}}^{ar}) - \sigma_{eq}^{ar}) \\ \sigma_{22}^{ar} &= \frac{1}{3}(\text{tr}(\underline{\underline{\sigma}}^{ar}) + 2\sigma_{eq}^{ar})\end{aligned}\quad Eq. V. 26$$

Ces relations sont calculées en post-traitement en chaque point de Gauss (échelle mésoscopique) des calculs d'éprouvettes axisymétriques entaillées (échelle macroscopique). Le modèle de Rice et Tracey est appliqué en post-traitement au tenseur $\underline{\underline{\sigma}}^{ar}$ pour décrire l'endommagement ductile amorcé à l'interface M-A/matrice (dans l'arrondi) :

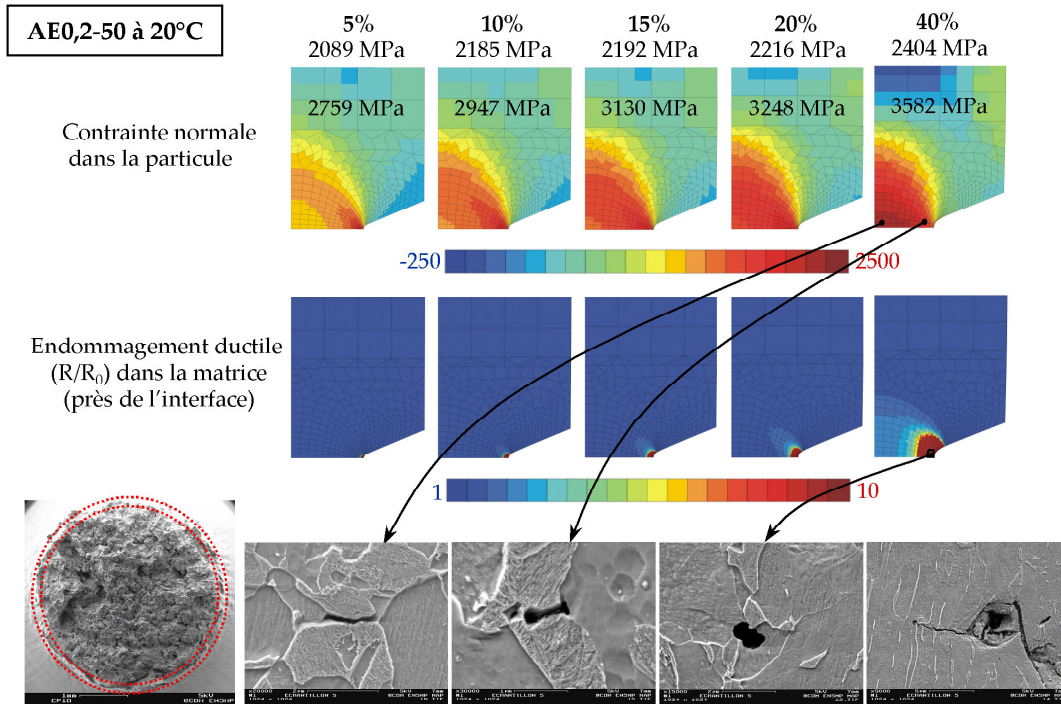


figure V. 43 : Isovaleurs de la contrainte normale dans la particule et du paramètre d'endommagement ductile R/R_0 d'une éprouvette AE0,2-50 testée à 20°C, pour différents niveaux de déformation moyenne. Comparaison avec l'expérience pour la déformation à rupture expérimentale ($\epsilon_R=40\%$).

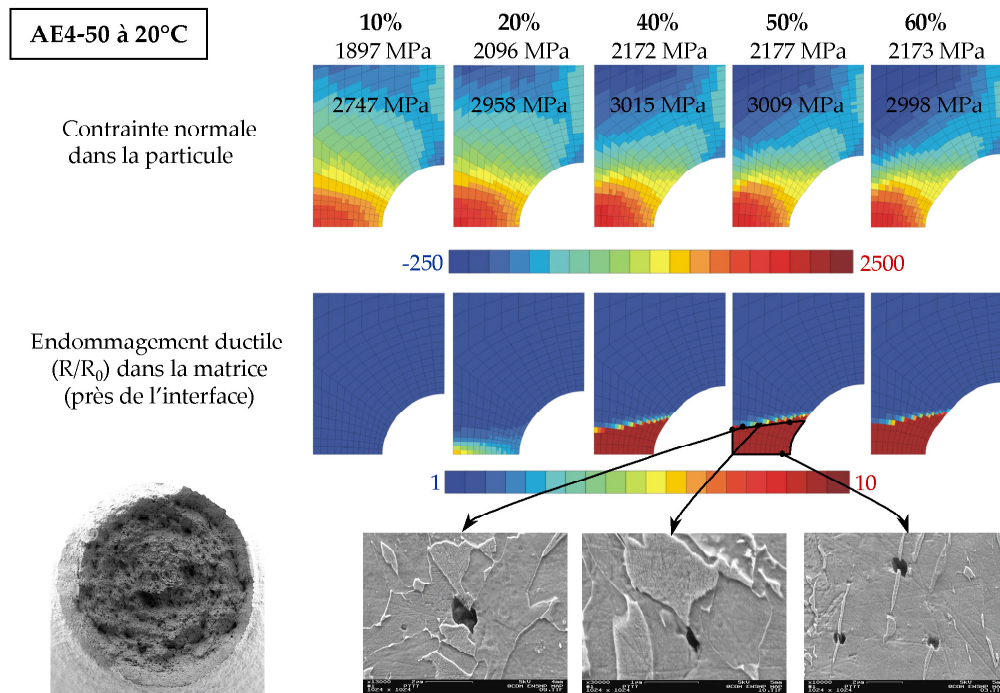


figure V. 44 : Isovaleurs de la contrainte normale dans la particule et du paramètre d'endommagement ductile R/R_0 à différents endroits de la section d'une éprouvette AE4-50 testée à 20°C, pour différents niveaux de déformation moyenne. Comparaison avec l'expérience pour la déformation à rupture expérimentale ($\epsilon_R=50\%$) : la zone délimitée par le trait noir est la frontière au-delà de laquelle aucun endommagement n'a été observé.

$$\frac{R(t)}{R_0} = \int_{t_0}^t 0,283 \cdot \exp\left(\frac{3}{2} \cdot \frac{\text{tr}(\sigma^{\text{ar}})/3}{\sigma_{\text{eq}}^{\text{ar}}}\right) \cdot d\varepsilon_p \quad \text{Eq. V. 27}$$

b) Résultats

Les isovaleurs de la contrainte normale dans la particule et du paramètre d'endommagement ductile R/R_0 sont comparées aux observations métallographiques sur coupes longitudinales de différentes éprouvettes AE (figure V. 43 à figure V. 46). L'endommagement fragile observé expérimentalement est bien décrit par un critère en contrainte normale critique dans la particule de l'ordre de 3200MPa. L'endommagement ductile est quant à lui bien simulé par un critère de Rice et Tracey du type $(R/R_0) \approx 10^{-4}$. L'application de l'approche micromécanique aux éprouvettes AE permet de reproduire les effets de géométrie et de température sur l'amorçage de l'endommagement observé expérimentalement. En particulier, l'effet du taux de triaxialité sur le type d'endommagement observé (décohésion ou rupture) se révèle être un effet de structure qui ne peut pas s'expliquer par de simples calculs de cellules, à l'échelle du composé M-A.

Si l'approche proposée offre de bonnes « tendances », elle n'en reste pas moins très approximative et les nombreuses hypothèses simplificatrices l'empêchent d'être quantitative de manière fiable. Parmi ces hypothèses, les plus discutables sont certainement :

- Le choix d'une morphologie hyper simplifiée (cylindre, ellipsoïde...) pour décrire la particule M-A, que l'on sait beaucoup plus compliquée (points anguleux, réseaux en nappes aux anciens joints de grains austénitiques, particules mixtes austénite-martensite...).
- L'application de la mécanique des milieux continus à l'échelle de la particule M-A, sans prise en compte des interactions avec les bandes de glissement, les empilements de dislocations, les joints de grains, etc., pourtant mis en évidence expérimentalement (cf. figure V. 16 par exemple).
- Le choix d'une loi de comportement pour la phase dure, sans réelles données expérimentales.
- Les relations de passage micro-macro simplifiées, basées sur le modèle de Beremin, et identifiées sur les calculs de cellule.

⁴ Cette valeur n'est qu'approximative dans la mesure où les isovaleurs de R/R_0 présentent des gradients énormes, du type « tout ($\gg 10$) ou rien ($\ll 10$) ».

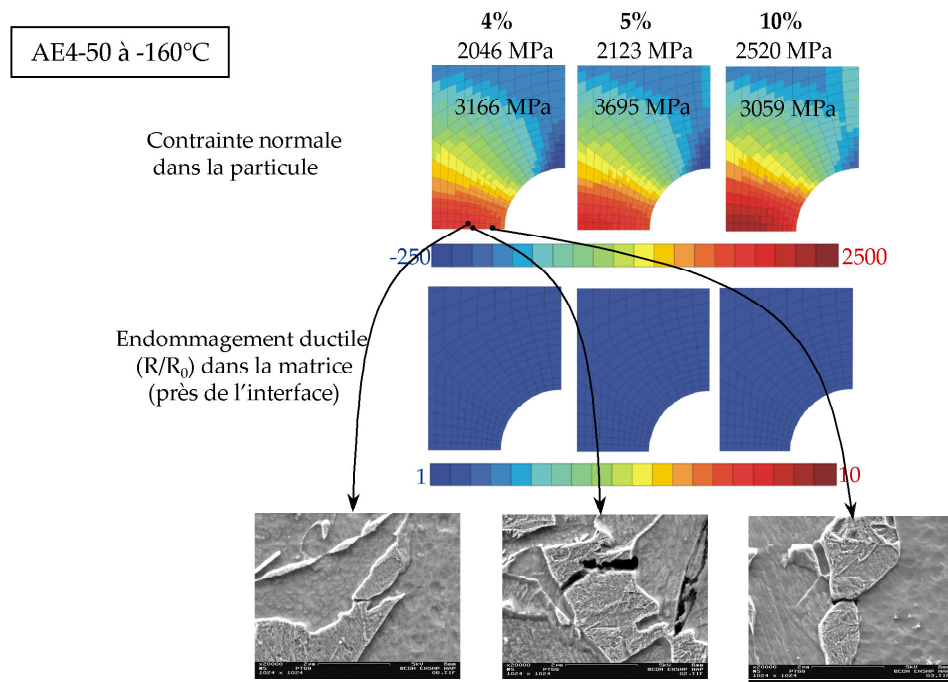


figure V. 45 : Isovaleurs de la contrainte normale dans la particule et du paramètre d'endommagement ductile R/R_0 à différents endroits de la section d'une éprouvette AE4-50 testée à -160°C , pour différents niveaux de déformation moyenne. Comparaison avec l'expérience pour la déformation à rupture expérimentale ($\epsilon_R=4\%$).

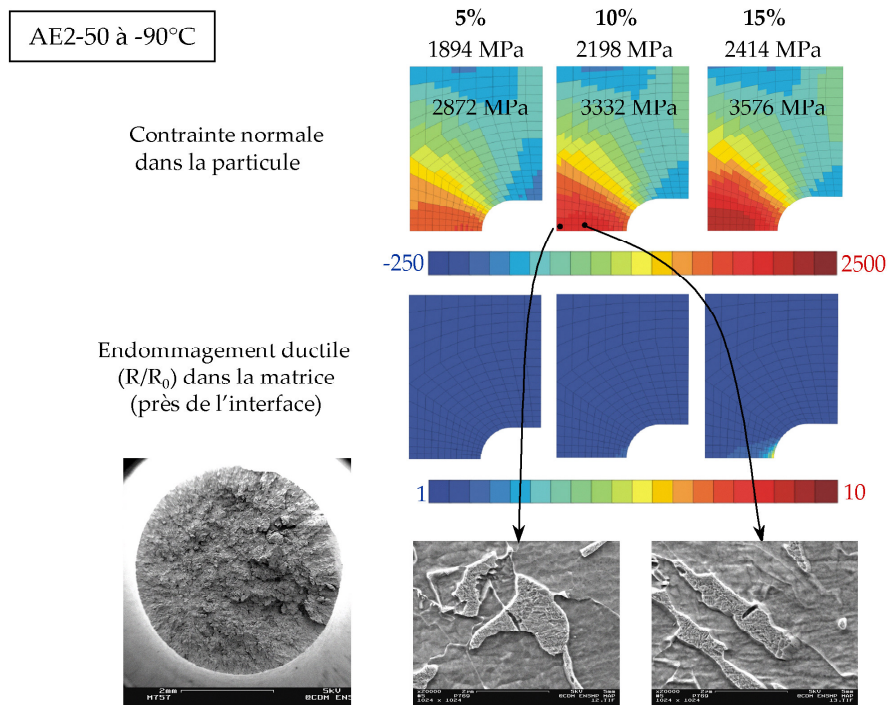


figure V. 46 : Isovaleurs de la contrainte normale dans la particule et du paramètre d'endommagement ductile R/R_0 à différents endroits de la section d'une éprouvette AE2-50 testée à -90°C , pour différents niveaux de déformation moyenne. Comparaison avec l'expérience pour la déformation à rupture expérimentale ($\epsilon_R=10\%$).

4. Conclusions

L'observation des coupes longitudinales et des surfaces de rupture d'éprouvettes endommagées ou rompues permet d'expliquer quelques aspects des mécanismes de la rupture par clivage des ZAC :

- Les composés M-A sont des sites privilégiés de l'endommagement : cavitation à l'interface M-A /matrice pour les éprouvettes faiblement entaillées et les températures élevées, rupture des composés pour les éprouvettes très entaillées, engendrant un taux de triaxialité élevé. Cet endommagement constitue l'étape d'amorçage de la rupture par clivage.

Cette sensibilité à l'amorçage dépend de la nature du composé : les composés de martensite fraîchement transformés sont beaucoup plus nocifs que ceux d'austénite résiduelle.

- Excepté à très basse température, la rupture est contrôlée par la propagation d'une fissure de type « Griffith » à travers les joints de paquets bainitiques de forte désorientation (>45°). L'entité critique de clivage correspond à la taille du paquet bainitique « efficace » défini par EBSD au chapitre III.
- La rupture résulte de la succession des **trois événements** simples suivants :
 1. Rupture d'un composé M-A (ou micro-cavitation).
 2. Propagation de cette micro-fissure à la matrice environnante grâce au franchissement de l'interface M-A/matrice.
 3. Propagation de la fissure aux paquets voisins par le franchissement du joint de paquet de forte désorientation.

Les conditions favorisant chacune des étapes du processus de rupture évoluent avec la température et la microstructure :

- Grâce à la technique de l'émission acoustique, on peut montrer que la rupture est contrôlée par la propagation d'un paquet bainitique efficace à un autre à haute température. A très basse température en revanche, la rupture semble contrôlée par l'amorçage. Ce changement peut être interprété comme une conséquence de la diminution de l'énergie de surface effective matrice-matrice à basse température.
- On met en évidence **un effet combiné des composés M-A et des paquets bainitiques efficaces** dans le processus de rupture macroscopique. L'importance de ces effets dépend des tailles relatives des deux entités microstructurales et de leurs capacités relatives à arrêter la propagation de fissures.
- La propension particulière des composés M-A à l'amorçage est la conséquence de concentrations locales de contraintes, bien décrites par les modèles à champs moyens et les modèles de cellules. L'application de ces modèles aux éprouvettes AE permet de bien reproduire les effets de géométrie et de température sur l'amorçage de l'endommagement observé expérimentalement. Si cette approche reste qualitative du fait des nombreuses hypothèses simplificatrices, elle reste néanmoins utilisable pour décrire l'étape d'amorçage dans le cadre d'une modélisation de la rupture fragile par une approche locale (cf. Chapitre VI).

Chapitre VI

Approche locale de la rupture fragile

1	<i>Modèle de Beremin</i>	203
1.1	Introduction	203
1.2	Identification des paramètres	203
1.3	Application aux géométries fissurées	213
1.4	Discussion.....	221
2	<i>Modèle « à deux barrières microstructurales »</i>	222
2.1	Introduction	222
2.2	Développement du modèle.....	222
2.3	Identification des paramètres sur géométries entaillées	227
2.4	Prévisions des courbes de transition de ténacité.....	229
3	<i>Conclusions</i>	232

Chapitre VI

Approche locale de la rupture fragile

La rupture des structures mécaniques est habituellement décrite par l'« approche globale » qui résulte directement de la mécanique linéaire élastique ou élasto-plastique de la rupture. La résistance à la propagation brutale de fissure est alors caractérisée par des paramètres « globaux » critiques (K_{Ic} ou J_{Ic}), représentatifs (dans certaines conditions) du champ mécanique local régnant en pointe de fissure. Une telle approche ne permet pourtant pas de prédire les effets d'échelle et la dispersion liés aux distributions de défauts.

Pour mettre en avant les liens entre microstructure et ténacité, l'« approche locale » de la rupture a été développée avec succès : Elle s'intéresse à décrire le comportement macroscopique à rupture en fonction de critères « locaux », i.e. basés sur des modèles micro-mécaniques décrivant les processus physiques de rupture. L'avantage d'un tel outil pour l'étude et la modélisation des mécanismes de rupture est évident et reconnu. C'est ce deuxième type d'approche que l'on considère ici.

Dans un premier temps, le modèle de l'approche locale de Beremin est appliqué au métal de base et aux ZAC en vue de prédire l'évolution de la ténacité avec la température.

Un modèle d'approche locale basé sur les mécanismes de rupture des ZAC est présenté et appliqué dans la deuxième partie de ce chapitre. La rupture est décrite par la succession de trois processus élémentaires : rupture d'un composé M-A, franchissement de l'interface M-A/matrice et franchissement des joints de paquets efficaces. La dispersion est directement issue des distributions de tailles des différentes unités microstructurales : composés M-A et paquets efficaces.

1 Modèle de Beremin

1.1 Introduction

Dans cette première partie, le modèle de Beremin a été appliqué pour décrire la rupture par clivage du métal de base et des ZAC. Les caractéristiques principales du modèle sont rappelées au chapitre I. Pour son application pratique, une part importante du travail consiste à identifier les deux paramètres m et σ_u à l'aide de séries d'essais sur éprouvettes AE. Le nombre d'essais n'étant pas infini, les valeurs de m et σ_u décrivant la loi de distribution de Weibull ne peuvent être déterminées de manière absolue. Plusieurs méthodes permettent néanmoins de les approcher « au mieux », i.e. dans un intervalle de confiance le plus restreint possible. Le paragraphe 1.2 présente les procédures d'identification des paramètres et leurs applications au matériau de l'étude. L'application du modèle d'approche locale aux géométries fissurées est abordée au paragraphe 1.3.

1.2 Identification des paramètres

1.2.1 Démarche

Cas d'une statistique de Weibull

La loi de distribution de Weibull décrit la probabilité de rupture d'un matériau parfaitement élastique soumis à une contrainte uniaxiale de traction σ . X étant une variable aléatoire, la fonction de répartition et la densité de probabilité d'une telle distribution s'écrivent respectivement :

$$F_X(\sigma) = P_R(X \leq \sigma) = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{\sigma_u} \right)^m \right] \quad \text{Eq. VI. 1}$$

$$f_X(\sigma) = \frac{dF_X(\sigma)}{d\sigma} = \frac{m}{\sigma_u} \cdot \left(\frac{\sigma}{\sigma_u} \right)^{m-1} \cdot \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{\sigma_u} \right)^m \right] \quad \text{Eq. VI. 2}$$

Les N mesures expérimentales de contraintes à rupture étant réalisées, le problème consiste à ajuster l'équation de Weibull Eq. VI.1 à ces observations : il s'agit donc de déterminer les paramètres m et σ_u à partir d'un échantillonnage de N réalisations.

- Expression de la fonction de répartition expérimentale

Dans un premier temps, il faut estimer chaque probabilité P_R^i associée à l'occurrence i parmi N . Pour cela, on classe les échantillons par ordre croissant de paramètre de chargement caractérisant à lui seul la rupture (ici la contrainte uniaxiale à rupture σ). Les estimateurs de probabilité les plus couramment utilisés sont les suivants :

$$P_R^i = \frac{i-0,3}{N+0,4}, \quad P_R^i = \frac{i-0,5}{N+0,25}, \quad P_R^i = \frac{i}{N+1}, \quad \text{et} \quad P_R^i = \frac{i-0,5}{N} \quad \text{Eq. VI. 3}$$

ce dernier conduisant, selon Khalili [KHA91], à l'erreur la plus faible.

A ce stade, il faut ajuster l'équation de Weibull VI. 1 aux probabilités cumulées expérimentales décrites ci-dessus. Différentes méthodes d'identification sont usuellement employées et ont été revues par Khalili et Kromp [KHA91]. Elles peuvent être résumées ainsi :

- Méthode de régression linéaire

La régression linéaire est un cas particulier de la méthode des moindres carrés. En prenant deux fois le logarithme de l'équation Eq. VI.1, on aboutit à une équation de la forme :

$$\ln \left[\ln \left(\frac{1}{1-P_R} \right) \right] = m \cdot \ln(\sigma) - m \cdot \ln(\sigma_u) \quad \text{Eq. VI. 4}$$

où m est la pente et $-m \cdot \ln(\sigma_u)$ est l'ordonnée à l'origine. m et σ_u sont facilement déterminés par régression linéaire des points expérimentaux.

L'intervalle de confiance à 90% sur m , pour $N=30$ est donné par [KHA91] :

$$0,741 \cdot m_{\text{réel}} < m_{\text{estimé}} < 1,308 \cdot m_{\text{réel}} \quad \text{Eq. VI. 5}$$

- Méthode des moments

Dans cette méthode, la distribution de Weibull est simplement décrite par ses deux premiers moments :

$$\text{Espérance ou moment d'ordre 1 : } \bar{\sigma} = \int_0^{\infty} \sigma \cdot f_X(\sigma) \cdot d\sigma = \sigma_u \cdot \Gamma \left(1 + \frac{1}{m} \right) \quad \text{Eq. VI. 6}$$

$$\text{Variance : } S_{\sigma}^2 = \sigma_u^2 \cdot \left\{ \Gamma \left(1 + \frac{2}{m} \right) - \left[\Gamma \left(1 + \frac{1}{m} \right) \right]^2 \right\} \quad \text{Eq. VI. 7}$$

La méthode de résolution est basée sur l'hypothèse selon laquelle la moyenne et la variance des données expérimentales sont égales à celles de la distribution théorique d'un nombre infini d'échantillons. La résolution analytique et numérique de ce système de deux équations à deux inconnues aboutit à la détermination des deux paramètres m et σ_u .

L'intervalle de confiance à 90% sur m , pour $N=30$ est alors donné par [KHA91] :

$$0,793 \cdot m_{\text{réel}} < m_{\text{estimé}} < 1,353 \cdot m_{\text{réel}} \quad \text{Eq. VI. 8}$$

- Méthode du maximum de vraisemblance

Le couple de paramètres (m, σ_u) est déterminé de telle sorte que la probabilité pour que N occurrences suivent la distribution expérimentale soit maximale. Cette méthode revient à maximiser la fonction de vraisemblance L définie par :

$$L = f_N = \prod_{i=1}^N f(\sigma_i) \quad \text{Eq. VI. 9}$$

où f est la densité de probabilité définie par l'équation Eq. VI. 2.

L'intervalle de confiance à 90% sur m , pour $N=30$ est donné par [KHA91] :

$$0,823 \cdot m_{\text{réel}} < m_{\text{estimé}} < 1,335 \cdot m_{\text{réel}} \quad \text{Eq. VI. 10}$$

Wallin [WAL89] a quant à lui estimé des intervalles de confiance dépendant du nombre d'échantillons N :

$$\sigma_{u \text{ réel}} \cdot \left[\exp \left(\frac{-1,649}{(N-2,1)^{0,495}} \right) \right]^{\frac{1}{m}} < \sigma_{u \text{ estimé}} < \sigma_{u \text{ réel}} \cdot \left[\exp \left(\frac{1,979}{(N-0,79)^{0,53}} \right) \right]^{\frac{1}{m}} \quad \text{Eq. VI. 11}$$

$$m_{\text{réel}} \cdot \exp \left(\frac{-1,332}{(N-0,36)^{0,52}} \right) < m_{\text{estimé}} < m_{\text{réel}} \cdot \exp \left(\frac{1,517}{(N-1,75)^{0,53}} \right) \quad \text{Eq. VI. 12}$$

L'ensemble de ces estimations est résumé à la figure VI. 1.

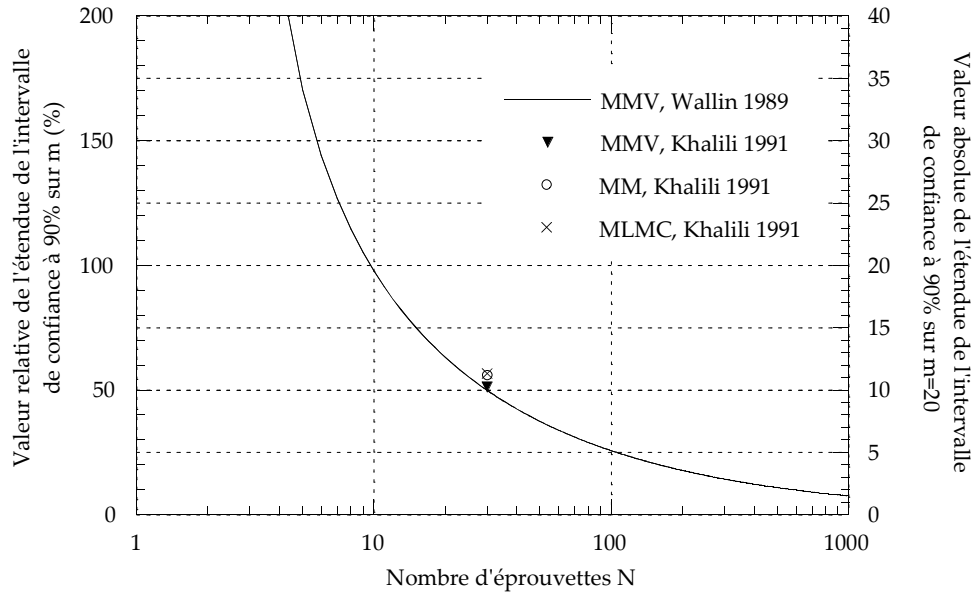


figure VI. 1 : Etendue relative et absolue de l'intervalle de confiance à 90% sur m, pour les différentes méthodes d'identification (MMV= Méthode du Maximum de Vraisemblance, MM= Méthode des Moments, MLMC= Méthode Linéaire des Moindres Carrés), d'après [KHA91] et [WAL89].

Cas particulier du modèle de Beremin

Pour un triplet (V_0, m, σ_u) , la probabilité de rupture s'écrit :

$$P_R = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma_w}{\sigma_u} \right)^m \right] \tag{Eq. VI. 13}$$

Les champs mécaniques locaux sont déterminés à partir de simulations par éléments finis d'éprouvettes axisymétriques entaillées (cf. § 1.2.2). La contrainte de Weibull σ_w , calculée en post-traitement, est définie comme la somme de la contrainte principale σ_i sur les n_{pl} éléments (de volumes V_i) de la zone plastique¹ :

$$\sigma_w = \left[\sum_{i=1}^{n_{pl}} \frac{V_i}{V_0} \cdot (\sigma_i)^m \right]^{\frac{1}{m}} \tag{Eq. VI. 14}$$

Les deux paramètres indépendants du modèle sont m et $\sigma_u \cdot V_0^{1/m}$. On attribue communément une signification physique au volume élémentaire V_0 représentatif du mode de rupture par clivage. Ici, V_0 est choisi égal au volume d'un cube de $(100\mu m)^3$ (i.e. d'environ 8 grains γ). Pour faciliter les comparaisons, ce volume est identique pour le métal de base et les ZAC. La valeur « réelle » de σ_u correspondant à un V_0 différent se déduit facilement de l'équation $\sigma_u \cdot V_0^{1/m} = \text{constante}$.

V_0 étant donné, l'identification des paramètres m et σ_u du modèle consiste à ajuster la distribution expérimentale (P_R, σ_w) à la distribution théorique (Eq. VI.13) par l'une des trois méthodes décrites précédemment. Comme m et σ_w sont dépendants l'un de l'autre, une procédure itérative est toutefois nécessaire pour la détermination de ces paramètres.

La procédure employée dans cette étude est décrite schématiquement à la figure VI. 2. L'identification est basée sur la méthode des moindres carrés, et consiste en une généralisation de la méthode de régression linéaire présentée précédemment :

¹ En pratique tels que $e_p^{cum} \geq 10^{-6}$.

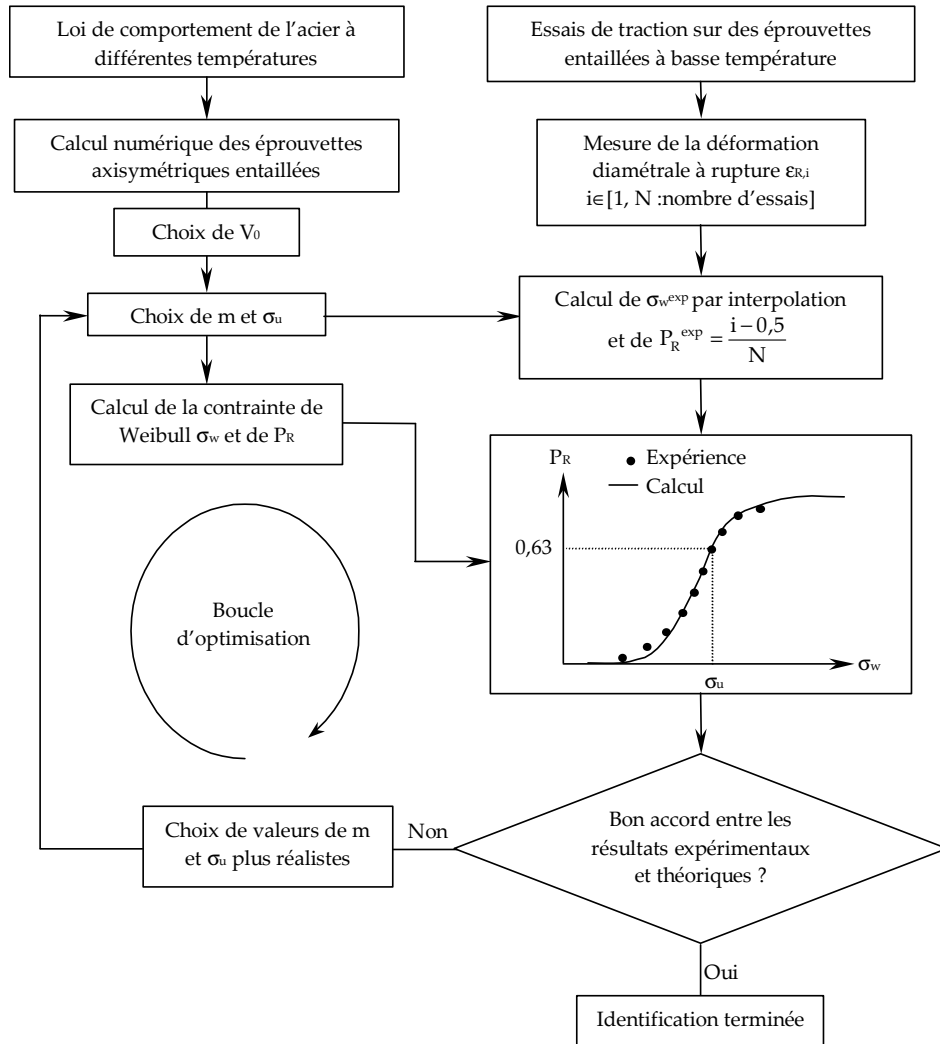


figure VI. 2 : Démarche itérative schématique de détermination des paramètres de Beremin.

1. Les contraintes de Weibull σ_w exprimées par l'équation VI. 14 sont calculées en post-traitement pour chaque géométrie d'éprouvette et chaque température d'essai. Dans cette équation, σ_i représente la valeur **courante** de la plus grande contrainte principale. Dans certains cas², cette valeur peut décroître et entraîner par suite une baisse de la probabilité de rupture cumulée, ce qui est mathématiquement absurde. Pour résoudre ces difficultés, certains auteurs considèrent que σ_i est égale à la valeur **maximale** atteinte sur le point de Gauss sur toute l'histoire de chargement. Dans le cas d'éprouvettes AE testées à très basses températures, valeur courante et valeur maximale conduisent à la même évaluation de σ_w [ROS98].
2. Les éprouvettes sont classées par ordre croissant de déformations à rupture ϵ_R (et de probabilités de rupture *via* la relation $P_R=(i-0,5)/N$). Ce paramètre de classement est très souvent utilisé car il est monotone croissant au cours de l'essai et relativement discriminant. On associe alors à chaque point à rupture expérimental la valeur de la contrainte de Weibull correspondante (par interpolation linéaire entre les pas de calcul). Les couples $(\sigma_w ; P_R)$ expérimentaux et théoriques sont comparés par la méthode des moindres carrés.
3. Les valeurs de m et σ_w sont réajustées et les procédures 1 et 2 sont répétées tant que l'erreur reste supérieure à une valeur critique. Les itérations successives sont optimisées par différents algorithmes : sqp, Levenberg-Marquardt et méthode génétique, tous disponibles dans le module d'optimisation de ZéBuLoN.

1.2.2 Mise en œuvre et résultats

Calcul numérique des éprouvettes AE

La détermination des contraintes de Weibull « expérimentales » nécessite de connaître les champs mécaniques locaux dans chacune des éprouvettes au moment de la rupture. Trois géométries d'éprouvettes entaillées (présentées en annexe B) ont été utilisées : AE2-50, AE4-50 et AE10-50.

Les calculs par éléments finis sont réalisés sur le code ZéBuLoN 8.0 en grandes déformations, avec réactualisation de la géométrie en cours de calcul et en conditions d'axisymétrie. Les maillages et les conditions aux limites de simulation sont présentés à la figure VI. 3.

Zones affectées par la chaleur

Les lois de comportement ajustées sur les essais de traction ELT10 conduisent à une surestimation des contraintes moyennes sur AE d'environ 5%. Cette surestimation est d'autant plus importante que le rayon d'entaille est faible. De même, les lois de comportement ajustées sur les courbes expérimentales d'éprouvettes AE sont différentes selon les géométries (pour une même température). Les courbes de traction « recalculées » sont beaucoup moins « coudées » aux faibles déformations que les courbes expérimentales sur ELT10 (figure VI. 4). Cet effet de structure et ce coude marqué suggèrent l'existence d'un pseudo palier de Lüders qui expliquerait les différences observées. L'identification de lois de comportement sur éprouvettes AE étant lourde, on s'affranchit du problème en abaissant systématiquement la limite d'élasticité R_0 identifiée sur ELT10 de 5%. Ces lois de comportement ainsi modifiées reproduisent alors correctement les résultats expérimentaux des différentes ZAC (figure VI. 5).

² déchargement local, en particulier pour les géométries fissurées.

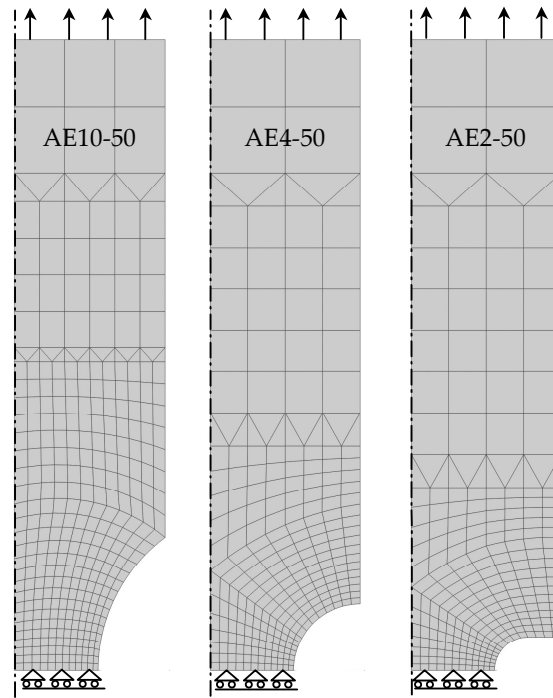


figure VI. 3 : Maillages et conditions aux limites des éprouvettes AE2-50, AE4-50 et AE10-50. Pour des raisons de symétrie, seule la moitié de l'éprouvette est maillée.

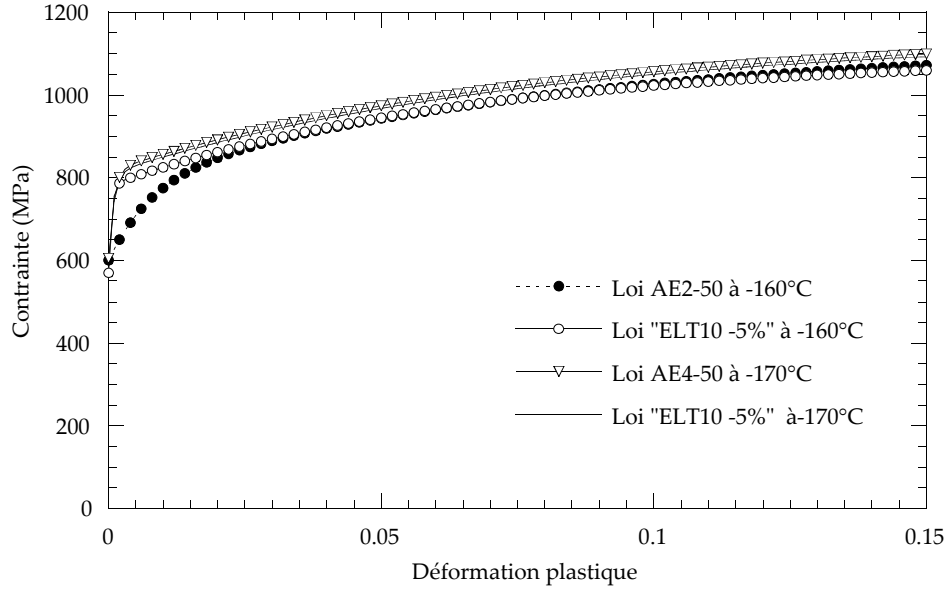


figure VI. 4 : Lois de comportement identifiées sur éprouvettes de traction ELT10 et sur éprouvettes AE4 et AE2. Microstructure CGHAZ-100s.

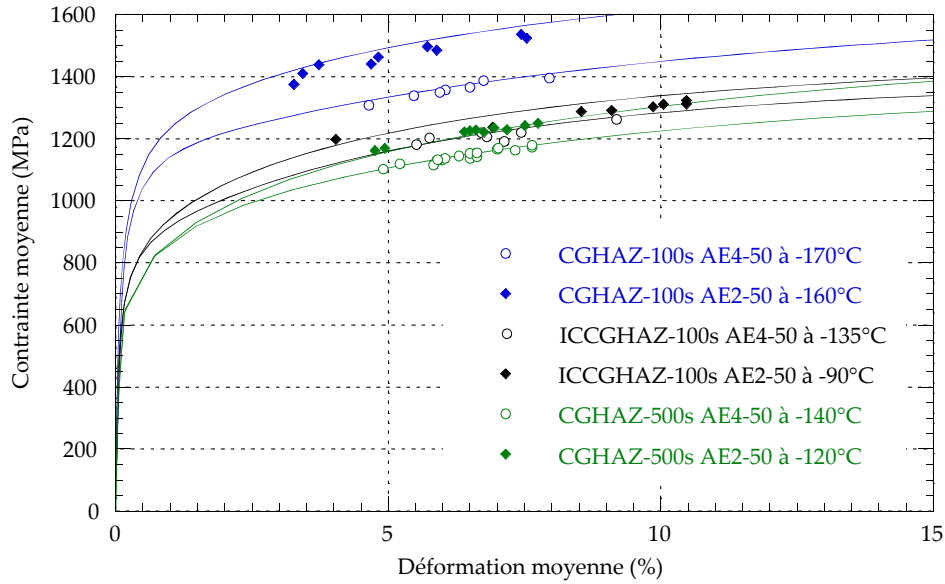


figure VI. 5 : Courbes de chargement des différentes AE déterminées par éléments finis et points à rupture expérimentaux.

Métal de base

Les courbes de traction du métal de base présentent un palier de Lüders assez marqué (déformations de palier ϵ_L de 3 à 6%) pendant lequel des bandes se développent à effort constant (contrainte σ_L). L'apparition du palier sur la courbe est un phénomène lié à la géométrie de la structure (longueur utile de l'éprouvette notamment). La formation d'atmosphères de Cottrell est néanmoins un phénomène physique dont l'effet est susceptible d'être pris en compte dans les lois de comportement. Différentes lois de comportement ont été testées (figure VI. 6) :

- Loi puissance (pas de prise en compte du palier)
- Loi puissance pour $\epsilon > \epsilon_L$ étendue sous le palier par la tangente à ϵ_L .
- Loi puissance pour $\epsilon > \epsilon_L$ étendue sous le palier par la valeur de la contrainte au palier.

Validation des lois de comportement sur éprouvettes axisymétriques entaillées :

Les résultats des calculs avec les différentes lois de comportement sont présentés à la figure VI. 7 et sont comparés aux mesures expérimentales. La loi de comportement puissance rend bien compte du niveau de contrainte et de la forme de l'écroûissage sur les éprouvettes AE (figure VI. 7a). En revanche, elle ne permet pas de reproduire le phénomène de Piobers-Lüders encore nettement visible sur les éprouvettes peu entaillées (AE10-50 et AE4-50). La loi de comportement puissance+palier appliquée aux éprouvettes AE prévoit des contraintes supérieures à celles mesurées expérimentalement (figure VI. 7b). Elle permet cependant de simuler l'adoucissement observé en début d'essai, plus ou moins intensément selon le rayon de l'entaille. La loi puissance+tangente prévoit un comportement intermédiaire.

La loi puissance a été retenue dans la mesure où les ruptures sont observées pour des taux de déformation relativement importants pour lesquels cette loi donne un bon accord avec l'expérience et l'effet du palier tend à disparaître. Les différents paramètres de cette loi sont présentés en annexe B.

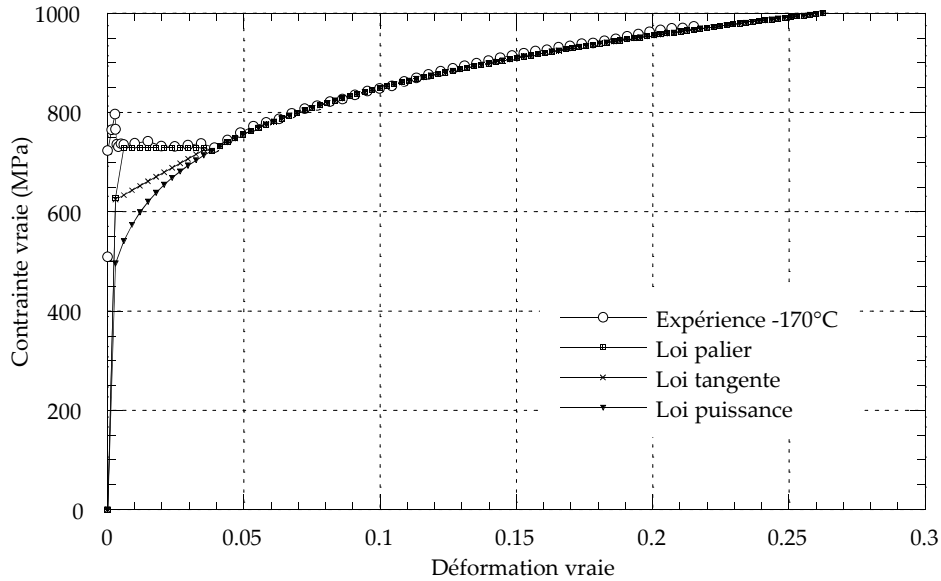


figure VI. 6 : Ajustement des différentes lois de comportement à partir d'un essai de traction à -170°C.

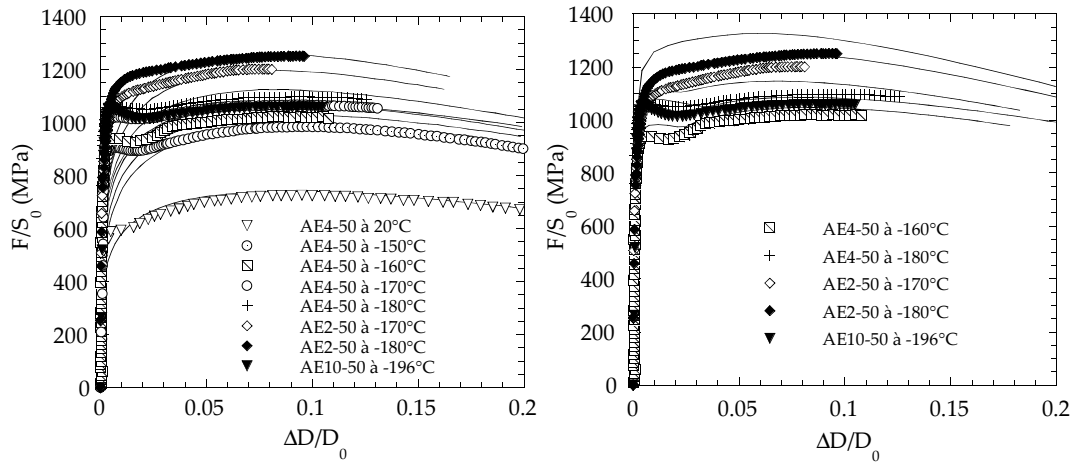


figure VI. 7 : Réponses en traction des éprouvettes axisymétriques entaillées calculées a) avec une loi de comportement puissance, b) avec une loi de comportement puissance+palier. Les symboles et les traits continus correspondent respectivement aux courbes expérimentales et aux réponses calculées par éléments finis.

Détermination de la distribution de Weibull

Les identifications sont réalisées sur des bases expérimentales de 16 à 30 éprouvettes AE testées à différentes températures (sur le palier fragile) et présentant des taux de triaxialité différents³. Excepté pour CGHAZ-500s, les valeurs de m et σ_u obtenues pour différents algorithmes d'optimisation sont assez voisines.

Dans le cas de la ZAC CGHAZ-500s, les résultats sont très dispersés : $18 < m < 48$ et $2052 < \sigma_u < 1592$. En revanche, les optimisations réalisées à m fixé conduisent à des valeurs de σ_u très proches. Ces résultats confirment la très grande sensibilité des procédures d'identification vis-à-vis du choix de m . Cette sensibilité numérique, récemment mise en évidence par certains auteurs [GAO98, BER99], se manifeste par le fait que plusieurs couples (m , σ_u) peuvent conduire à des corrélations similaires et acceptables entre distributions expérimentales et théoriques. Le choix du « vrai » couple (m , σ_u) devient dès lors problématique. Dans ce contexte, le modèle de Curry (présenté en détail au chapitre I) permet de donner une estimation a priori du paramètre m . On peut écrire en effet que :

- D'après le modèle de Beremin : $K_{lc} \cdot \sigma_y^{\frac{m-1}{4}} = \text{Cte}$
- D'après le modèle de Curry : $K_{lc} \cdot \sigma_y^{\frac{N-1}{2}} = \text{Cte}$

$$D'où : \quad m = 2 \cdot (N + 1) = 2 \cdot \left(\frac{1}{n} + 1 \right) \quad \text{Eq. VI. 15}$$

où n est le coefficient d'érouissage du matériau considéré.

L'équation VI. 15 conduit à des valeurs de m comprises entre 16 et 21 pour les différentes ZAC. Les couples (m , σ_u) obtenus par la méthode des moindres carrés et tels que $m \approx 16$ à 21 ont donc été retenus (tableau VI. 1 et figure VI. 8).

Les contraintes critiques de clivage σ_u sont bien sûr très dépendantes de la valeur de m . Celles-ci peuvent être comparées pour des valeurs semblables de m (≈ 20). La ZAC à gros grains CGHAZ-100s a la contrainte critique la plus élevée, ce qui est conforme aux différents résultats d'essais mécaniques. La contrainte critique de clivage de CGHAZ-500s est inférieure à celle de ICCGHAZ-100s. La limite d'élasticité de CGHAZ-500s, qui contrôle le niveau de contrainte lors d'un essai à déplacement imposé, est également inférieure. On prévoit donc des ténacités assez semblables pour CGHAZ-500s et ICCGHAZ-100s, ce qui est effectivement observé expérimentalement. De la même manière, le rapport $\sigma_u^m / \sigma_y^{m-4}$ du métal de base est supérieur à celui de CGHAZ-100s, ce qui présage une température de transition supérieure.

La sensibilité des procédures d'optimisation aux aspects numériques (en particulier l'effet des lois de comportement sur l'optimisation) est discutée en annexe C.

	σ_u (MPa)	m	Intervalle de confiance à 90% sur m
Métal de base	2158	27	20-35
CGHAZ-100s	2670	20	15-26
ICCGHAZ-100s	2351	20	15-26
CGHAZ-500s	2085	20	15-26

tableau VI. 1 : Paramètres retenus m et σ_u du modèle de Beremin, $V_0=(100\mu\text{m})^3$.

³ Pour le métal de base, les éprouvettes rompues après un amorçage sur inclusions sont volontairement exclues de la base de données d'optimisation.

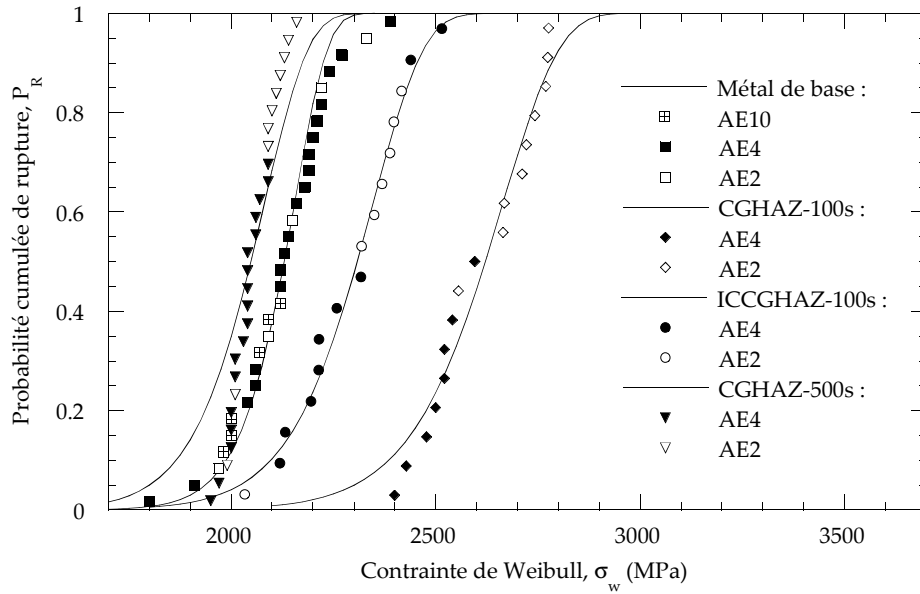


figure VI. 8 : Diagrammes de Weibull pour le métal de base et les trois ZAC.

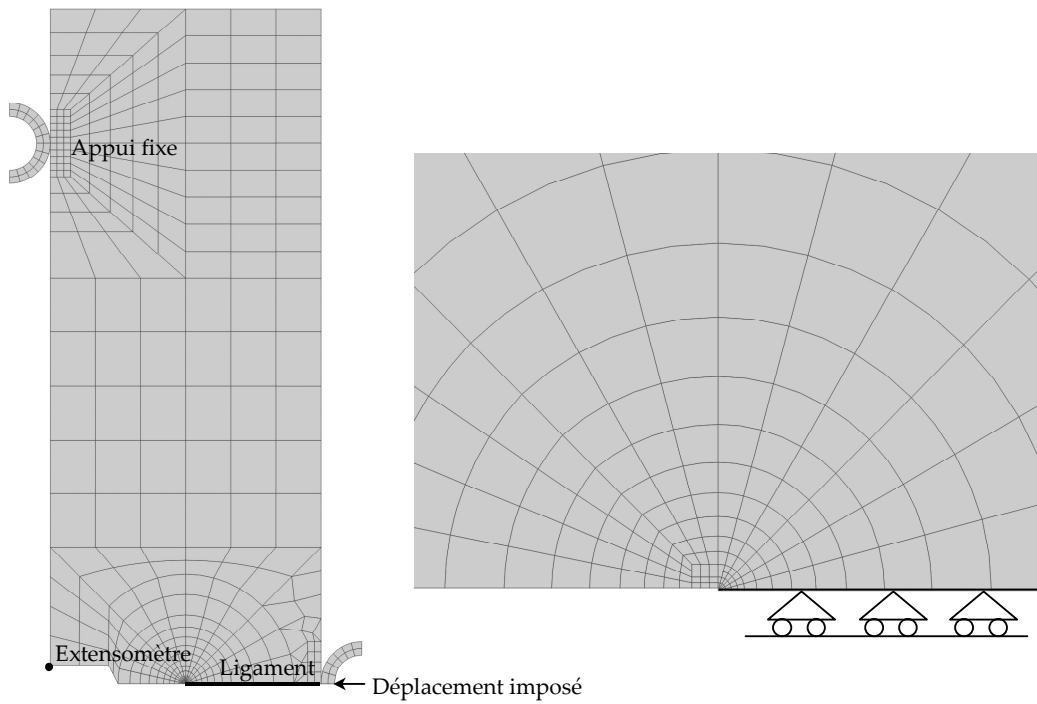


figure VI. 9 : a) Maillage de l'éprouvette de flexion fissurée KF20. b) Détail de la pointe de la fissure.

1.3 Application aux géométries fissurées

1.3.1 Principe

Dans le cadre de l'application du modèle aux géométries fissurées, le groupe Beremin a exprimé, pour un état de déformation plane et confinée, la probabilité de rupture cumulée :

$$P_R = 1 - \exp\left(\frac{\sigma_y^{m-4} \cdot B \cdot K_{Ic}^4 \cdot C_{m,n}}{V_0 \cdot \sigma_u^m}\right) \quad \text{Eq. VI. 16}$$

où $C_{m,n}$ est une constante d'intégration dépendant de m et du coefficient d'érouissage n .

L'effet d'échelle $K_{Ic}^4 \cdot B = Cte$ prévu par Beremin n'est valable que lorsque le champ HRR décrit parfaitement les contraintes et les déformations en pointe de fissure. En réalité, on peut montrer [DIF96] que le facteur d'intensité de contrainte critique K_{Ic} n'intervient pas toujours à la puissance 4. L'exposant d'effet d'échelle « a » est déterminé à partir de calculs par éléments finis, par régression linéaire de l'équation :

$$m \cdot \ln\left(\frac{\sigma_w}{\sigma_y}\right) = a \cdot \ln\left(\frac{K_I}{\sigma_y}\right) + b \quad \text{Eq. VI. 17}$$

où a et b sont deux constantes à déterminer pour chaque microstructure.

Ces constantes étant déterminées, l'évolution de la ténacité avec la température est alors directement issue de la variation de σ_y avec la température.

N.B. : De la même manière, les prévisions de CTOD sont obtenues par régression linéaire de l'équation :

$$m \cdot \ln\left(\frac{\sigma_w}{\sigma_y}\right) = c \cdot \ln\left(\frac{CTOD}{\sigma_y}\right) + d \quad \text{Eq. VI. 18}$$

1.3.2 Mise en œuvre

Maillage de l'éprouvette et conditions aux limites

Le maillage de l'éprouvette KF20 est présenté à la figure VI. 9. Pour des raisons de symétrie, seule la moitié de l'éprouvette est maillée. Les appuis élastiques rigides sont également maillés : les contacts sont modélisés par une interaction de type glissement avec frottement. Un émoussement initial de la fissure (rayon $3\mu\text{m}$) est introduit afin d'éviter les distorsions d'origine numérique qu'engendreraient les déformations mécaniques très importantes en pointe de fissure (figure VI. 9). Les résultats de Mc Meeking montrent en effet que si l'émoussement courant dépasse l'émoussement initial, les calculs avec fissure pointue et émoussée convergent vers la même solution [MEE77]. En pratique, on prend $\rho_0 \approx 1/6CTOD$. Les éléments sont quadratiques (8 nœuds) à intégration réduite (4 points de Gauss) et les calculs sont réalisés en conditions de déformation plane.

Calcul numérique de l'intégrale J de Rice et du CTOD

Deux méthodes ont été employées pour calculer l'intégrale de Rice J :

1. La méthode de De Lorenzi basée sur le calcul d'une avancée virtuelle de la fissure en petites déformations non réactualisées.
2. La méthode de dépouillement décrite par la norme ASTM E813-89 appliquée à un calcul en grandes déformations, réactualisées.

N.B. : Le CTOD numérique est calculé suivant la norme E1290-89.

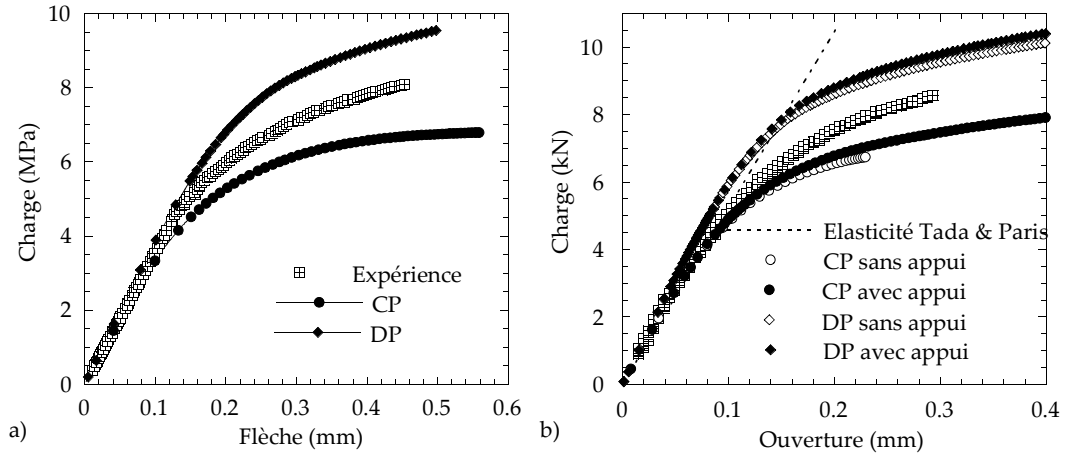


figure VI. 10 : a) Evolution de la charge en fonction de la flèche d'une éprouvette KF20 CGHAZ-500s testée à -50°C. b) Evolution de la charge en fonction de l'ouverture d'une éprouvette KF20 CGHAZ-500s testée à -50°C.

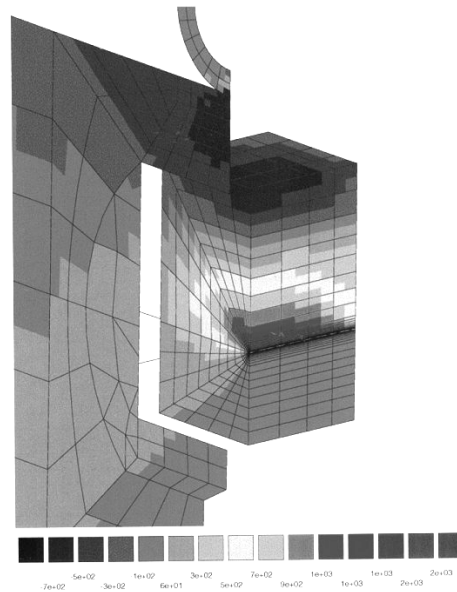


figure VI. 11 : Gradient de la contrainte d'ouverture dans l'épaisseur de l'éprouvette, montrant l'état de contrainte plane en surface et l'état de déformation plane à cœur.

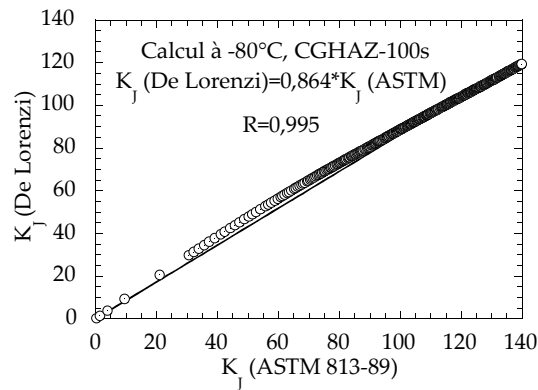


figure VI. 12 : Comparaison des deux méthodes de calcul numérique de l'intégrale J de Rice.

Validation du calcul par éléments finis

Les courbes Charge-Flèche et Charge-Ouverture expérimentales et calculées sont présentées à la figure VI. 10. On en tire différentes remarques :

1. Les conditions de chargement expérimentales sont intermédiaires entre les états de déformation plane et contrainte plane. Cette mixité, renforcée par l'absence de rainures latérales et la faible épaisseur des éprouvettes ($B=10\text{mm}$) a pu être vérifiée sur un calcul 2D-3D (figure VI. 11). Cependant, il est généralement admis que l'état de contrainte local est essentiellement décrit par la condition de déformation plane. Cette condition sera donc retenue pour l'application de l'approche locale de Beremin.
2. La partie élastique de la courbe expérimentale est bien prédite par les formules de Tada et Paris. Les valeurs de charge limite calculées analytiquement ($P_0=7,26\text{kN}$ en déformation plane et $P_0=5,34\text{kN}$ en contrainte plane) sont en accord avec les calculs par éléments finis.
3. La prise en compte des appuis a peu d'effet sur la réponse macroscopique et aucun effet sur l'application de l'approche locale (i.e. le calcul de la contrainte de Weibull).
4. La détermination numérique de l'intégrale J de Rice par la norme ASTM conduit à des valeurs légèrement supérieures à celles obtenues par la méthode de Lorenzi (figure VI. 12). Les calculs en grandes déformations étant nécessaires à la détermination de σ_w , la seconde méthode (ASTM 813-89) est cependant retenue.

1.3.3 Résultats

Les coefficients a , b , c et d des différentes régressions linéaires sont présentés au tableau VI. 2. Les courbes de régression sont présentées en annexe C. Le facteur d'échelle, a , déterminé par éléments finis est voisin de 4, ce qui valide l'approche de Beremin en plasticité confinée.

	a	b	c	d
Métal de base	4,65	38,81	2,21	66,29
CGHAZ-100s	3,65	31,97	1,91	56,82
ICCGHAZ-100s	3,60	32,855	2,01	59,33
CGHAZ-500s	3,88	33,49	1,95	58,456

tableau VI. 2 : Coefficients a , b , c et d des régressions linéaires présentées au §1.3.1. N.B. : Ces valeurs ont été identifiées pour des ténacités exprimées en $\text{MPa.m}^{1/2}$, des CTOD en m et des contraintes en MPa .

Les prévisions de ténacité et de CTOD à 10%, 50% et 90% de probabilité de rupture sont présentées respectivement à la figure VI. 13 et à la figure VI. 14. D'une manière générale, on note un bon accord entre les prévisions et les résultats expérimentaux, tant du point de vue de la valeur moyenne de ténacité que de la dispersion.

Le modèle, applicable au cas de fissures stationnaires, ne permet pas de décrire les ruptures notées « u » ou « m » correspondant respectivement à une rupture par clivage précédée d'une avancée stable de fissure de longueur supérieure à $200\mu\text{m}$ ($200\mu\text{m}$ à $400\mu\text{m}$ dans la pratique) et à une rupture différée après le point maximum de la courbe de chargement.

Les valeurs moyennes de ténacité et de CTOD sont légèrement surestimées dans le cas du métal de base. Ces prévisions sont en réalité très sensibles à la loi de comportement considérée (et en particulier à la prise en compte du palier de Lüders). Ces effets sont discutés en détail en annexe C.

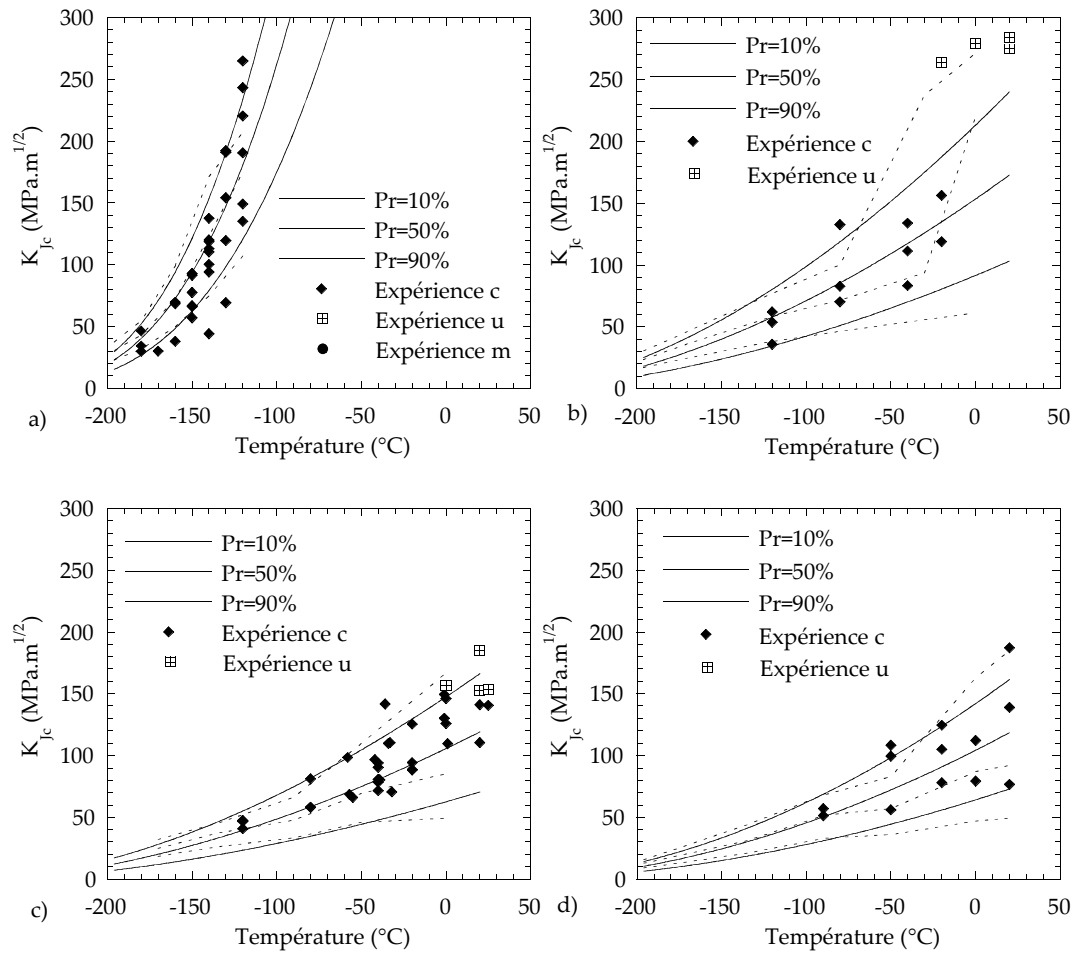


figure VI. 13 : Prévisions de ténacité à 10%, 50% et 90% de probabilité de rupture : a) Métal de base, b) CGHAZ-100s, c) ICCGHAZ-100s, d) CGHAZ-500s. N.B. : Les pointillés représentent les valeurs discrètes de ténacité calculées par la norme E813-89.

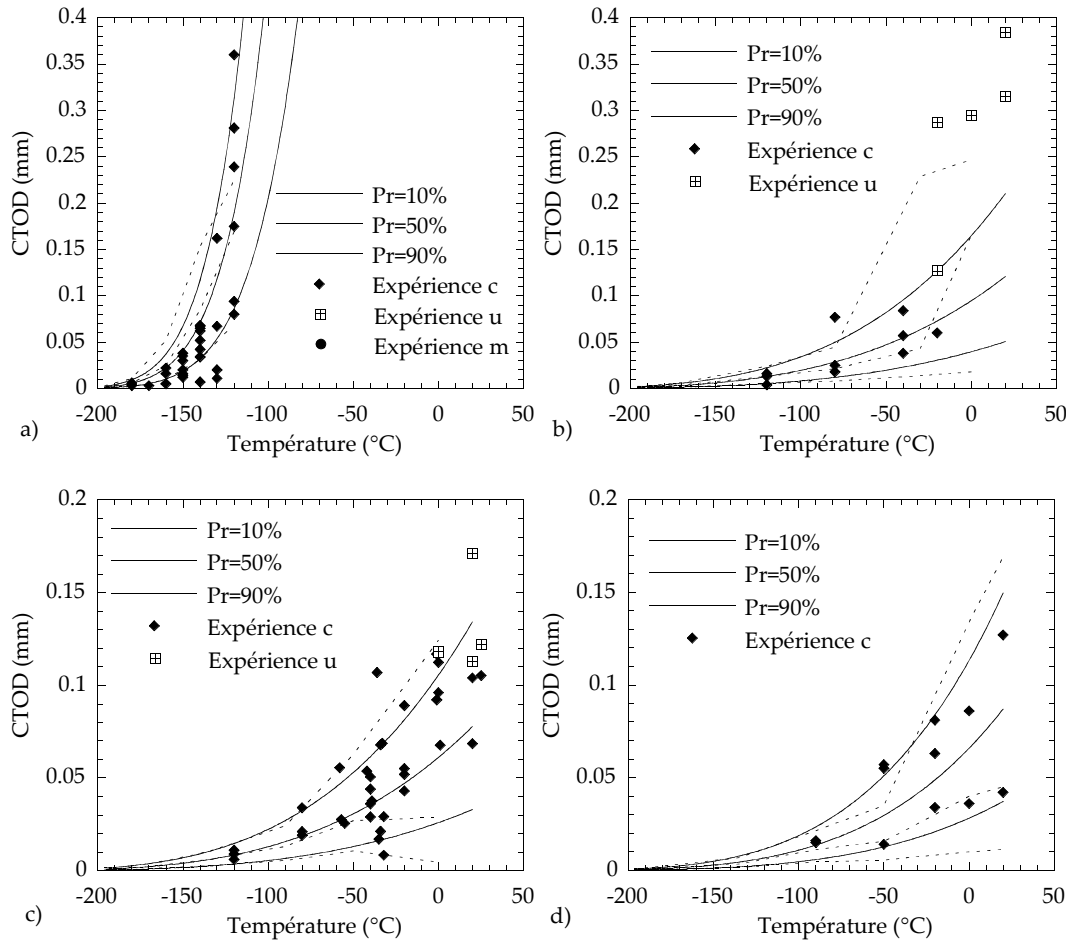


figure VI. 14 : Prévisions de CTOD à 10%, 50% et 90% de probabilité de rupture : a) Métal de base, b) CGHAZ-100s, c) ICCGHAZ-100s, d) CGHAZ-500s. N.B. : Les pointillés représentent les valeurs discrètes de CTOD calculées par la norme E1290-89.

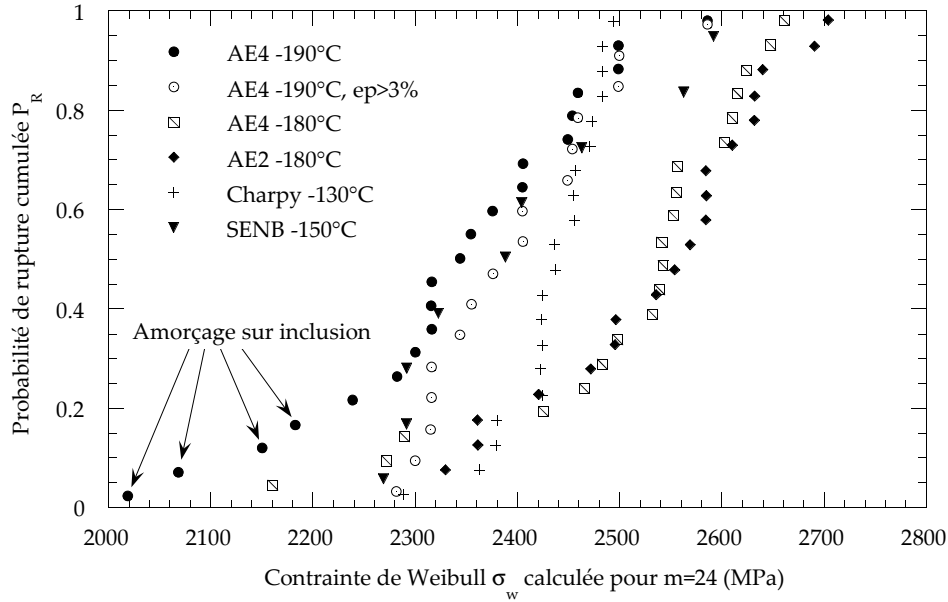


figure VI. 15 : Diagrammes de Weibull du métal de base pour différentes géométries d'éprouvettes. $m=24$.

Eprouvette	$\overline{\sigma_m / \sigma_{eq}}$	T (°C)	$\bar{\varepsilon}$	σ_u (m=24) (MPa)
AE4-50	1,2	-190°C	0,06	2400
AE4-50	1,2	-180°C	0,18	2560
AE2-50	1,5	-180°C	0,05	2580
KF20	2,5	-150°C	0,01	2455

tableau VI. 3 : Contraintes critiques de Weibull σ_u obtenues pour différentes géométries d'éprouvettes et différentes températures. Le paramètre m est fixé à 24.

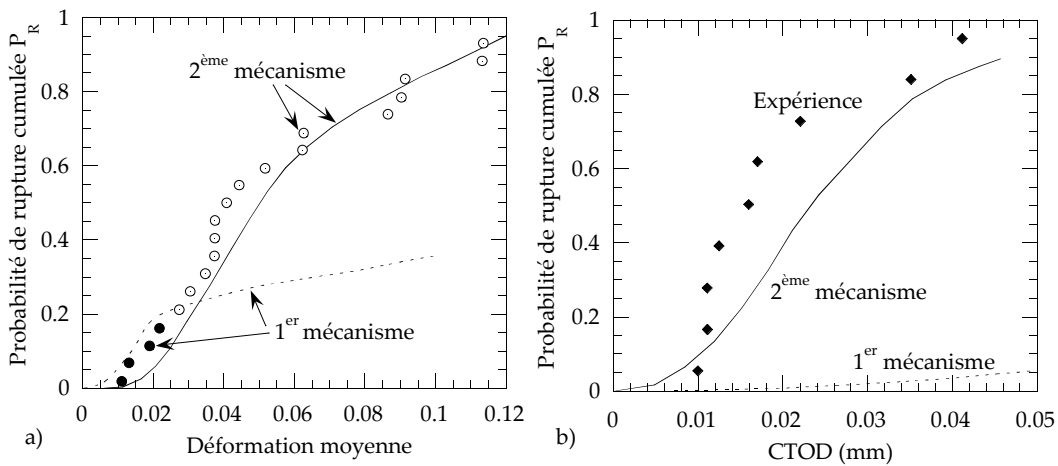


figure VI. 16 : a) Ajustement des paramètres du modèle à partir des essais sur éprouvettes AE. b) Probabilités de rupture expérimentales et calculées correspondant à chacun des mécanismes sur éprouvettes fissurées.

1.3.4 Cas particulier du métal de base

L'étude des mécanismes de rupture du métal de base, présentée au chapitre V, a mis en évidence deux processus concurrents de clivage : l'un intervenant à très faible déformation sur éprouvettes AE4-50 et mettant en jeu les inclusions, l'autre à déformations plus élevées (et volume sollicité confiné) plus difficile à caractériser.

La compétition entre ces deux mécanismes a été décrite par T. Sturel [STU00] à l'aide d'un modèle statistique bimodal, dérivé de celui de Beremin. Ce modèle est brièvement rappelé ici.

Les diagrammes de Weibull $P_R-\sigma_w$ correspondant à différentes géométries d'éprouvettes sont présentés à la figure VI. 15. N.B. : Dans toute cette étude, le paramètre de forme m est fixé égal à 24. Les contraintes de Weibull les plus faibles sont obtenues sur éprouvettes AE4 rompues à -190°C . L'augmentation de la déformation moyenne à rupture via l'augmentation de la température d'essai décale les distributions vers les contraintes de Weibull plus élevées. Taux de triaxialité et déformation peuvent modifier la contrainte critique de clivage d'environ 6% (tableau VI. 3).

Les ruptures amorcées sur inclusion⁴ ne sont observées que sur les éprouvettes AE caractérisées par un large volume sollicité et un pic de contrainte relativement bas (cf. figure VI. 15). Ces observations indiquent que la probabilité de trouver une inclusion de taille suffisante dans le volume sollicité est le paramètre qui contrôle un tel mécanisme. Le modèle de Beremin permet de rendre compte de tels effets d'échelle. Le second mécanisme, plus difficile à caractériser, se produit dans tous les autres cas (figure VI. 15).

Afin de décrire la compétition entre ces deux mécanismes, T. Sturel [STU00] (inspiré par les travaux de Yahya [YAH98]), propose de décrire la probabilité de rupture par une double distribution de Weibull de la forme :

$$P_R = 1 - \exp \left\{ - \int_{\varepsilon > \varepsilon_{c1}} \left(\frac{\sigma_I}{\sigma_{u1}} \right)^{m_1} \cdot \frac{dV}{V_0} - \int_{\varepsilon > \varepsilon_{c2}} \left(\frac{\sigma_I}{\sigma_{u2}} \right)^{m_2} \cdot \frac{dV}{V_0} \right\} \quad \text{Eq. VI. 19}$$

où ε_c est une déformation plastique critique exprimant l'éventuel seuil de déformation nécessaire à l'amorçage d'une micro-fissure.

Le paramètre m_1 du modèle peut être relié à la distribution de taille d'inclusions (cf. figure II.8). En ajustant la queue de distribution expérimentale par une loi du type $\alpha \cdot a^\beta$, il vient que $m=2\beta-2 \approx 5$. Le paramètre m_2 correspondant au second mécanisme est maintenu égal à la valeur usuelle $m_2=24$.

Le niveau critique de déformation ε_{c1} est fixé à 0,005. Il correspond aux déformations locales minimales calculées aux sites d'amorçage sur inclusion. Concernant le second mécanisme, ε_{c2} est égal classiquement à 0,005.

Les contraintes critiques σ_{u1} et σ_{u2} sont ajustées sur les diagrammes de Weibull expérimentaux (AE) correspondant à chacun des mécanismes : bas ou haut de la distribution pour le mécanisme 1 ou 2 respectivement (figure VI. 16a).

La faible valeur de m_1 , caractéristique d'une grande dispersion des défauts, entraîne un fort effet du volume sollicité : A faible déformation, la probabilité de rupture augmente rapidement (effet du volume), puis sature à mesure que la contrainte de Weibull augmente. Les contraintes de Weibull élevées favorisent le second mécanisme.

Ce modèle appliqué aux géométries fissurées prédit un effet négligeable des inclusions sur la probabilité de rupture cumulée, quel que soit le niveau de chargement (figure VI. 16b), ce qui est en accord avec les observations expérimentales. L'absence de mécanisme de type 1 est une conséquence de la présence de contraintes élevées combinées à un volume sollicité peu étendu.

⁴ Le mécanisme sur inclusion est repéré par l'indice 1 ; l'autre mécanisme par l'indice 2.

1.3.5 Comparaison avec l'approche par la courbe maîtresse

Les équations du modèle de Beremin et de l'approche de Wallin, reliant la probabilité de rupture à la ténacité, sont assez proches (à l'exception de la présence d'une ténacité seuil K_{min} dans l'expression de Wallin) : Dans la première équation, la dépendance de la ténacité avec la température est physique et varie avec $\sigma_y(T)^{1-m/4}$. Dans la seconde, cette dépendance s'exprime via la dépendance empirique de K_0 avec la température (courbe maîtresse). Si $K \gg K_{min}$ et $K_0 \gg K_{min}$, les équations sont équivalentes si $\sigma_y(T)^{1-m/4}$ et $K_0(T)$ ont la même dépendance avec la température. L'évolution de K_0 avec la température est donnée par la courbe maîtresse. Une courbe maîtresse décrivant l'évolution de la limite d'élasticité avec la température a été établie par T. Sturel à partir de l'analyse de nombreux aciers ferritiques. Cette évolution est donnée par :

$$\sigma_y(T) = 10^a \cdot \left[T \cdot \log \frac{10^8}{\dot{\epsilon}} \right]^b, \quad T \text{ en K} \tag{Eq. VI. 20}$$

avec

$$\begin{cases} a = \log \frac{\sigma_y(20^\circ\text{C})}{\left(293 \cdot \log \frac{10^8}{\dot{\epsilon}} \right)^b} \\ b = -\exp[-0,809 \cdot \ln(\sigma_y(20^\circ\text{C})) + 4,2326] \end{cases} \tag{Eq. VI. 21}$$

La figure VI. 17 donne l'évolution du rapport $\frac{K_0(T)}{\sigma_y(T)^{1-\frac{m}{4}}}$ (Eq. VI. 22) normalisé avec la température.

Dans le domaine de validité défini ci-dessus (i.e. pour $T > -100^\circ\text{C}$), ce rapport est quasiment indépendant de la température. Les deux approches sont donc similaires.

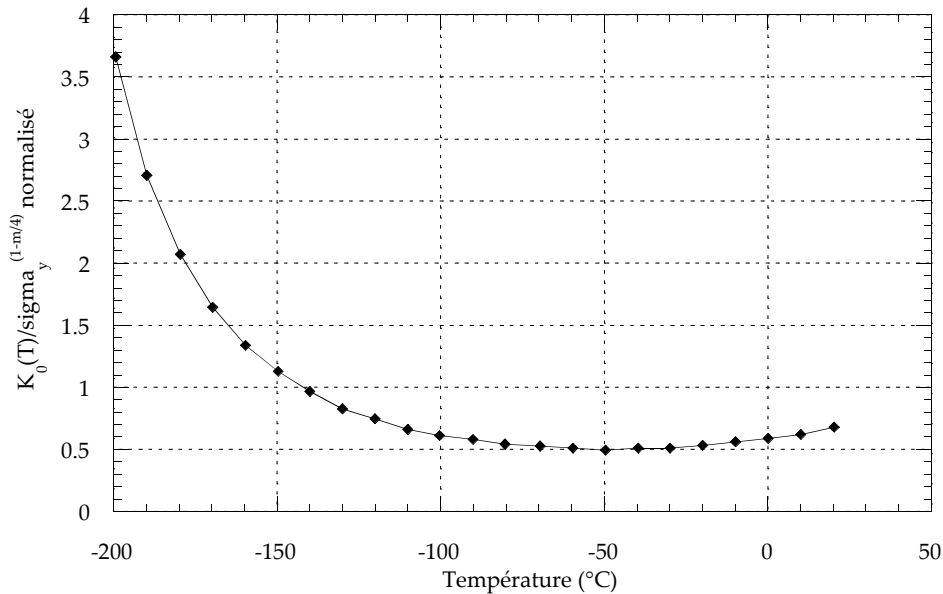


figure VI. 17 : Evolution du rapport donné par l'équation Eq. VI.22 avec la température.

1.4 Discussion

Le modèle statistique de Beremin permet de décrire l'évolution de la ténacité dans une large gamme de température, et pour différentes microstructures. En particulier, il rend compte de la dispersion expérimentalement observée, liée à la taille du volume sollicité, donc à la géométrie des éprouvettes. Cette dispersion, décrite par le paramètre m , est ajustée à partir d'essais sur éprouvettes axisymétriques entaillées. Théoriquement, elle est reliée à la distribution de taille de défauts⁵, sur lesquels s'amorce la rupture catastrophique via l'équation $m=2\beta-2$ (cf. Chapitre I). Cette équation, appliquée aux « queues » de distributions de tailles de M-A et de tailles de paquets conduit à des valeurs de m relativement similaires et proches de 5. Ces valeurs sont bien inférieures à celles identifiées sur éprouvettes axisymétriques entaillées. Plusieurs raisons peuvent expliquer cette différence :

- La détermination des tailles de paquets en volume (« vues » effectivement par la fissure) est délicate. Si les analyses EBSD facilitent grandement la détermination de tailles 2D de paquets efficaces, elles restent difficiles à transposer en mesures tridimensionnelles. La description stéréologique exacte de structures bainitiques quasi-percolées et très imbriquées est un problème de taille : l'erreur faite sur les mesures de distributions de tailles de paquets, par rapport à la distribution théorique de défauts n'est sans doute pas négligeable. Les mêmes remarques peuvent s'appliquer aux composés M-A, de morphologies assez complexes.
- Le mécanisme physique de rupture décrit par le modèle de Beremin correspond à la rupture d'une entité microstructurale critique : carbures ou grains. Dans les microstructures de ZAC, les composés M-A et les paquets bainitiques ont un effet combiné sur la rupture par clivage : La rupture, conditionnée par l'amorçage d'une microfissure sur un composé M-A, est le plus souvent contrôlée par la propagation à travers un joint de paquet efficace. La corrélation de la dispersion à une seule distribution de défauts paraît dès lors difficile [XU89].
- Le modèle de Beremin décrit la rupture comme la propagation critique d'un défaut pré-existant à tout chargement. Dans le cas des ZAC, les données d'émission acoustique montrent que l'endommagement apparaît continûment au cours du chargement (dans la gamme de température étudiée).
- La contrainte critique de clivage σ_u est supposée indépendante de la température. Cette hypothèse est vérifiée sur une large gamme de température, sur le palier fragile. Dans le domaine de transition fragile-ductile, quand la rupture se produit en présence de fortes déformations plastiques, cette hypothèse a été mise en défaut, en particulier par les résultats d'émission acoustique. Ces observations expérimentales suggèrent que la contrainte critique de clivage est une fonction croissante de la déformation plastique et/ou de la température.

Pour tenter de relier la dispersion de ténacités aux distributions de tailles de défauts, il faut donc envisager un modèle statistique du maillon le plus faible plus complexe dans lequel composés M-A et paquets bainitiques interviennent de façon combinée pour décrire le processus de rupture en trois étapes : Amorçage de la rupture dans un composé M-A, propagation de cette micro-fissure à travers l'interface M-A/matrice et enfin propagation à travers le joint de paquet bainitique. Les étapes successives sont alors contrôlées par le franchissement des différentes barrières microstructurales. La facilité de franchissement est décrite par un critère de type Griffith faisant intervenir un paramètre de ténacité locale à l'arrêt (dépendant éventuellement de la température), la taille de l'entité microstructurale considérée et bien sûr l'état de contrainte local.

La présentation détaillée et l'application d'un tel modèle fait l'objet du paragraphe suivant.

⁵ décrite par une loi du type $\alpha.a^\beta$

2 Modèle « à deux barrières microstructurales »

2.1 Introduction

Le modèle présenté dans ce paragraphe est très largement inspiré des travaux de Martín-Meizoso et al. [MAR94]. Seules quelques modifications et simplifications ont été apportées au modèle d'origine. Ce dernier est un modèle statistique de rupture basé sur la théorie du « maillon le plus faible », développé pour décrire la rupture par clivage d'aciers bainitiques comportant des carbures isolés. Il considère deux distributions d'éléments de structure : particules isolées et grains dans la matrice, avec deux obstacles à la propagation du clivage, l'interface particule/matrice et les joints de grains. Entre deux barrières, la fissure se propage avec une probabilité égale à 1 si bien que les longueurs de fissures correspondent à la taille critique de particule c^* ou à la taille critique de paquets D^* . Le modèle permet de prédire la contrainte critique de clivage ainsi que le facteur d'intensité critique des contraintes en fonction de la température.

Les paragraphes suivants présentent successivement les équations du modèle (§2.2), l'identification des paramètres (§2.3) et l'application à la prévision des courbes de transition de ténacité (§2.4).

2.2 Développement du modèle

2.2.1 Equations générales du modèle

D'après l'hypothèse du maillon le plus faible, la « zone active » V de l'éprouvette (la zone plastique) peut être divisée en un certain nombre de volumes élémentaires, δV , de telle sorte que la rupture de l'un d'eux provoque la rupture de l'ensemble de l'éprouvette. Chaque volume élémentaire est caractérisé par son état de contrainte, $\sigma_{ij}(K)$, où K représente le chargement global, et sa déformation plastique $\varepsilon_p(K)$. On note N_v^m le nombre de germes potentiels de rupture de type m^6 par unité de volume et F_m la densité de probabilité de rupture du germe m sous l'état de contrainte $\sigma_{ij}(K)$ dans la zone active. La probabilité de rupture de l'éprouvette s'écrit :

$$P_R(K) = 1 - \exp \left[- \int_{ZP} \sum_m N_v^m \times F_m(\sigma_{ij}(K), \varepsilon_p(K)) \times dV \right] \quad \text{Eq. VI. 23}$$

Dans le cas des ZAC, le processus de rupture consiste en 3 étapes successives (figure VI. 18) :

1. Amorçage de la rupture dans un composé M-A, décrit par sa probabilité p
2. Propagation de cette micro-fissure à travers l'interface M-A/matrice quand $c > c^*$.
3. Propagation à travers le joint de paquet bainitique quand $D > D^*$.

Le caractère critique de l'une ou l'autre des étapes dépend des tailles relatives des composés M-A et des paquets, mais aussi des capacités relatives des interfaces à arrêter les fissures (figure VI. 18).

La probabilité de rupture s'écrit :

$$P_R = 1 - \exp \left\{ - \int_{ZP} \left[N_v^g \times F_g(c^* \leq c \leq D^*) + N_v^c \times F_c(c \geq D^*) \right] dV \right\} \quad \text{Eq. VI. 24}$$

⁶ Les fonctions se rapportant aux composés M-A et aux paquets bainitiques sont marquées d'un indice « c » et « g » respectivement.

où
$$F_g(c^* \leq c \leq D^*) = \int_{D^*}^{\infty} \left\{ 1 - \exp \left[-N_v^c \frac{\pi D^3}{6} \times F_c(c^* \leq c \leq D^*) \right] \right\} \cdot f_g(D) \cdot dD \quad \text{Eq. VI. 25}$$

et
$$F_c(c^* \leq c \leq D^*) = \int_{c^*}^{D^*} p \cdot f_c(c) \cdot dc \quad \text{Eq. VI. 26}$$

- f_g et f_c sont les fonctions de distribution de taille de paquets « efficaces » et de composés M-A, p la probabilité de rupture d'un composé M-A, a priori fonction de sa taille c , et du chargement local.
- $F_c(c^* \leq c \leq D^*)$ et $F_c(c \geq D^*)$ sont respectivement les densités de probabilité de rupture d'un composé M-A de taille c comprise entre c^* et D^* et supérieure à D^* respectivement. Ce second terme peut en général être négligé.
- La probabilité de rupture d'un paquet est conditionnée par la rupture d'un composé M-A à l'intérieur de ce paquet de taille D : $N_v^c \cdot \pi D^3 / 6 \times F_c(c^* \leq c \leq D^*)$.

Cette rupture se produit pour tous les grains de tailles supérieures à la taille critique D^* . L'intégrale se fait donc de D^* à l'infini (Eq. VI.25).

- La rupture totale correspond à la propagation d'une fissure à travers le joint de paquet bainitique (lorsque $D > D^*$) :

$$P_R = 1 - \exp \left\{ - \int_{ZP} [N_v^c \times F_g(c^* \leq c \leq D^*)] dV \right\},$$

ou à la propagation d'une fissure dans un composé M-A qui serait plus gros que la taille critique du paquet bainitique (cas pratiquement improbable) :

$$P_R = 1 - \exp \left\{ - \int_{ZP} [N_v^c \times F_c(c \geq D^*)] dV \right\}.$$

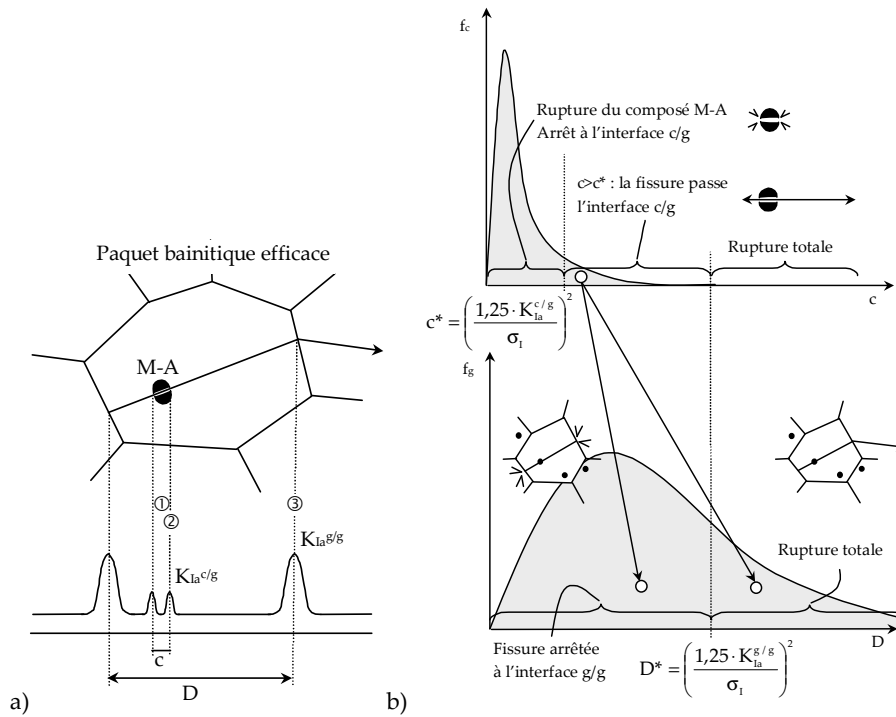


figure VI. 18 : a) Description schématique des mécanismes élémentaires de rupture des ZAC. b) Rôle des distributions de tailles des composés M-A et des paquets efficaces sur la rupture fragile. D'après [MAR94].

2.2.2 Probabilité p d'amorçage de la rupture dans le composé M-A

Dans les microstructures de ZAC, l'amorçage est lié à la rupture des composés M-A. A plus haute température, il peut également être issu de la cavitation à l'interface M-A/matrice. D'après les observations et l'approche micro-mécanique présentée au chapitre V, le critère d'amorçage est, a priori, une fonction de l'état de contrainte et de déformation dans la matrice environnante, de la taille et de la forme des particules, i.e. :

$$p = p(\sigma_{ij}, \epsilon_p, c, \text{rapport d'allongement}) \quad \text{Eq. VI. 27}$$

p doit être une fonction croissante de ces différentes variables, chargement et taille en particulier. Son expression exacte n'est cependant pas connue. Martin-Meizoso et al. suggèrent par exemple une proportionnalité directe entre p et la taille des carbures, qui rend compte de l'interaction des particules avec les bandes de glissement. Cette expression, valable pour de très fines particules, ne prédit pas de dépendance de p avec la contrainte appliquée.

Pour inclure à la fois l'effet de taille et de chargement, Wallin a proposé de décrire la rupture des particules par une théorie du maillon le plus faible [WAL87] : L'amorçage est décrit par un critère de contrainte critique dans la particule, contrainte induite par la contrainte d'écoulement macroscopique via un modèle de chargement de fibre. Le volume de la particule intervient dans l'équation de Weibull. Ce type d'approche, sans doute adapté aux composés M-A, est cependant difficile à mettre en œuvre, d'une part par la complexité de l'expression de p qu'elle engendre (et qu'il faut ensuite intégrer plusieurs fois) et d'autre part par l'absence de moyen fiable d'identification des paramètres m et σ_u relatifs aux composés M-A.

Dans ce contexte et en première approximation, on adopte un critère de rupture déterministe basé sur l'existence d'une contrainte critique d'amorçage :

- Si $\sigma_{M-A} \geq \sigma_c$, $p(\sigma) = 1$
- Si $\sigma_{M-A} < \sigma_c$, $p(\sigma) = 0$

La contrainte dans le M-A est donnée par l'approche micro-mécanique et le modèle de Beremin (cf. Chapitre V) :

$$\sigma_{22}^{M-A} = \Sigma_{22} + 1,8 \cdot (\Sigma_{eq} - \sigma_y) \quad \text{Eq. VI. 28}$$

La contrainte critique σ_c , de l'ordre de 2200MPa, est un paramètre à identifier.

2.2.3 Définition des tailles critiques c^* et D^* vis-à-vis de la propagation

Les tailles critiques c^* et D^* vis-à-vis de la propagation sont définies à partir de l'équation de Griffith. Elles dépendent donc du chargement. La taille minimale de fissure susceptible de se propager sous l'influence de la contrainte normale d'ouverture σ_I s'écrit :

$$D^* = \frac{\pi \cdot E \cdot \gamma^g / g(T)}{(1 - \nu^2) \cdot \sigma_I^2} = \left(\frac{\beta \cdot K_{Ia}^g / g(T)}{\sigma_I} \right)^2 \quad \text{Eq. VI. 29}$$

$$c^* = \frac{\pi \cdot E \cdot \gamma^c / g}{(1 - \nu^2) \cdot \sigma_I^2} = \left(\frac{\beta \cdot K_{Ia}^c / g}{\sigma_I} \right)^2 \quad \text{Eq. VI. 30}$$

où β est un facteur de forme et vaut 1,25 dans le cas d'une fissure sou (« penny-shape »). La contrainte σ_I est calculée en chaque point de Gauss de la structure, donc à l'échelle mésoscopique.

Les résistances des différentes barrières B sont mesurées par les ténacités locales à l'arrêt K_{Ia}^B ou par les énergies de surface effectives γ^B . Pour la plupart des auteurs, la ténacité locale à l'arrêt de la barrière M-A/matrice, K_{Ia}^c / g , peut être considérée comme indépendante de la température [LIN87, LIN97, ROD98].

Dans le cas des joints de grains en revanche, la plasticité est souvent considérée comme un moyen de relaxer les contraintes locales en pointe de fissure (cf. Chapitre I). En ce sens, la plasticité peut avoir un effet bénéfique « d'écran » en élevant le niveau de résistance à la propagation du joint de paquet. L'érouissage des fissures arrêtées aux joints de paquets est d'autant plus intense que la limite d'élasticité est basse, donc que la température est élevée. D'après Vasilev [VAS97], cette évolution est de la forme :

$$\gamma^{g/g} = \frac{A}{\sigma_y^2(T)} \text{ ou } K_{Ia}^{g/g} = \frac{A'}{\sigma_y(T)} = \frac{B}{T_{(K)}^b} \quad \text{Eq. VI. 31}$$

où $b \approx 0,4$ est identifié à partir de l'évolution de σ_y avec la température.

Par ailleurs, il est probable que la résistance des joints de paquets bainitiques décorés de composés M-A (ICCGHAZ-100s) est inférieure à celle des joints de paquets « vierges » (CGHAZ).

Il y a donc quatre paramètres à identifier dans le modèle : σ_c (Amorçage de la rupture sur les composés M-A), $K_{Ia}^{g/g}$ (Propagation M-A → paquet), B_{CGHAZ} et $B_{ICCGHAZ}$ (Propagation paquet/paquet).

2.2.4 Fonctions de distributions de tailles

f_g et f_c sont les fonctions de distribution de tailles de paquets « efficaces » mesurées par EBSD et de composés M-A mesurées par analyse d'images. Des lois de distribution log-normales ont été retenues pour décrire ces distributions de tailles.

La densité de probabilité f_g ou f_c est une fonction à deux paramètres, m et s , et s'écrit :

$$f(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi} \cdot s} \cdot \frac{1}{x} \cdot \exp\left[-\frac{1}{2} \cdot \left(\frac{\ln(x) - m}{s}\right)^2\right] \quad \text{Eq. VI. 32}$$

Les paramètres m (moyenne) et s (variance) sont déterminés comme la moyenne et l'écart-type des distributions logarithmiques expérimentales (tableau VI. 4).

La mesure de tailles de paquets « efficaces » par EBSD revêt ici toute son importance. Elle permet en effet de définir un seul type de joint de paquet : joint de forte désorientation, et justifie du même coup la définition d'une ténacité locale $K_{Ia}^{g/g}$ constante pour le type de désorientation considéré. Ceci est réaliste dans la mesure où tous les joints de forte désorientation arrêtent les fissures et tous les joints de faible désorientation laissent passer les fissures.

		m (ln(μm))	m (μm)	s
CGHAZ-100s	M-A	-1.1418	0,32	1.056
	Paquets	1.71	5,5	1.075
	Grains gamma	3.761	43	0.495
ICCGHAZ-100s	M-A	-0.415	0,66	0.9173
	Paquets	1.71	5,5	1.075
	Grains gamma	3.761	43	0.495
CGHAZ-500s	M-A	-0.04	0,96	0.9
	Paquets	2.18	8,84	1.104
	Grains gamma	4.166	64	0.56

tableau VI. 4 : Paramètres m et s des lois de distributions log-normales des tailles de composés M-A, paquets efficaces et, à titre indicatif, des tailles d'anciens grains austénitiques.

		N_V^c (1/mm ³)	N_A^c (1/mm ²)	\bar{Z} (1/mm)	N_V^g (1/mm ³)
A	CGHAZ-100s	2.27.10 ⁹	0.579.10 ⁶	6.146.10 ³	210472
B	ICCGHAZ-100s	0.382.10 ⁹	0.1998.10 ⁶	3.007.10 ³	210472
C	CGHAZ-500s	0.17147.10 ⁹	0.0962.10 ⁶	2.852.10 ³	42360

tableau VI. 5 : Densités volumiques de paquets et de composés M-A.

Microstructure	Géométrie et température	ϵ_{moy}^{exp} (%)
CGHAZ-100s	AE2 à -160°C	5,17
	AE4 à -170°C	6,19
	AE4 à -120°C (-115°C)	26,7
ICCGHAZ-100s	AE2 à -90°C	8,68
	AE4 à -135°C	6,94
	AE4 à -160°C	5,08
	AE4 à -90°C	25,2
CGHAZ-500s	AE2 à -120°C	6,53
	AE4 à -140°C	6,42

tableau VI. 6 : Valeurs moyennes des déformations à rupture mesurées à différentes températures et pour différentes géométries d'éprouvettes axisymétriques entaillées.

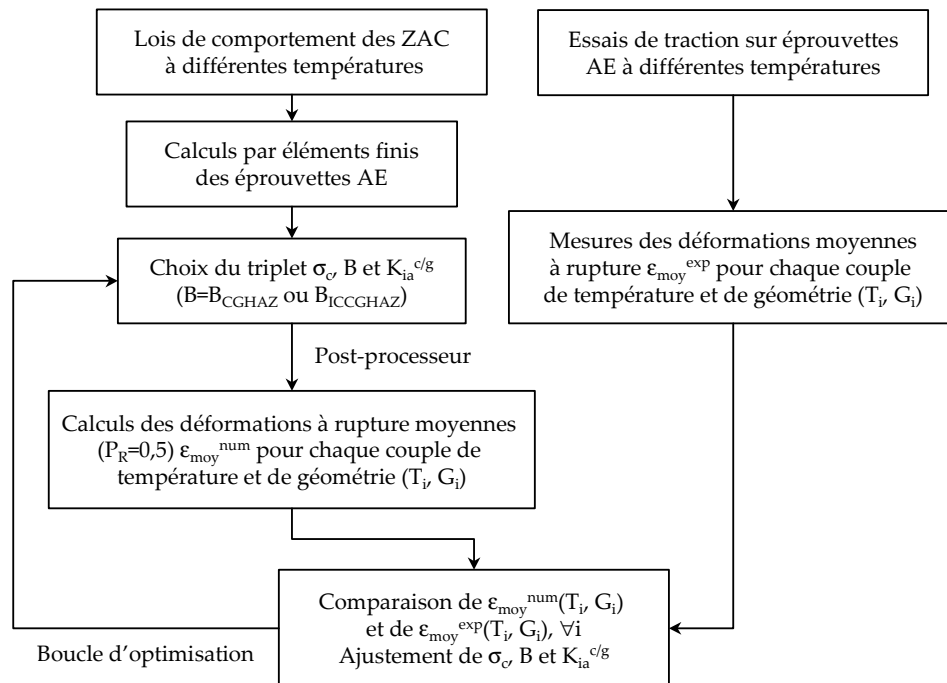


figure VI. 19 : Procédure itérative d'identification des paramètres du modèle à double barrière.

2.2.5 Définition des densités volumiques de paquets N_v^g et de composés M-A, N_v^c

N_v^m représente le nombre de germes potentiels de rupture de type m par unité de volume.

Dans le cas des grains, cette densité volumique s'écrit comme l'inverse du volume moyen d'un paquet :

$$N_v^g = \frac{1}{\bar{v}_D} \text{ où } \bar{v}_D = \int_0^{\infty} \frac{\pi}{6} D^3 \cdot f_g(D) \cdot dD = \frac{\pi}{6} \cdot \exp\left(\frac{9}{2} s_g^2 + 3m_g\right) \quad \text{Eq. VI. 33}$$

Pour le calcul de N_v^c , le traitement est différent et consiste à relier les mesures bidimensionnelles (fraction surfacique, taille...) à la densité volumique de composés. Dans le cas de particules ellipsoïdes et homothétiques (Formule de Fullman),

$$N_v = \frac{2}{\pi} \bar{Z} \cdot N_A \quad \text{Eq. VI. 34}$$

où N_v est le nombre de particules par unité de volume

$$\bar{Z} \text{ est la moyenne de } Z=1/c. \quad \bar{Z} = \int_0^{\infty} \frac{1}{c} \cdot f_c(c) \cdot dc = \exp\left(\frac{1}{2} s_c^2 - m_c\right)$$

N_A est le nombre de particules interceptées par unité de surface.

2.2.6 Résolution numérique des équations

L'utilisation de lois de distributions log-normales permet la résolution analytique des intégrales $F_c(c^* \leq c \leq D^*)$ et $F_c(c \geq D^*)$:

$$\text{Evaluation de } F_c(c^* \leq c \leq D^*) = \int_{c^*}^{D^*} p(c) \cdot f_c(c) \cdot dc :$$

- Si $\sigma_{M-A} \geq \sigma_c$, $p(\sigma)=1$ et

$$F_c(c^* \leq c \leq D^*) = \int_{c^*}^{D^*} f_c(c) \cdot dc = \frac{1}{2} \operatorname{erf}\left(\frac{\sqrt{2}}{2} \cdot \frac{\ln(D^*) - m_c}{s_c}\right) - \frac{1}{2} \operatorname{erf}\left(\frac{\sqrt{2}}{2} \cdot \frac{\ln(c^*) - m_c}{s_c}\right)$$

- Si $\sigma_{M-A} < \sigma_c$, $p(\sigma)=0$ et $F_c(c^* \leq c \leq D^*) = 0$

Evaluation de $F_c(c \geq D^*)$:

- Si $\sigma_{M-A} \geq \sigma_c$, $p(c)=1$ et $F_c(c \geq D^*) = \int_{D^*}^{\infty} f_c(c) \cdot dc = \frac{1}{2} + \frac{1}{2} \cdot \operatorname{erf}\left(\frac{\sqrt{2}}{2} \cdot \frac{-\ln(D^*) + m_c}{s_c}\right)$

- Si $\sigma_{M-A} < \sigma_c$, $p(\sigma)=0$, $F_c(c \geq D^*) = 0$

L'évaluation de $F_g(c^* \leq c \leq D^*)$ se fait par une méthode numérique d'intégration de type Runge-Kutta.

2.3 Identification des paramètres sur géométries entaillées

Les 4 paramètres du modèle, σ_c , B_{CGHAZ} , $B_{ICCGHAZ}$ et $K_{Ia}^{c/g}$, sont identifiés à partir d'essais sur éprouvettes axisymétriques entaillées. La dispersion statistique, directement issue des distributions de tailles, est une entrée du modèle. A priori, elle ne nécessite donc pas d'identification particulière.

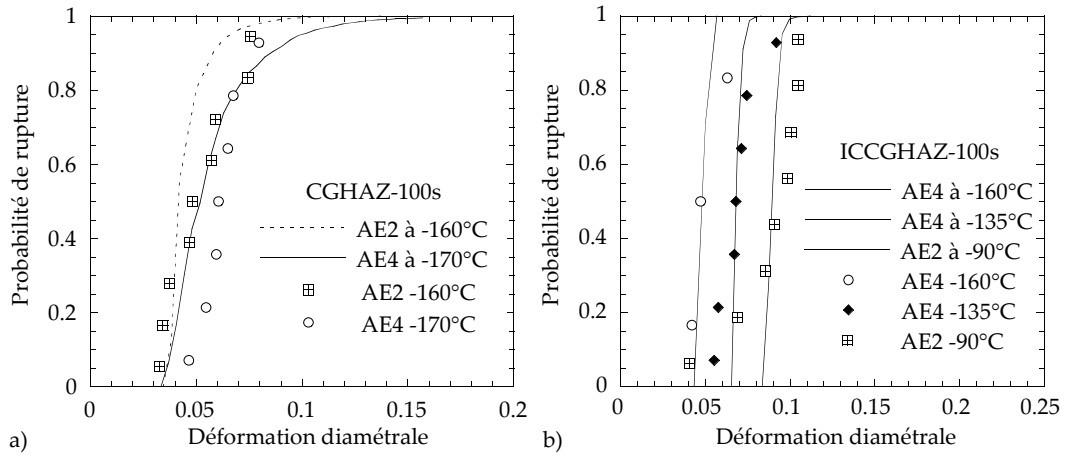


figure VI. 20 : Résultats de l'ajustement sur éprouvettes AE : a) CGHAZ-100s, b) ICCGHAZ-100s. Bien que les ajustements aient été réalisés uniquement sur les déformations moyennes à rupture, tous les points expérimentaux sont tracés sur ces diagrammes.

	Résultats de la présente étude	Données bibliographiques		
		Valeurs	N.B. :	Références
σ_c (MPa)	2112			
$K_{Ia}^{g/g}$ (MPa.m ^{1/2})	7,8	3,0 2,5 1,8	Carbures Carbures ronds TiN	[MAR94] d'après [HAH84] [ROD98]
$K_{Ia}^{g/g}$ (CGHAZ) (MPa.m ^{1/2})	28 (-160°C)	5,0	Paquets bainitiques	[BRO77]
$K_{Ia}^{g/g}$ (ICCGHAZ) (MPa.m ^{1/2})	18 (-135°C)	7,0 (-196°C) 7,5 4,8 (-196°C) 15,2 (-50°C)	Paquets bainitiques Grains ferritiques Paquets bainitiques Paquets bainitiques	[MAR94] d'après [HAH84] [ROD98] [ROD98]

tableau VI. 7 : Paramètres du modèle « à double barrière » identifiés sur éprouvettes axisymétriques entaillées et données issues de la bibliographie.

Par ailleurs, le nombre relativement restreint d'essais par géométrie et par température ne permet pas de déterminer avec précision une probabilité de rupture expérimentale, comme c'était le cas pour le modèle de Beremin⁷. Les paramètres σ_c , B_{CGHAZ} , $B_{ICCGHAZ}$ et $K_{Ia}^{c/g}$ sont donc ajustés sur les valeurs moyennes des déformations à rupture de chaque type d'essai (Un type définissant un triplet température, géométrie, microstructure) (tableau VI. 6). La procédure d'ajustement des paramètres est décrite schématiquement à la figure VI. 19.

Les résultats des ajustements pour les ZAC ICCGHAZ-100s et CGAZ-100s sont présentés à la figure VI. 20. Si les paramètres identifiés sur ICCGHAZ-100s sont transférables à la ZAC CGHAZ-100s (à l'exception de B bien sûr), aucune identification globale ne permet d'ajuster de manière satisfaisante les déformations moyennes à rupture de la ZAC CGHAZ-500s. A ce stade, cela signifie que les distributions de tailles de défauts (et les lois de comportement) ne permettent pas, à elles seules, de rendre compte des différences observées entre CGHAZ-100s et CGHAZ-500s, et/ou, que le critère déterministe d'amorçage est trop simpliste. Il est en effet très probable que la contrainte critique de rupture des composés M-A, σ_c , diffère selon les microstructures, en particulier selon la taille des composés, ce qui expliquerait les difficultés d'identification d'une contrainte critique unique. Manquant de données précises sur ce dernier point, la ZAC CGHAZ-500s a été écartée de l'étude.

Les valeurs optimisées des différents paramètres, précisées au tableau VI. 7, sont supérieures à celles couramment reportées dans la littérature car :

- La ténacité locale des joints de paquets correspond ici à la résistance des joints de fortes désorientations uniquement. Elle est naturellement plus élevée que la ténacité identifiée sur une distribution de tailles de paquets « morphologiques », comme c'est couramment le cas dans la littérature.
- Les ténacités locales à l'arrêt sont le plus souvent mesurées à partir d'essais à -196°C . Ces mesures correspondent donc aux bornes inférieures des ténacités locales réelles à différentes températures.

2.4 Prévisions des courbes de transition de ténacité

Le modèle a été appliqué pour prédire les facteurs d'intensité critiques de contraintes sur géométrie fissurée KF20. Les probabilités de rupture à 10, 50 et 90% sont calculées en post-traitement des calculs par éléments finis présentés au paragraphe 1.3.2. A chaque probabilité de rupture P_R correspond une valeur du facteur d'intensité de contraintes, calculée en suivant la norme ASTM E813-89. La probabilité P_a d'amorçage d'une fissure qui sera ensuite arrêtée aux joints de paquets bainitiques, et le nombre total N_a de fissures arrêtées sont également calculés en post-traitement :

$$P_a = 1 - \exp \left\{ - \int_{ZP} [N_v^g \times F_a(c^* \leq c \leq D^*)] dV \right\} \quad \text{Eq. VI. 35}$$

$$F_a(c^* \leq c \leq D^*) = \int_0^{D^*} \left\{ 1 - \exp \left[- N_v^c \frac{\pi D^3}{6} \times F_c(c^* \leq c \leq D^*) \right] \right\} \cdot f_g(D) \cdot dD \quad \text{Eq. VI. 36}$$

$$N_a = \int_{ZP} [N_v^g \times F_a(c^* \leq c \leq D^*)] dV \quad \text{Eq. VI. 37}$$

Dans un premier temps, le modèle a été appliqué sans prise en compte de l'effet de la plasticité sur le niveau des barrières des joints de paquets, i.e. pour des valeurs de $K_{Ia}^{g/g}$ (CGHAZ ou ICCGHAZ) indépendantes de la température et correspondant respectivement à $K_{Ia}^{g/g}(-160^\circ\text{C})$ et $K_{Ia}^{g/g}(-135^\circ\text{C})$. Les courbes de transition de ténacité des deux ZAC et les prévisions du modèle sont présentées à la figure VI. 21.

⁷ Dans le modèle de Beremin, le paramètre σ_w , transférable d'une géométrie à une autre et d'une température à une autre, permet d'identifier les paramètres sur l'ensemble des essais « regroupés ».

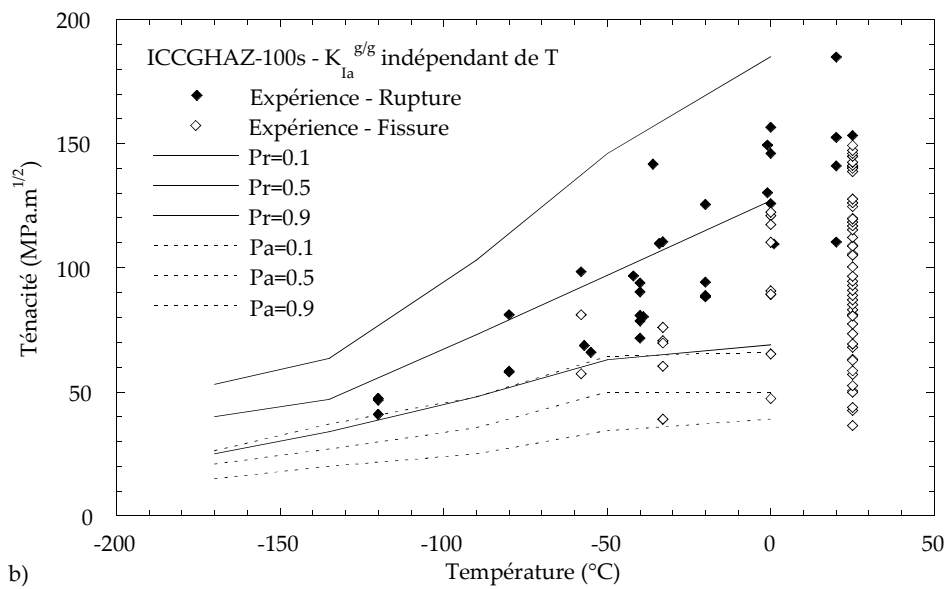
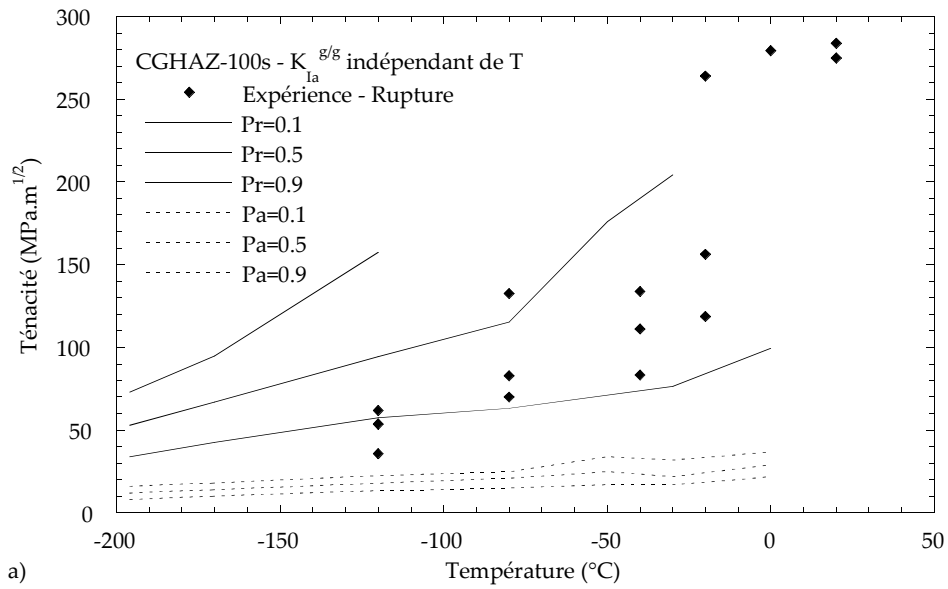


figure VI. 21 : Prévisions de ténacité à 10%, 50% et 90% de probabilité de rupture : a) CGHAZ-100s, b) ICCGAZ-100s. Les symboles pleins représentent les ténacités à rupture expérimentales, les symboles évidés marquent l'apparition de fissures arrêtées et détectées par émission acoustique.

L'amorçage de la rupture sur les composés M-A de la ZAC CGHAZ-100s est trop précoce (lignes pointillées sur la figure VI. 21a) : La contrainte critique de clivage des composés M-A, σ_c , identifiée sur les deux ZAC est trop faible pour cette ZAC à « petits » îlots M-A. Pour compenser cette sous-évaluation de σ_c , l'optimisation des paramètres sur éprouvettes AE conduit à l'ajustement d'une barrière $K_{Ia}^{g/g}$ un peu trop élevée : il en résulte des prévisions légèrement trop tenaces sur éprouvettes fissurées (figure VI. 21a) : le modèle prévoit que 10% des ruptures sont ductiles à -80°C , 50% à -20°C et 100% à 20°C (points non tracés). La tendance générale est néanmoins bien retracée.

Les valeurs moyennes de ténacités de la ZAC ICCGHAZ-100s sont bien prédites par le modèle (figure VI. 21b). Par ailleurs, les distributions de tailles de défauts permettent de bien reproduire les dispersions expérimentales de ténacités.

La prévision basse d'amorçage de fissures arrêtées ($P_a=10\%$) correspond à l'apparition de fissures arrêtées et détectées par émission acoustique. En ce sens, le modèle à double barrière est également satisfaisant. Sur la gamme de température étudiée, le nombre de fissures arrêtées dans la structure est relativement constant, de l'ordre de 14.

Pour rendre compte des résultats expérimentaux obtenus par émission acoustique, et en particulier l'augmentation du nombre de fissures arrêtées avec la température, d'autres post-traitements ont été réalisés avec une résistance à la propagation, $K_{Ia}^{g/g}$, croissante avec la température (Eq. VI. 31). Les évolutions de la ténacité et de N_a avec la température sont tracées à la figure VI. 22. L'augmentation de la ténacité moyenne avec la température est trop importante.

Cela suggère que l'évolution de $K_{Ia}^{g/g}$ en $1/\sigma_y$ donnée par l'équation Eq. VI.31 n'est pas la plus appropriée⁸. Des travaux complémentaires seraient ici nécessaires pour mieux rendre compte de l'effet de plasticité sur la propagation de fissures de clivage. Ce type d'approche prédit néanmoins l'augmentation du nombre de fissures arrêtées avec la température : 1 à -170°C , 16 à 0°C , et l'ordre de grandeur des résultats expérimentaux est également bien estimé. Ces fissures apparaissent légèrement en avant de la fissure de fatigue, ce qui est en accord avec les observations fractographiques.

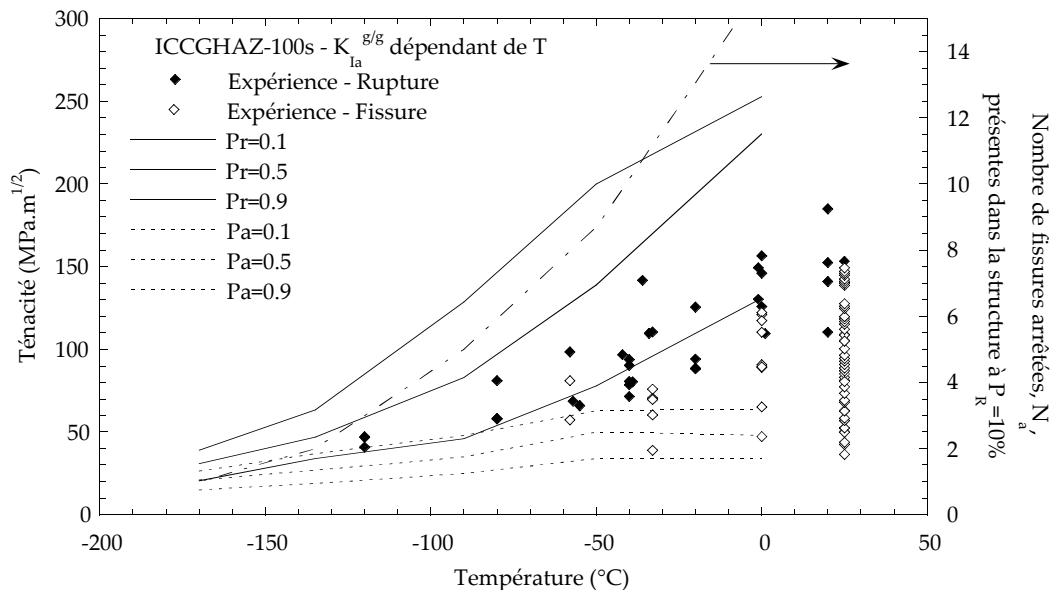


figure VI. 22 : Prévisions de ténacité à 10%, 50% et 90% de probabilité de rupture pour la ZAC ICCGHAZ-100s. Les symboles pleins représentent les ténacités à rupture expérimentales, les symboles évidés marquent l'apparition de fissures arrêtées et détectées par émission acoustique. L'évolution du nombre de fissures arrêtées, N_a , avec la température est également représentée.

⁸ La description de l'éroussement d'une fissure arrêtée sur des joints de grains décorés de phases dures martensitiques est sans doute plus complexe.

3 Conclusions

Les deux modèles d'approche locale utilisés pour décrire la rupture par clivage permettent de rendre compte :

- des différences de lois de comportement entre matériaux. Lors d'essais à déplacement imposé, le critère de rupture, basé sur l'existence d'une contrainte critique de clivage, sera atteint d'autant plus tôt que le matériau est « dur ».
- de l'effet bénéfique d'une élévation de température, pour les raisons énoncées ci-dessus.
- de l'effet de géométrie, dans la mesure où le calcul de la probabilité de rupture intègre le chargement « local » en chaque point de Gauss de la structure.
- de l'effet de volume sollicité en relation avec la dispersion des défauts, et par conséquent, de la dispersion expérimentale des phénomènes de rupture fragile.

Sur ce dernier point, la formulation diffère selon les approches : Dans le modèle de Beremin, la dispersion, décrite par le paramètre m , est ajustée à partir d'essais sur éprouvettes axisymétriques entaillées. Si elle est théoriquement reliée à la distribution de taille de défauts sur lesquels s'amorce la rupture catastrophique, elle est dans la pratique difficile à déterminer de cette manière. Dans le modèle « à double barrière », les critères de rupture sont déterministes et la dispersion est uniquement issue des distributions expérimentales de tailles de défauts. Cette caractéristique très intéressante permet d'envisager des études paramétriques de microstructures hypothétiques. Si les formulations diffèrent, il en ressort néanmoins le même type de prévisions : Lorsque la dispersion des micro-défauts est faible, l'effet de volume est limité. Au contraire, lorsque les micro-défauts sont très dispersés, l'influence du volume V sollicité par rapport au niveau de contrainte σ devient prépondérante ; les effets d'échelle sont d'autant plus caractéristiques. Suivant cette théorie, la dispersion expérimentale sur éprouvettes fissurées est plus grande que sur éprouvettes entaillées, ce qui est observé effectivement.

Dans le modèle de Beremin, une déformation plastique non nulle est nécessaire à toute instabilité potentielle. Dans le modèle à double barrière, une condition de contrainte critique d'amorçage (σ_c) vient s'ajouter à cette première condition. La rupture est conditionnée par l'amorçage de micro-fissures, qui, dans le modèle de Beremin, sont supposées préexistantes. C'est sans doute l'une des distinctions majeures entre les deux modèles. La deuxième réside bien sûr dans la prise en compte d'une ou deux barrières microstructurales à la propagation.

Le modèle « à double barrière » permet de comprendre et de décrire un certain nombre de phénomènes physiques de la rupture par clivage de microstructures complexes. Son application à la prévision de la ténacité en ZAC est encore délicate. Pour le rendre plus robuste, il s'agit :

- d'une part, d'améliorer la description du critère d'amorçage, en prenant en compte notamment la taille des composés M-A,
- d'autre part, de mieux décrire l'effet de la température sur le comportement en propagation d'une fissure de clivage, et d'estimer l'évolution de la barrière du joint de paquet avec la limite d'élasticité.

Conclusions et perspectives

Conclusions

La fragilité reconnue des Zones Affectées par la Chaleur en soudage d'aciers TMCP est l'une des propriétés les plus pénalisantes pour l'application de ces nouveaux aciers en environnement sévère. La compréhension des mécanismes de rupture par clivage de ces zones constitue donc une étape préliminaire nécessaire à l'amélioration des performances des aciers.

Les points abordés dans cette étude s'insèrent dans une démarche générale qui vise à relier les microstructures de ZAC et leurs propriétés à rupture en décrivant les mécanismes physiques du clivage.

Pour cela, trois microstructures de ZAC ont été finement étudiées (MO, MEB, MET, diffraction des rayons X et EBSD). Le métal de base utilisé est un acier de construction E450 TMCP microallié, à faible teneur en carbone (0,07 %). Les matériaux sont obtenus après des traitements thermiques caractéristiques de deux zones à gros grains (CGHAZ : $T_{p1}=1250^{\circ}\text{C}$, $\Delta t^{700^{\circ}\text{C}/300^{\circ}\text{C}}=100\text{s}$ ou 500s) et d'une zone à gros grains réchauffée dans le domaine intercritique (ICCGHAZ : $T_{p1}=1250^{\circ}\text{C} + T_{p2}=775^{\circ}\text{C}$, $\Delta t^{700^{\circ}\text{C}/300^{\circ}\text{C}}=100\text{s}$). La technique de simulation Gleeble permet de se rapprocher assez fidèlement des microstructures sur ZAC réelles.

Les courbes de transition (résilience, ténacité et déformation à rupture sur éprouvettes AE) confirment le caractère fragilisant des traitements thermiques de soudage, surtout lorsque ces derniers comportent un réchauffage dans le domaine intercritique ou un refroidissement lent. Les propriétés de ténacité des ZAC sont en effet fortement influencées par des paramètres métallurgiques tels que les composés de seconde phase Martensite-Austénite (M-A) apparus au réchauffage intercritique, et la taille de grain « efficace » influencée par la vitesse de refroidissement.

Transformation bainitique et formation des composés M-A au cours des cycles de soudage

On s'est intéressé aux mécanismes de la transformation bainitique et de la formation des composés M-A lors de cycles thermiques de soudage qui conditionnent en retour les propriétés en clivage de ces microstructures.

La microstructure de la bainite est déterminée par le premier cycle de soudage : la bainite correspondant au refroidissement le plus lent est nettement plus grossière (taille de lattes, taille de paquets) que celle produite lors du refroidissement le plus rapide.

Les « grains cristallographiques » observés en EBSD ne correspondent pas aux « grains morphologiques » observés sur des micrographies après attaque. Du point de vue de la rupture par clivage, cela signifie que les tailles de grains « efficaces » (i.e. celles qui induisent effectivement des

déviations de fissures) doivent, en toute rigueur, être mesurées par EBSD et non par analyse d'images après attaque, comme c'est couramment le cas.

Les relations d'orientation entre l'austénite mère et la bainite sont situées dans la « région de Bain » classique. Comme la martensite en lattes, les plans d'habitat de la bainite des ZAC sont proches de $\{557\}_\gamma$ et de $\{223\}_\gamma$ et significativement désorientés par rapport à $\{111\}_\gamma$.

Le choix de variants lors de la germination de la bainite n'est pas aléatoire. La disposition d'ensemble des grains et de leurs orientations relatives qui déterminent les propriétés mécaniques de ces microstructures est fixée par les mécanismes de germination et de croissance de la bainite. Des traitements thermiques interrompus par trempes au refroidissement semblent mettre en évidence des phénomènes auto-accommodants expliquant la germination de variants particuliers au voisinage les uns des autres.

Parallèlement à ces résultats expérimentaux, une approche phénoménologique de la cristallographie des transformations martensitiques (PTMC) est appliquée aux microstructures bainitiques et permet de préciser le rôle de l'auto-accommodation des contraintes mécaniques à longue portée dans les mécanismes de formation de ces différentes microstructures.

La formation des composés M-A au cours d'un cycle de soudage intercritique a été modélisée en tenant compte des aspects thermodynamiques, avec ou sans partition des éléments en substitution. Un calcul de diffusion et de croissance de phases dans un alliage Fe-C-Mn a permis de rendre compte de la cinétique de formation de l'austénite. Celle-ci, uniquement limitée par la diffusion du carbone, est fortement influencée par l'existence de gradients de concentration en carbone dans l'austénite. En fin de refroidissement, l'îlot ainsi formé se transforme partiellement en martensite, dans les zones les moins riches en carbone, i.e. au cœur de la particule.

Cette configuration caractéristique où l'austénite est distribuée à la périphérie alors que la martensite occupe le centre peut s'expliquer par des mécanismes de stabilisation chimique et/ou mécanique et a été vérifiée expérimentalement.

Stabilité thermique et mécanique de l'austénite résiduelle.

Effet sur les propriétés à rupture

L'austénite résiduelle présente dans les ZAC est métastable à température ambiante et peut être déstabilisée thermiquement et mécaniquement. Des mesures de diffraction des neutrons ont permis de montrer que 20% de l'austénite initialement présente se déstabilise après un refroidissement à -200°C . Une déformation plastique de 5% suffit, quant à elle, pour transformer la majorité des îlots d'austénite.

Les mécanismes d'une telle transformation ont été étudiés à l'aide d'un système de refroidissement in situ dans un microscope électronique en transmission. Les fautes d'empilement, présentes initialement dans les composés d'austénite résiduelle, semblent influencer la stabilité thermique de l'austénite en se propageant avant la transformation martensitique.

La déstabilisation thermique partielle de l'austénite résiduelle en martensite détériore de manière significative les propriétés de résilience. Les composés de martensite fraîchement transformés sont beaucoup plus néfastes que ceux d'austénite résiduelle de même taille et de même distribution. La grande fragilité de la martensite riche en carbone nouvellement formée et/ou la diminution de l'énergie d'amorçage de la rupture par clivage à cause des contraintes induites par la transformation de phase austénite-martensite peuvent être invoquées.

Intérêt de l'émission acoustique pour l'étude des mécanismes

d'endommagement et de rupture

Les micro-mécanismes de rupture ont été étudiés en détail grâce à l'utilisation de l'émission acoustique. Cette technique, appliquée avec succès aux trois ZAC et à différentes géométries d'éprouvettes (AE0,2-50 et KF20), permet l'interruption d'essais après l'amorçage de fissures fragiles et l'analyse détaillée de l'endommagement par métallographie.

On met notamment en évidence les points suivants :

- Les composés M-A sont des sites privilégiés de l'endommagement : cavitation à l'interface M-A/matrice pour les éprouvettes faiblement entaillées et les températures élevées, rupture des composés pour les éprouvettes très entaillées, engendrant un taux de triaxialité élevé. Cet endommagement constitue l'étape d'amorçage de la rupture par clivage.
La propension particulière des composés M-A à l'amorçage est la conséquence de concentrations locales de contraintes, très bien décrites par les modèles à champs moyens et les modèles de cellules. L'application de ces modèles aux éprouvettes AE permet de bien reproduire les effets de géométrie et de température sur l'amorçage de l'endommagement observé expérimentalement.
- Excepté à très basse température, la rupture est contrôlée par la propagation d'une fissure de type « Griffith » à travers les joints de paquets bainitiques de fortes désorientations ($>45^\circ$). La rupture résulte de la succession des trois événements simples suivants : Rupture d'un composé M-A (ou micro-cavitation), propagation de cette micro-fissure à la matrice environnante grâce au franchissement de l'interface M-A/matrice, propagation de la fissure aux paquets voisins par le franchissement du joint de paquet de forte désorientation. Les conditions favorisant chacune des étapes du processus de rupture évoluent avec la température et la microstructure : rupture contrôlée par l'amorçage à basse température, rupture contrôlée par la propagation dans la majorité des cas. Ce changement peut être interprété comme une conséquence de la diminution de l'énergie de surface effective matrice-matrice à basse température.

On met ainsi en évidence un effet combiné des composés M-A et des paquets bainitiques efficaces dans le processus de rupture macroscopique. L'importance de ces effets dépend des tailles relatives des deux entités microstructurales et de leur capacité relative à arrêter la propagation de fissures.

En ce qui concerne le métal de base, de microstructure ferrito-perlitique, la rupture par clivage semble s'amorcer sur les inclusions, lorsque la déformation à rupture est faible. La propagation, qui est l'étape critique de la rupture par clivage, est contrôlée par la taille du grain ferritique. La rupture ductile suit un mécanisme classique de germination, croissance et coalescence de cavités autour des inclusions.

Modélisation de la courbe de transition de ténacité

Trois approches ont été utilisées pour la description de la ténacité en ZAC. La première, basée sur la courbe maîtresse de Wallin, a été adaptée de telle sorte que l'unique connaissance de la température de transition de résilience TK_{28J} permette de prédire l'évolution de la ténacité (et de sa dispersion) avec la température. L'accord entre ces prévisions et les points expérimentaux est particulièrement bon, ce qui en fait un modèle empirique simple, d'une grande utilité pratique.

Deux modèles d'approche locale, basés sur la théorie du maillon le plus faible, ont également été appliqués. Le modèle de Beremin permet de reproduire un certain nombre d'aspects expérimentalement observés, notamment : l'effet des lois de comportement sur le critère de rupture, l'effet bénéfique d'une élévation de température, l'effet de géométrie et enfin, l'effet de volume sollicité en relation avec la dispersion des défauts, et par conséquent, la dispersion expérimentale des phénomènes de rupture fragile. S'il permet de bien prédire les évolutions de la ténacité avec la température, le mécanisme physique de rupture décrit par le modèle de Beremin ne semble pas le mieux adapté pour comprendre la rupture par clivage des ZAC.

Un modèle statistique du maillon le plus faible plus complexe, dans lequel composés M-A et paquets bainitiques interviennent de façon combinée pour décrire le processus de rupture en trois étapes, a été appliqué. Dans ce modèle, les distributions de tailles de défauts permettent de bien reproduire les dispersions expérimentales de ténacité. Il permet également de rendre compte de l'évolution de la ténacité et de l'augmentation du nombre de fissures arrêtées avec la température, ce qui est expérimentalement observé.

Perspectives

Dans le cadre de l'étude des mécanismes de rupture par clivage des ZAC, certaines techniques expérimentales se sont avérées intéressantes et prometteuses et sont autant de voies de prolongement de ce travail :

- La première concerne l'étude de la cristallographie des structures en lattes par diffraction des électrons rétrodiffusés. Elle permet l'analyse rapide et relativement fine des textures locales, des plans d'habitat, de l'orientation de la phase mère autrefois réservée à la microscopie électronique en transmission. Elle présente également l'avantage de décrire la structure cristallographique (arrangement et morphologie) à l'échelle de plusieurs anciens grains austénitiques et constitue en ce sens un outil très adapté de caractérisation des microstructures.
- La seconde concerne l'étude des mécanismes de rupture par clivage par la technique de l'émission acoustique. La rupture fragile, parce qu'elle est « catastrophique », est difficile à appréhender. Le développement de nouveaux capteurs piézoélectriques résistant à très basse température permettrait une étude plus vaste et plus fondamentale des premiers stades de la rupture par clivage.

Basées sur ces techniques, de nouvelles études expérimentales et théoriques sont à prévoir pour tenter de trouver des voies d'amélioration de la ténacité en ZAC. Le développement d'aciers à « bainite tenace » en est une. Il nécessite une meilleure compréhension des mécanismes de germination de la bainite : germination hétérogène sur inclusions pour la ferrite aciculaire et les aciers à dispersion d'oxydes, germination aux joints de grains austénitiques pour les aciers bainitiques. Dans ce dernier cas, une question essentielle demeure : Comment expliquer la germination de variants voisins en relation de macle dans certains aciers ($2^{1/4}$ Cr, 1Mo entre autres), et de variants voisins faiblement désorientés pour d'autres (E450TMCP) ?

Au-delà de ceci, c'est toute la transition ferrite allotriomorphe → ferrite de Widmanstätten ou ferrite aciculaire → bainite supérieure → bainite inférieure → martensite qu'il reste à analyser. En particulier, la distinction entre bainite supérieure (peu tenace) et bainite inférieure revenue (très tenace) ne repose certainement pas uniquement sur des problèmes de finesse de lattes ou de répartition de carbures : le paquet, entité microstructurale fondamentale dans ces aciers, est encore à découvrir...

Le modèle statistique à double barrière de prévision de la ténacité est un modèle qualitatif de compréhension des phénomènes de rupture. Son application à la prévision de la ténacité en ZAC est encore délicate. En le rendant plus robuste, il pourrait également constituer un outil adapté d'amélioration de la ténacité en ZAC. Pratiquement, il permettrait de tester virtuellement de nouvelles microstructures et de réduire le coût de développement d'un acier bainitique, a fortiori en ZAC. Pour cela, il s'agit :

- d'une part, d'améliorer la description du critère d'amorçage sur composés M-A,
- d'autre part, de mieux décrire l'effet de la température sur le comportement en propagation d'une fissure de clivage.

Au-delà de ces études sur ZAC simulées, il s'agit, à plus long terme, de prédire la ténacité sur ZAC réelle, hétérogène par nature. La ténacité d'un joint réel est alors obtenue à partir du couplage :

- d'un modèle métallurgique de prévision de la nature et de la répartition des différentes microstructures de la ZAC en fonction des paramètres de soudage
- et d'un modèle de comportement micro-mécanique appliqué au matériau macroscopiquement hétérogène que constitue un joint soudé multi-passes.

Annexe A

Techniques expérimentales

Différentes techniques expérimentales utilisées sont décrites dans cette première annexe :

- Réactifs d'attaque métallographique et polissage électrolytique.
- Mesure d'austénite résiduelle par sigmamétrie.

1. Métallographie

De nombreux réactifs d'attaque ont été utilisés pour la caractérisation microstructurale des ZAC. Leurs compositions chimiques et leurs mises en œuvre sont décrites au tableau A. 1.

Les réactifs au Nital, Picral, Villela et Dino agissent par attaques sélectives selon les phases (pour tous) et les grains (pour Nital et Dino uniquement) (figure A. 1).

- L'attaque au Picral permet de révéler les carbures de fer.
- L'attaque Villela met en relief les composés de secondes phases : carbures et composés M-A. Au MEB-FEG opérant à très basse tension d'accélération, cette attaque permet de distinguer l'austénite résiduelle (lisse) de la martensite (rugueuse).
- Les attaques au Nital et Dino révèlent l'ensemble de la structure de l'acier et sont utiles pour l'étude de la matrice bainitique des ZAC.

Les attaques au Métabisulfite, Picrate de Sodium alcalin et Klemm agissent par colorations différentielles entre les phases ou les orientations cristallographiques des grains (spécifique à l'attaque Klemm) (figure A. 2). Contrairement à l'attaque au Picrate de Sodium alcalin, les attaques au Métabisulfite et Klemm permettent de distinguer la martensite (brune) de l'austénite résiduelle (blanche). Cette distinction dépend cependant de la durée de l'attaque (tous les composés ont tendance à brunir lors d'attaques prolongées) et de l'état d'oxydation de la surface de l'échantillon : il s'agit donc de rester prudent.

Dans tous les cas, les joints de grains austénitiques sont difficilement identifiables, surtout quand ils ne sont pas décorés de secondes phases (CGHAZ-500s par exemple). Dans ce cas, un traitement d'oxydation ménagée lors du cycle à haute température permet de visualiser les anciens joints de grains austénitiques (figure A. 3).

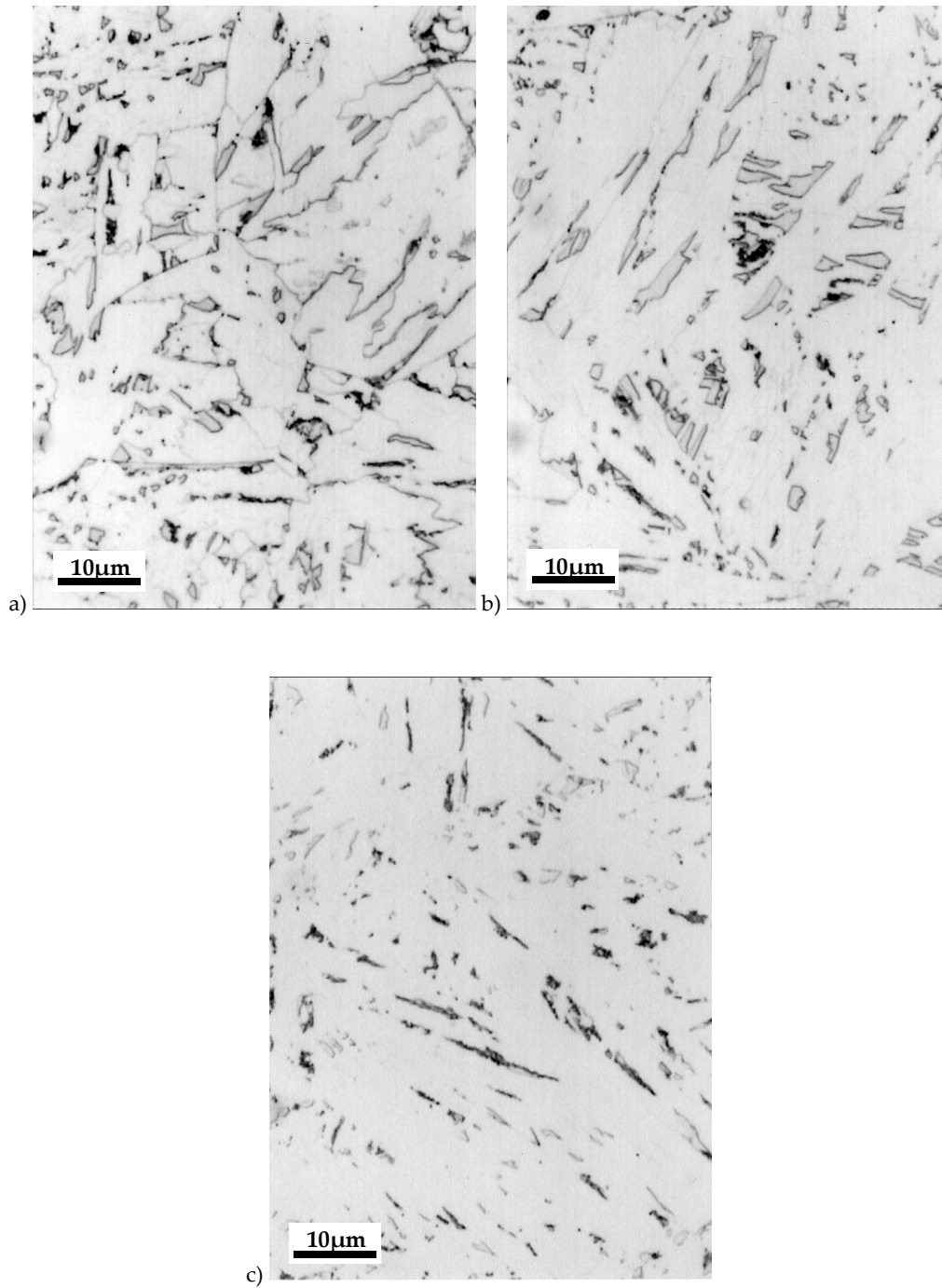


figure A. 1 : Micrographies optiques de la ZAC CGHAZ-500s après différentes attaques : a) Attaque au réactif Nital 4%, b) Attaque au réactif Villela, c) Attaque au réactif Picral.

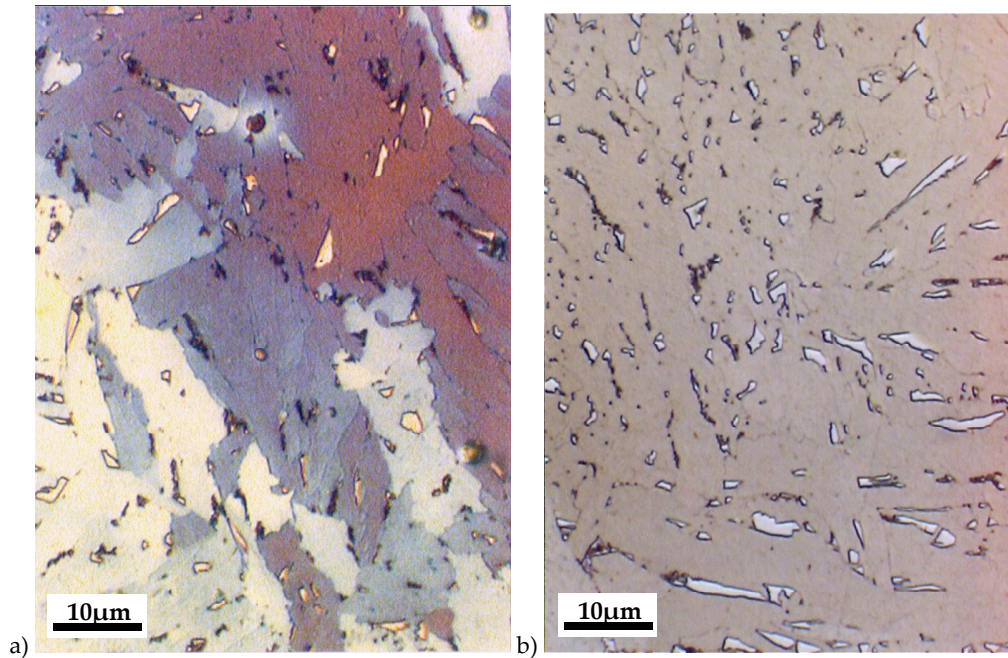


figure A. 2 : Micrographies optiques de la ZAC CGHAZ-500s après différentes attaques : a) Attaque colorante au réactif Klemm, b) Attaque colorante au réactif Métabisulfite.

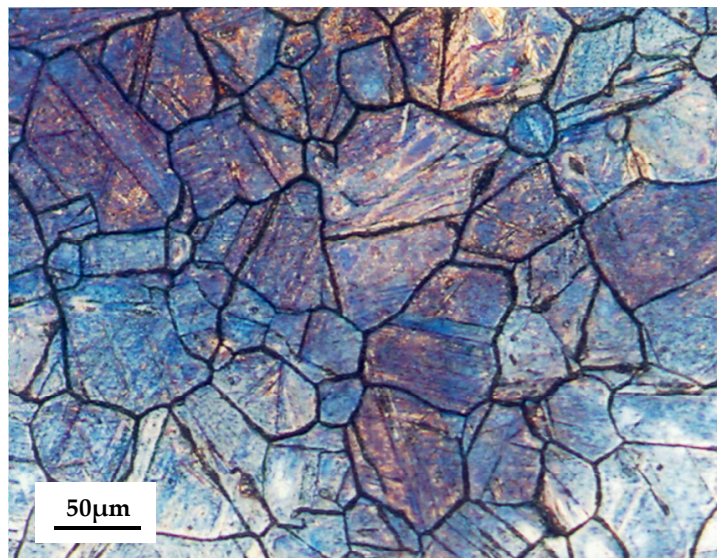


figure A. 3 : Micrographie optique de la ZAC CGHAZ-500s ayant subi une oxydation ménagée à haute température. Les joints noirs sont les anciens joints de grains austénitiques.

Nature	Composition	Mode opératoire	Action
Nital 4% (2%)	4 ml d'acide nitrique (2ml) 100 ml d'éthanol	Immersion 2 à 3 secondes. Rinçage à l'éthanol.	Joints de grains noirs, ferrite et austénite blanches, martensite brun pâle.
Picral	Acide picrique à saturation dans une solution d'éthanol.	Immersion 5 à 10 secondes. Rinçage à l'éthanol.	Carbures noirs uniquement.
Villela	1 ml d'acide nitrique 1 ml d'acide chlorhydrique 3 g d'acide picrique 100 ml d'éthanol	Immersion 5 secondes environ. Rinçage à l'éthanol.	Contours des composés M-A noirs. Carbures noirs. <i>N.B. : Très facile d'utilisation, notamment sur faciès.</i>
Picrate de sodium alcalin	2 g d'acide picrique 25 g d'hydroxyde de sodium 100 ml (q. s. p.) d'eau distillée	Attaque électrolytique 6V en deux étapes de 60 secondes. La solution est d'autant meilleure qu'elle est vieille.	Attaque colorante. Ferrite brun pâle, carbures noirs, martensite et austénite blanches.
Métabisulfite	4 g de sodium disulfite 100 ml H ₂ O	Dépôt d'une grosse goutte jusqu'à ce que la surface brunisse (≈1 min)	Attaque colorante. Ferrite brun pâle, austénite blanche, martensite brune. Contours marqués.
Dino	95 ml de H ₂ O ₂ 5 ml d'acide fluorhydrique ⚠ Attention : Précautions d'emploi !	<i>Pour le polissage</i> : Dépôt de solution sur la surface de l'échantillon à l'aide d'un coton imbibé. Rinçage à l'eau <i>Pour l'attaque</i> : Idem, mais pendant plusieurs secondes	Attaque les joints de grains en noir. <i>N.B. : Permet des observations beaucoup plus fines que l'attaque Nital.</i>
Klemm	<i>Solution de base:</i> 1 kg de thiosulfate de sodium 300 ml d'eau distillée Conservation: plusieurs mois. <i>Réactif de Klemm:</i> 2 g de pyrosulfite de potassium (ou potassium disulfite) dans 100 ml de la solution de base. Conservation: 2 jours	Immersion à l'eau puis dans la solution, face polie vers le haut, en agitant jusqu'à l'obtention d'une coloration brun bleu (1 à 2 minutes). Rinçage abondant à l'eau.	Attaque colorante. Colore la matrice bainitique selon l'orientation cristallographique en dégradés de brun pâle, jaune, bleu et mauve. Suivant l'intensité de l'attaque, les composés M-A sont blancs ou bruns. <i>N.B. : Nécessite un très bon polissage (finir au Dino par exemple). Ressue sur les cavités ou les fissures.</i>
Solution de polissage électrolytique EBSD	90 ml de butoxyéthanol 10 ml d'acide perchlorique	Polissage électrolytique 12V pendant environ 20 min à 5°C	

tableau A. 1 : Compositions chimiques, modes opératoires et actions des différents réactifs d'attaque

2. Mesure du taux d'austénite résiduelle par sigmamétrie

La sigmamétrie constitue une méthode fiable et rapide de quantification de l'austénite résiduelle [MED95, MED97]. Elle permet la mesure de l'aimantation spécifique à saturation d'une substance ferromagnétique.

Un champ magnétique \vec{H} crée dans le vide une induction magnétique $\vec{B} = \mu_0 \cdot \vec{H}$, μ_0 étant la perméabilité du vide. Lorsque l'on introduit dans ce champ magnétique un milieu de masse m et de perméabilité magnétique μ , l'induction magnétique devient :

$$\vec{B} = \mu_0 \cdot \vec{H} + \mu_0 \cdot \vec{J} \quad \text{Eq. A. 1}$$

\vec{J} est l'intensité d'aimantation :

$$\vec{J} = \chi \cdot \vec{H} \quad \text{Eq. A. 2}$$

χ est la susceptibilité magnétique du milieu. χ est reliée à la perméabilité magnétique μ du milieu par: $\mu = \mu_0(1 + \chi)$. En effet :

$$\vec{B} = \mu_0 \cdot (\vec{H} + \vec{J}) = \mu_0 \cdot (1 + \chi)\vec{H} = \mu_0 \cdot \mu_r \cdot \vec{H} = \mu \cdot \vec{H} \quad \text{Eq. A. 3}$$

μ_r est appelé perméabilité relative.

- Si $\mu < \mu_0$, le milieu tente de fuir le champ magnétique. Il est diamagnétique.
- Si $\mu > \mu_0$, le milieu est plus perméable que l'air au champ magnétique. Il est paramagnétique.
- Si $\mu \gg \mu_0$, le milieu est ferromagnétique.

La grandeur mesurée par le sigmamètre est le moment magnétique à saturation M_s défini par $M_s = \mu_0 I V$. L'aimantation spécifique à saturation σ_s se calcule par la relation $\sigma_s = M_s/m$, où m est la masse de l'échantillon. Lorsque l'échantillon est constitué de plusieurs phases i de masses m_i , l'aimantation spécifique à saturation peut s'écrire :

$$\sigma_s = \frac{M_s}{m} = \sum_i \sigma_{si} \frac{m_i}{m} \quad \text{Eq. A. 4}$$

L'aimantation spécifique à saturation de l'austénite σ_{sa} est négligeable devant les aimantations spécifiques à saturation des constituants ferromagnétiques (ferrite, martensite, cémentite) σ_{sm} . La mesure de l'aimantation spécifique à saturation de l'échantillon permet de déterminer le taux x d'austénite résiduelle par la relation $x = 100 \times (1 - \sigma_s / \sigma_{sm})$. La valeur σ_{sm} de l'échantillon 100% ferromagnétique est obtenue par un traitement thermique de trempe à l'azote liquide, suivant d'un recuit à 300°C pendant 1 heure. Ce traitement permet de décomposer la totalité de l'austénite résiduelle contenue dans l'échantillon tout en gardant une microstructure proche de celle qui est étudiée.

Dans la pratique, l'échantillon est placé dans l'entrefer du sigmamètre à l'aide d'un bras isolant actionné par un vérin pneumatique. L'extraction de l'échantillon génère un signal dans les bobines de part et d'autre de l'entrefer. L'intégration de ce signal fournit le moment magnétique M_s de l'échantillon.

Annexe B

Propriétés mécaniques

Cette annexe récapitule l'ensemble des résultats d'essais mécaniques réalisés sur le métal de base et les différentes Zones Affectées par la Chaleur. Les plans des éprouvettes sont également rappelés.

1. Plans des éprouvettes d'essais mécaniques.....	244
2. Propriétés de traction.....	247
2.1. Résultats expérimentaux	247
2.2. Identification des lois de comportement	249
3. Propriétés de traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées	250
4. Flexion 4 points.....	256
5. Propriétés de résilience.....	256
6. Propriétés de ténacité.....	259

1. Plans des éprouvettes d'essais mécaniques

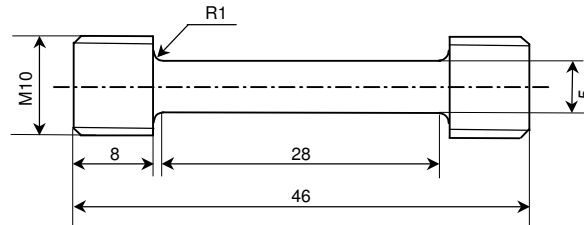


figure B. 1 : Epreuve de traction lisse TB5

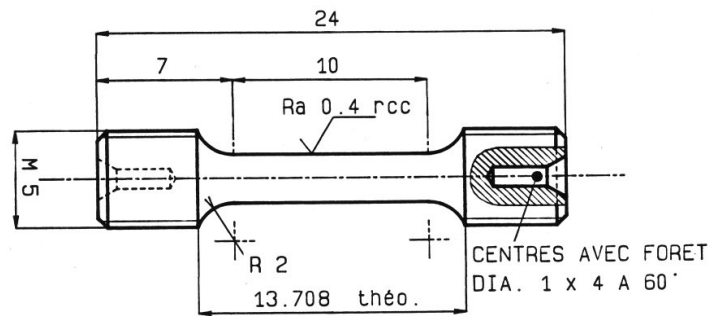


figure B. 2 : Epreuve de traction lisse ELT10.

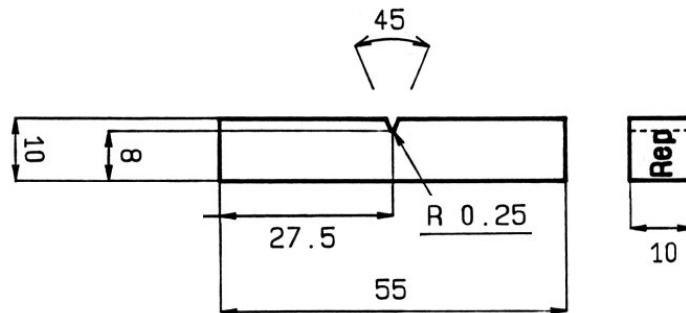


figure B. 3 : Epreuve de résilience.

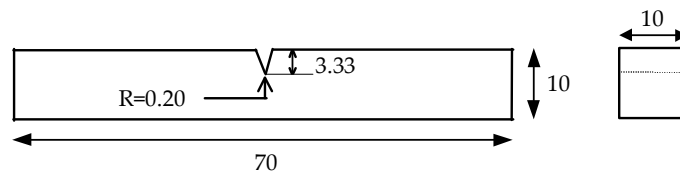


figure B. 4 : Epreuve de flexion 4 points

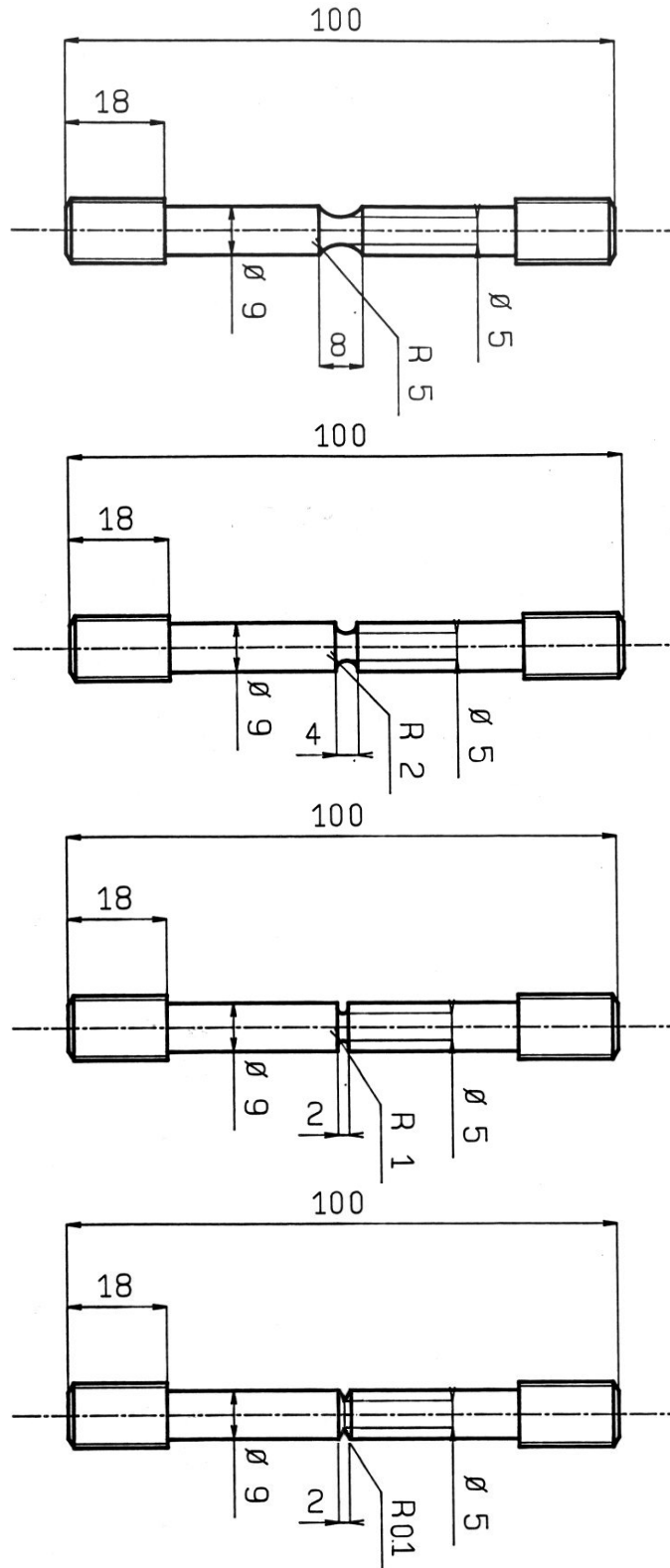


figure B. 5 : Eprouvtes axisymétriques entaillées. a) AE10-50, b) AE4-50, c) AE2-50 et d) AE0,2-50

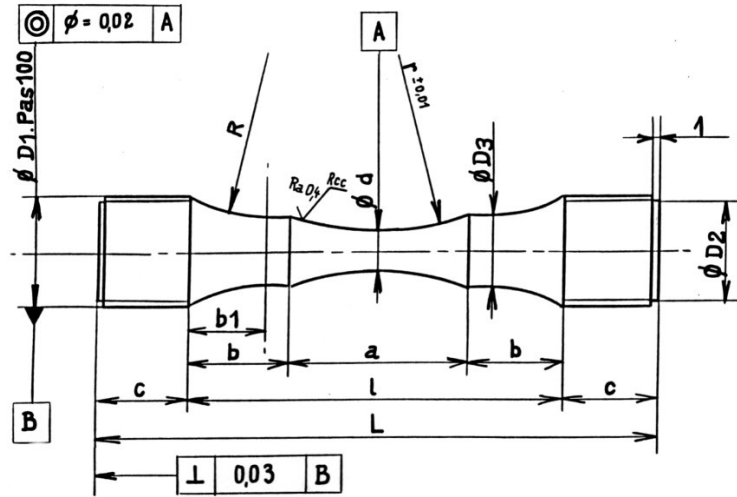


figure B. 6 : Epreuve de fatigue, usinée à partir d'une éprouvette AE0,2-50 testée mais non rompue.
 $a=17,14$, $b=23,93$, $c=10$, $\varnothing d=4,5$, $l=65$, $L=85$, $r=30$, $R=30$, $\varnothing D_1=11$, $\varnothing D_2=9$, $\varnothing D_3=7$, $b_1=10,77$ (en mm).

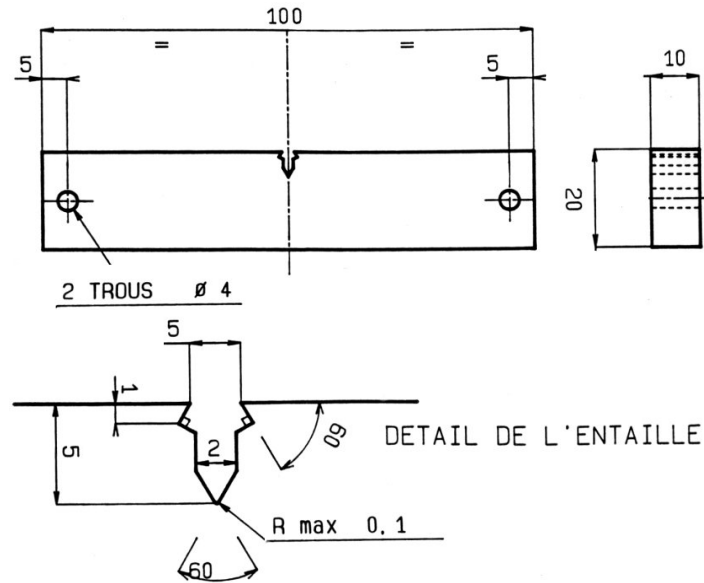


figure B. 7 : Epreuve de flexion 3 points KF20.

2. Propriétés de traction

2.1. Résultats expérimentaux

T (°C)	Rei (MPa)	Rm (MPa)	Ap (%)	A (%)	K (MPa)	n
-196	866	897	5,5	22,6	1387	0,152
-180	766	825	3,5	22,2	1268	0,149
-170	731	789	4	24	1257	0,169
-160	675	764	6	22,5	1288	0,198
-150	642	735	4,5	22,6	1231	0,194
-140	612	719	4,5	23,6	1215	0,201
-120	570	685	5,4	22,8	1181	0,211
-100	519	653	3,6	22	1126	0,21
-80	504	629	3,9	22,5	1086	0,208
-60	495	606	3,1	22,2	1011	0,194
-40	469	584	3,6	22,7	983	0,196
-20	458	571	2,95	22,2	951	0,187
5	438	553	3,2	22,2	925	0,189
20	433	534	2,95	22,4	892	0,186

tableau B. 1 : Caractéristiques conventionnelles de traction du métal de base à différentes températures (Sens travers long, mi-épaisseur, $10^{-3}s^{-1}$)

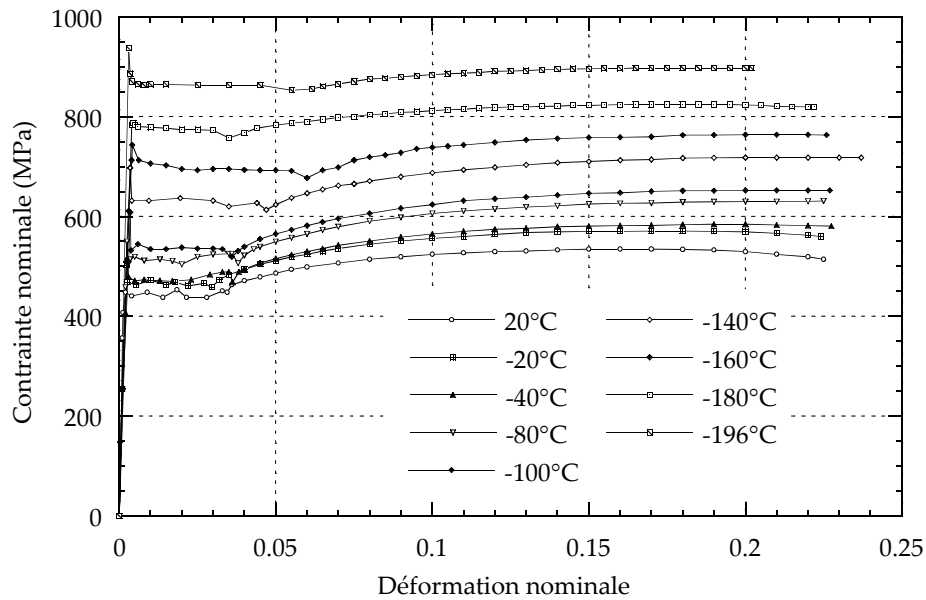


figure B. 8 : Courbes conventionnelles de traction du métal de base à différentes températures (Sens travers long, mi-épaisseur, $10^{-3}s^{-1}$)

T (°C)	Rp _{0,2} (MPa)	Rm (MPa)	Ar (%)	A (%)	Z (%)	n
20	586	696	4,7	22,2	82	0,080
0	598	699		24,0		0,079
-30	609	740		24,0		0,097
-40	640	754	6,4	24,4	79	
-80	654	811	7,3	24,3	76	0,116
-120	691	859	9,7	26,8	76	0,116
-160	819	959	10,3	26,8	67	0,123
-170	789	990	8,9	25,1	61	0,120
-196	950	1088	10,5	15,6	26	0,100

tableau B. 2 : Caractéristiques conventionnelles de traction de CGHAZ-100s à différentes températures (Sens travers long, mi-épaisseur, $10^{-3}s^{-1}$)

T (°C)	Rp _{0,2} (MPa)	Rm (MPa)	Ar (%)	A (%)	Z mes (%)	n
20	534	687	8,6	24,5	73	0,120
0	487	692	9,5	27,0		0,134
-40	514	782	8,0	24,4	70	0,100
-50	533	741	10,8	25,0		0,150
-80	594	814	9,9	24,9	72	0,126
-90	563	817	10,5	25,7	73	0,154
-120	643	904	10,7	27,5	69	0,142
-135	654	904	10,8	26,1	63	0,147
-165	626	1003	10,1	26,2	65	0,157
-170	729	978	11,0	24,8	52	0,141
-196	895	1079	9,1	9,8	17	0,130

tableau B. 3 : Caractéristiques conventionnelles de traction de ICCGAZ-100s à différentes températures (Sens travers long, mi-épaisseur, $10^{-3}s^{-1}$)

T (°C)	Rp _{0,2} (MPa)	Rm (MPa)	Ar (%)	A (%)	Z mes (%)	n
20	481	619	8,6	25,5	78	0,14
0	475	634	8,7	26,0	85	0,13
-50	473	689	10,2	29,8	80	0,15
-90	499	729	11,7	27,9	76	0,15
-135	597	809	12,0	31,2	70	0,14
-170	679	898	10,7	23,2	51	0,13
-196	783	1003	10,9	11,0	15	0,12

tableau B. 4 : Caractéristiques conventionnelles de traction de CGHAZ-500s à différentes températures (Sens travers long, mi-épaisseur, $10^{-3}s^{-1}$)

2.2. Identification des lois de comportement

Température (°C)	K (MPa)	n
-196	1387	0,152
-190	1357	0,156
-180	1307	0,164
-170	1257	0,169
-160	1244	0,182
-150	1231	0,194
-140	1215	0,201
-120	1181	0,211
-100	1126	0,21
-80	1086	0,208
-60	1011	0,194
-40	983	0,196
-20	951	0,187
5	925	0,189
20	875	0,174

tableau B. 5 : Tableau récapitulatif des paramètres des lois de comportement du métal de base à différentes températures.

Microstructure	T (°C)	R ₀ (MPa)	R ₀ -5% (MPa)	Q ₁ (MPa)	b ₁	Q ₂ (MPa)	b ₂
CGHAZ-100s	20	469	445	143.3	48.3	123.9	968.8
	0	470	446	142.8	38.6	153.2	954.0
	-30	478	454	180.4	31.5	163.8	1064.8
	-80	490	465	239.6	23.9	183.1	2000.0
	-120	520	494	273.5	20.6	192.8	1081.9
	-160	600	570	311.4	14.8	211.8	1917.7
	-170	630	598	330.0	13.0	211.1	1084.2
	-196	735	698	381.2	8.7	244.0	896.2
ICCGHAZ-100s	20	399	379	239.9	25.2	130.6	1674.7
	0	405	385	260.9	25.4	127.2	1629.8
	-50	430	408	332.8	22.7	104.2	1504.3
	-90	462	439	345.8	25.3	108.7	1416.9
	-135	504	479	362.3	23.6	129.5	1275.9
	-170	588	558	379.2	19.9	165.7	588.5
	-196	735	698	398.7	14.7	160.8	832.6
	CGHAZ-500s	20	399	379	207.4	29.0	77.1
0		405	385	243.8	29.9	57.3	2000.0
-50		420	399	278.5	29.4	70.2	398.4
-90		440	418	309.3	22.5	87.8	246.3
-135		500	475	337.7	16.8	122.0	248.3
-170		609	578	350.0	13.8	130.6	663.9
-196		680	646	358.4	13.0	173.5	1002.2

tableau B. 6 : Tableau récapitulatif des paramètres des lois de comportement des ZAC à différentes températures.

3. Propriétés de traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées

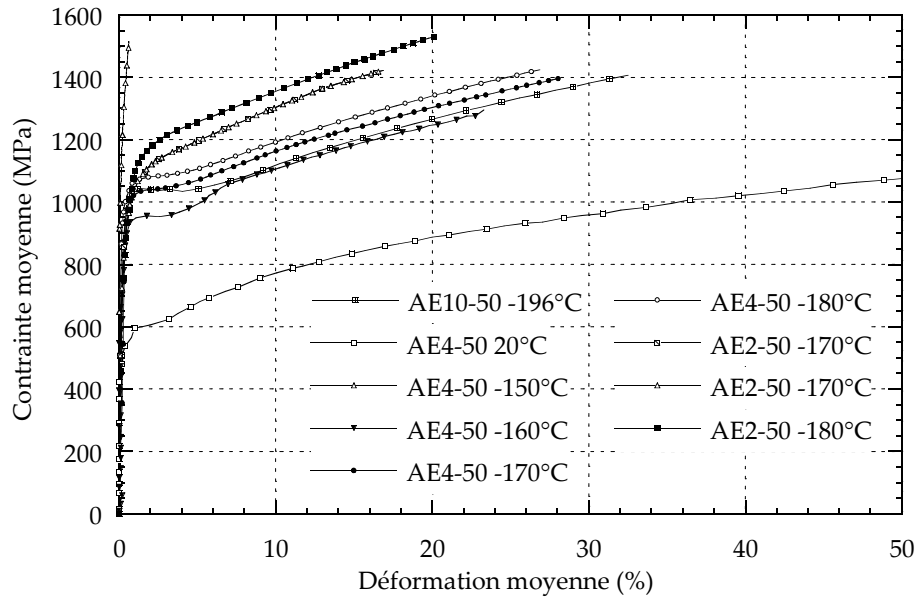


figure B. 9 : Courbes de chargement obtenues sur éprouvettes AE à différentes températures. Métal de base.

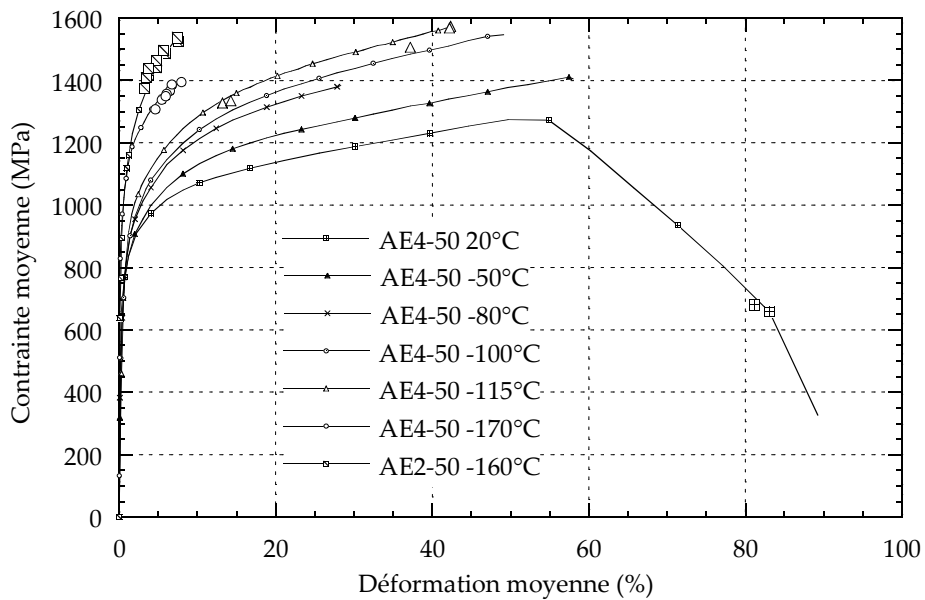


figure B. 10 : Courbes de chargement obtenues sur éprouvettes AE à différentes températures. CGHAZ-100s.

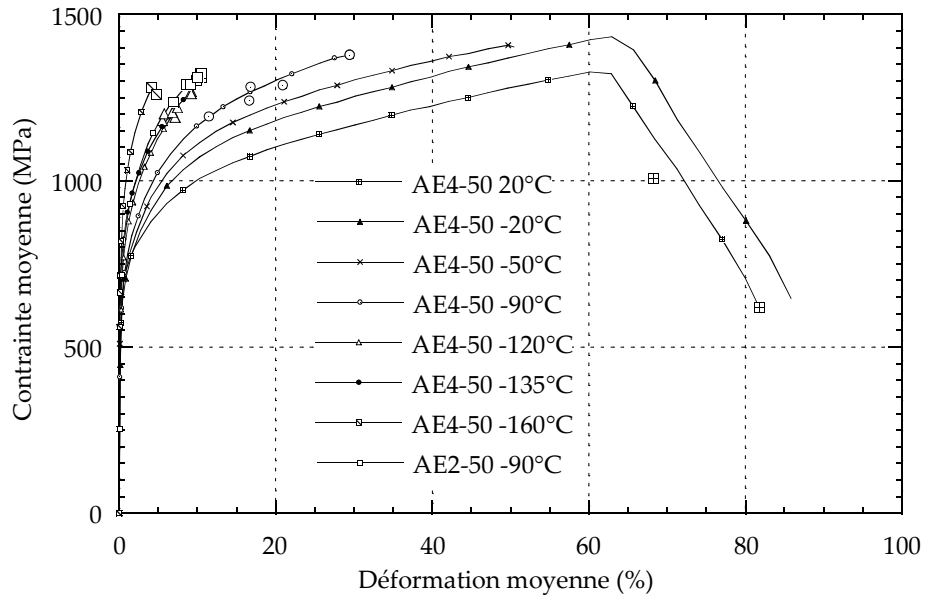


figure B. 11 : Courbes de chargement obtenues sur éprouvettes AE à différentes températures. ICCGHAZ-100s.

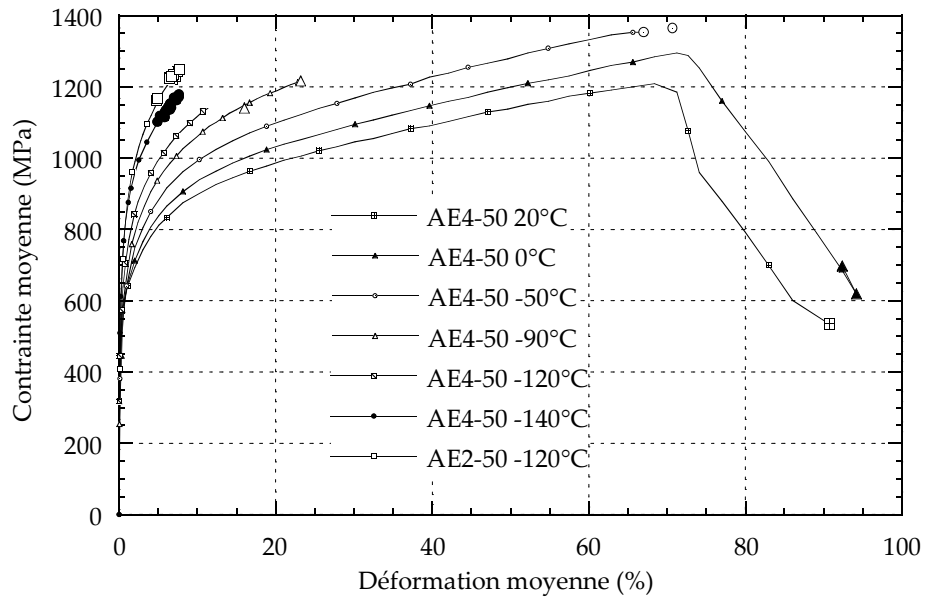


figure B. 12 : Courbes de chargement obtenues sur éprouvettes AE à différentes températures. CGHAZ-500s.

Repère	Matériau	Eprouvette	T (°C)	Déformation à rupture (%)	Contrainte à rupture (MPa)	N.B.
AR31	Métal de base	AE2-50	-185	7.75	1359	
AR32	Métal de base	AE2-50	-190	6.50	1364	
AR34	Métal de base	AE2-50	-160	26.48	1487	
AR35	Métal de base	AE2-50	-170	16.68	1423	
AR36	Métal de base	AE2-50	-165	24.66	1486	
AR37	Métal de base	AE2-50	-170	17.98	1430	
AR38	Métal de base	AE2-50	-170	27.85	1544	
AR39	Métal de base	AE2-50	-180	14.82		
AR40	Métal de base	AE2-50	-180	20.19	1536	
AR42	Métal de base	AE4-50	-150	62.39	1515	
AR43	Métal de base	AE4-50	-180	18.86	1313	
AR44	Métal de base	AE4-50	-180	19.74	1359	
AR45	Métal de base	AE4-50	-180	26.48	1424	
AR46	Métal de base	AE4-50	-180	21.07	1371	
AR47	Métal de base	AE4-50	-175	27.85	1376	
AR48	Métal de base	AE4-50	-170	27.39	1396	
AR49	Métal de base	AE4-50	-170	41.16	1510	
AR50	Métal de base	AE10-50	-190	2.41	1176	
AR53	Métal de base	AE10-50	-196	26.93	1340	
AR54	Métal de base	AE10-50	-196	21.96	1307	
AR55	Métal de base	AE10-50	-196	32.50	1403	
AR56	Métal de base	AE10-50	-196	18.42	1233	
AR57	Métal de base	AE10-50	-196	24.66	1303	
AR58	Métal de base	AE10-50	-196	26.48	1301	
AR59	Métal de base	AE10-50	-190	26.93	1340	
AR60	Métal de base	AE10-50	-180	39.69	1352	
CAT1	Métal de base	AE4-50	20	83	1217	
CAT2	Métal de base	AE4-50	-196	13.1	1355	
CAT3	Métal de base	AE4-50	-160	28	1361	
CAT4	Métal de base	AE4-50	-160	43.8	1485.5	
CAT5	Métal de base	AE4-50	-160	18.2	1196	Essai interrompu
CAT6	Métal de base	AE4-50	20	57.5	1083	Essai interrompu
98-09	Métal de base	AE4-50	-190	8.9		
98-07	Métal de base	AE4-50	-190	9.8		
98-08	Métal de base	AE4-50	-190	11.7		
98-12	Métal de base	AE4-50	-190	11.5		
98-15	Métal de base	AE4-50	-190	12.5		
98-06	Métal de base	AE4-50	-190	13.5		
98-05	Métal de base	AE4-50	-190	14.7		
98-13	Métal de base	AE4-50	-190	16.1		
98-16	Métal de base	AE4-50	-190	16.4		
98-11	Métal de base	AE4-50	-190	17.3		
98-04	Métal de base	AE4-50	-190	18		
98-03	Métal de base	AE4-50	-190	19.5		
98-14	Métal de base	AE4-50	-190	22.6		

tableau B. 7 : Déformations et contraintes à rupture d'éprouvettes axisymétriques entaillées rompues à différentes températures. Métal de base. Sens travers long, mi-épaisseur.

Repère	Microstructure	Eprouvette	Température d'essai (°C)	Déformation à rupture (%)	Contrainte à rupture (MPa)
M610	CGHAZ-100s	AE2-50	-165	6.92	1539
M611	CGHAZ-100s	AE2-50	-160	5.89	1485
M612	CGHAZ-100s	AE2-50	-160	7.54	1524
M613	CGHAZ-100s	AE2-50	-160	7.44	1536
M614	CGHAZ-100s	AE2-50	-160	4.69	1441
M615	CGHAZ-100s	AE2-50	-160	5.72	1497
M616	CGHAZ-100s	AE2-50	-160	4.82	1463
M617	CGHAZ-100s	AE2-50	-160	3.43	1410
M618	CGHAZ-100s	AE2-50	-160	3.27	1375
M619	CGHAZ-100s	AE2-50	-160	3.73	1438
M621	CGHAZ-100s	AE4-50	-170	6.50	1366
M622	CGHAZ-100s	AE4-50	-170	7.96	1395
M623	CGHAZ-100s	AE4-50	-170	5.47	1338
M624	CGHAZ-100s	AE4-50	-170	6.75	1387
M625	CGHAZ-100s	AE4-50	-170	4.65	1307
M627	CGHAZ-100s	AE4-50	-170	6.05	1357
M628	CGHAZ-100s	AE4-50	-170	5.95	1349
M629	CGHAZ-100s	AE4-50	-180	4.35	1340
P779	CGHAZ-100s	AE4-50	-135	6.97	1247
P780	CGHAZ-100s	AE4-50	-135	6.97	1261
P781	CGHAZ-100s	AE4-50	-115	37.2	1507
P782	CGHAZ-100s	AE4-50	-115	42.2	1568
P783	CGHAZ-100s	AE4-50	-115	13.2	1328
P784	CGHAZ-100s	AE4-50	-115	14.26	1335
P786	CGHAZ-100s	AE4-50	20	81.2	

tableau B. 8 : Déformations et contraintes à rupture d'éprouvettes axisymétriques entaillées rompues à différentes températures. CGHAZ-100s. Sens travers long, mi-épaisseur.

Repère	Matériau	Eprouvette	T (°C)	Déformation à rupture (%)	Contrainte à rupture (MPa)
M750	ICCGHAZ-100s	AE2-50	-120	6.09	1284
M751	ICCGHAZ-100s	AE2-50	-100	6.19	1249
M752	ICCGHAZ-100s	AE2-50	-90	10.47	1312
M753	ICCGHAZ-100s	AE2-50	-90	10.47	1323
M754	ICCGHAZ-100s	AE2-50	-90	8.54	1288
M755	ICCGHAZ-100s	AE2-50	-90	9.86	1303
M756	ICCGHAZ-100s	AE2-50	-90	4.04	1198
M757	ICCGHAZ-100s	AE2-50	-90	9.10	1291
M758	ICCGHAZ-100s	AE2-50	-90	10.05	1311
M759	ICCGHAZ-100s	AE2-50	-90	6.92	1237
M760	ICCGHAZ-100s	AE4-50	-135	6.71	1219
M761	ICCGHAZ-100s	AE4-50	-135	7.13	1191
M762	ICCGHAZ-100s	AE4-50	-135	5.52	1181
M763	ICCGHAZ-100s	AE4-50	-135	5.76	1202
M764	ICCGHAZ-100s	AE4-50	-135	9.19	1262
M765	ICCGHAZ-100s	AE4-50	-135	6.81	1206
M766	ICCGHAZ-100s	AE4-50	-135	7.44	1220
M767	ICCGHAZ-100s	AE4-50	-145	5.68	1197
M768	ICCGHAZ-100s	AE4-50	-150	5.37	1210
M769	ICCGHAZ-100s	AE4-50	-160	6.30	1242
P769	ICCGHAZ-100s	AE4-50	-160	4.208	1283
P770	ICCGHAZ-100s	AE4-50	-160	4.73	1260
P771	ICCGHAZ-100s	AE4-50	-120	7.00	1204
P772	ICCGHAZ-100s	AE4-50	-100	7.96	1141
P775	ICCGHAZ-100s	AE4-50	-90	29.45	1378
P777	ICCGHAZ-100s	AE4-50	20	68.30	
P778	ICCGHAZ-100s	AE4-50	-90	20.90	1287

tableau B. 9 : Déformations et contraintes à rupture d'éprouvettes axisymétriques entaillées rompues à différentes températures. ICCGHAZ-100s. Sens travers long, mi-épaisseur.

Repère	Microstructure	Eprouvette	T (°C)	Déformation à rupture (%)	Contrainte à rupture (MPa)
R181	CGHAZ-500s	AE2-50	-120	4.76	1162
R182	CGHAZ-500s	AE2-50	-120	7.18	1229
R183	CGHAZ-500s	AE2-50	-120	6.50	1226
R185	CGHAZ-500s	AE2-50	-120	6.76	1221
R186	CGHAZ-500s	AE2-50	-120	4.94	1169
R187	CGHAZ-500s	AE2-50	-120	7.51	1242
R188	CGHAZ-500s	AE2-50	-120	6.94	1235
R189	CGHAZ-500s	AE2-50	-120	6.40	1222
R190	CGHAZ-500s	AE2-50	-120	6.61	1228
R191	CGHAZ-500s	AE2-50	-120	7.75	1249
R184	CGHAZ-500s	AE2-50	-110	9.63	1263
R180	CGHAZ-500s	AE2-50	-100	8.42	1215
R192	CGHAZ-500s	AE4-50	-140	5.99	1131
R193	CGHAZ-500s	AE4-50	-140	5.89	1129
R194	CGHAZ-500s	AE4-50	-140	7.64	1172
R195	CGHAZ-500s	AE4-50	-140	6.50	1136
R196	CGHAZ-500s	AE4-50	-140	6.61	1153
R197	CGHAZ-500s	AE4-50	-140	6.04	1136
R198	CGHAZ-500s	AE4-50	-140	5.22	1119
R199	CGHAZ-500s	AE4-50	-140	5.83	1115
R200	CGHAZ-500s	AE4-50	-140	4.91	1102
R201	CGHAZ-500s	AE4-50	-140	7.33	1163
R202	CGHAZ-500s	AE4-50	-140	6.50	1152
R203	CGHAZ-500s	AE4-50	-140	6.63	1142
R204	CGHAZ-500s	AE4-50	-140	7.64	1179
R205	CGHAZ-500s	AE4-50	-140	5.91	1132
R206	CGHAZ-500s	AE4-50	-140	6.63	1154
R207	CGHAZ-500s	AE4-50	-140	7.00	1166
R208	CGHAZ-500s	AE4-50	-140	6.30	1144
R209	CGHAZ-500s	AE4-50	-140	7.02	1170

tableau B. 10 : Déformations et contraintes à rupture d'éprouvettes axisymétriques entaillées rompues à différentes températures. CGHAZ-500s. Sens travers long, mi-épaisseur.

4. Flexion 4 points

Température (°C)	Charge à rupture (kN)			
	Métal de base	CGHAZ-100s	ICCGHAZ-100s	CHGAZ-500s
-196	29,5	23	19,1	21
-196	24,2	28	17,9	20,7
-196	23,7			
-196	26,4			
-175	25,25	28,4		
-170	27,5			
-172	27,5			
-160	30,5	26,1	21,1	22,4
-160	29,6	29,5		
-160	33,75	29		
-150		31,5		19,2
-144				21,2
-140			21,5	
-130			22	19,25
-120			24,5	23,5
-110				19,5
-90			23,5	22,3

figure B. 13 : Charges à rupture enregistrées sur éprouvettes de flexion 4 points, à différentes températures.

5. Propriétés de résilience

Repère	Matériau	Température (°C)	Energie (J)
AK2	MB mi-épaisseur, sens travers	20	233
AK5	MB mi-épaisseur, sens travers	20	270
AK6	MB mi-épaisseur, sens travers	20	240
AK1	MB mi-épaisseur, sens travers	-40	224
AK3	MB mi-épaisseur, sens travers	-40	218
AK4	MB mi-épaisseur, sens travers	-40	212
AK7	MB mi-épaisseur, sens travers	-80	53
AK8	MB mi-épaisseur, sens travers	-80	142
AK9	MB mi-épaisseur, sens travers	-80	108
AK10	MB mi-épaisseur, sens travers	-80	177
AK11	MB mi-épaisseur, sens travers	-80	169
AK18	MB mi-épaisseur, sens travers	-90	39
AK19	MB mi-épaisseur, sens travers	-90	31
AK20	MB mi-épaisseur, sens travers	-90	15
AK12	MB mi-épaisseur, sens travers	-100	37
AK13	MB mi-épaisseur, sens travers	-100	21
AK14	MB mi-épaisseur, sens travers	-100	45
AK15	MB mi-épaisseur, sens travers	-120	13
AK16	MB mi-épaisseur, sens travers	-120	12
AK17	MB mi-épaisseur, sens travers	-120	11
AK21	MB mi-épaisseur, sens travers	-196	4
AK22	MB mi-épaisseur, sens travers	-196	5

tableau B. 11 : Résultats de résilience. Métal de base, mi-épaisseur.

Repère	Matériau	Température (°C)	Energie (J)
M557	CGHAZ-100s	20	213
M558	CGHAZ-100s	20	233
M559	CGHAZ-100s	20	259
M570	CGHAZ-100s	10	82
M571	CGHAZ-100s	10	241
M572	CGHAZ-100s	10	242
M563	CGHAZ-100s	0	68
M564	CGHAZ-100s	0	222
M565	CGHAZ-100s	0	57
M569	CGHAZ-100s	0	191
M560	CGHAZ-100s	-10	153
M561	CGHAZ-100s	-10	186
M562	CGHAZ-100s	-10	102
M553	CGHAZ-100s	-20	173
M554	CGHAZ-100s	-20	238
M555	CGHAZ-100s	-20	44
M556	CGHAZ-100s	-20	37
M533	CGHAZ-100s	-30	32
M534	CGHAZ-100s	-30	25
M535	CGHAZ-100s	-30	61
M566	CGHAZ-100s	-30	80
M567	CGHAZ-100s	-30	161
M568	CGHAZ-100s	-30	92
M550	CGHAZ-100s	-40	19
M551	CGHAZ-100s	-40	21
M552	CGHAZ-100s	-40	26
M536	CGHAZ-100s	-50	33
M537	CGHAZ-100s	-50	15
M538	CGHAZ-100s	-50	45
M543	CGHAZ-100s	-60	17
M544	CGHAZ-100s	-60	26
M545	CGHAZ-100s	-60	32
M546	CGHAZ-100s	-70	17
M547	CGHAZ-100s	-70	22
M548	CGHAZ-100s	-70	18
M549	CGHAZ-100s	-196	6

tableau B. 12 : Résultats de résilience. CGHAZ-100s.

Repère	Matériau	Température (°C)	Energie (J)	Etat
R530	ICCGHAZ-100s	100	246	Brut
R528	ICCGHAZ-100s	80	216	Brut
R529	ICCGHAZ-100s	80	215	Brut
R526	ICCGHAZ-100s	40	128	Brut
R527	ICCGHAZ-100s	40	156	Brut
M711	ICCGHAZ-100s	20	68	Brut
M712	ICCGHAZ-100s	20	109	Brut
M717	ICCGHAZ-100s	10	50	Brut
M718	ICCGHAZ-100s	10	54	Brut
M715	ICCGHAZ-100s	0	34	Brut
M716	ICCGHAZ-100s	0	44	Brut
M713	ICCGHAZ-100s	-10	30	Brut
M714	ICCGHAZ-100s	-10	35	Brut
M709	ICCGHAZ-100s	-20	22	Brut
M710	ICCGHAZ-100s	-20	31	Brut
M707	ICCGHAZ-100s	-40	16	Brut
M708	ICCGHAZ-100s	-40	20	Brut
M705	ICCGHAZ-100s	-60	10	Brut
M706	ICCGHAZ-100s	-60	12	Brut
R533	ICCGHAZ-100s	100	232	Trempé N ₂
R522	ICCGHAZ-100s	80	194	Trempé N ₂
R523	ICCGHAZ-100s	80	218	Trempé N ₂
R524	ICCGHAZ-100s	60	158	Trempé N ₂
R525	ICCGHAZ-100s	60	184	Trempé N ₂
R531	ICCGHAZ-100s	40	98	Trempé N ₂
R532	ICCGHAZ-100s	40	117	Trempé N ₂
R514	ICCGHAZ-100s	20	51	Trempé N ₂
R515	ICCGHAZ-100s	20	46	Trempé N ₂
R516	ICCGHAZ-100s	0	23	Trempé N ₂
R517	ICCGHAZ-100s	0	29	Trempé N ₂
R518	ICCGHAZ-100s	-20	19	Trempé N ₂
R519	ICCGHAZ-100s	-20	25	Trempé N ₂
R520	ICCGHAZ-100s	-40	9	Trempé N ₂
R521	ICCGHAZ-100s	-40	10	Trempé N ₂

tableau B. 13 : Résultats de résilience. ICCGHAZ-100s.

Repère	Matériau	Température (°C)	Energie (J)	Etat
R159	CGHAZ-500s	20	68	Brut
R160	CGHAZ-500s	20	150	Brut
R167	CGHAZ-500s	0	26	Brut
R168	CGHAZ-500s	0	49	Brut
R165	CGHAZ-500s	-10	23	Brut
R166	CGHAZ-500s	-10	33	Brut
R161	CGHAZ-500s	-20	34	Brut
R162	CGHAZ-500s	-20	15	Brut
R163	CGHAZ-500s	-40	16	Brut
R164	CGHAZ-500s	-40	13	Brut
R169	CGHAZ-500s	20	50	Trempé N ₂
R170	CGHAZ-500s	20	42	Trempé N ₂
R179	CGHAZ-500s	20	33	Trempé N ₂
R171	CGHAZ-500s	0	23	Trempé N ₂
R172	CGHAZ-500s	0	60	Trempé N ₂
R173	CGHAZ-500s	0	20	Trempé N ₂
R178	CGHAZ-500s	0	25	Trempé N ₂
R174	CGHAZ-500s	-10	18	Trempé N ₂
R175	CGHAZ-500s	-10	23	Trempé N ₂
R176	CGHAZ-500s	-40	12	Trempé N ₂
R177	CGHAZ-500s	-40	10	Trempé N ₂

tableau B. 14 : Résultats de résilience. CGHAZ-500s.

6. Propriétés de ténacité

Repère	Microstructure	T(°C)	K _I (MPa.√m)	CTOD (mm)	Mode
M597	CGHAZ-100s	-120	35,7	0,004	c
M599	CGHAZ-100s	-120	53,7	0,013	c
M600	CGHAZ-100s	-120	61,9	0,016	c
M595	CGHAZ-100s	-80	70,1	0,018	c
M601	CGHAZ-100s	-80	82,8	0,025	c
M596	CGHAZ-100s	-80	132,6	0,077	c
M602	CGHAZ-100s	-40	83,3	0,038	c
M594	CGHAZ-100s	-40	111,2	0,057	c
M591	CGHAZ-100s	-40	133,8	0,084	c
M593	CGHAZ-100s	-20	118,7	0,06	c
M606	CGHAZ-100s	-20	156,2	0,127	u
M603	CGHAZ-100s	-20	264	0,287	u
M608	CGHAZ-100s	0	279,3	0,295	u
M598	CGHAZ-100s	20	274,9	0,315	u
M590	CGHAZ-100s	20	283,8	0,384	u

tableau B. 15 : Ténacités et CTOD de CGHAZ-100s mesurées sur éprouvettes KF20 testées à différentes températures. N.B. : c=clivage, u=propagation stable puis clivage, m=charge limite atteinte et dépassée.

Repère	Microstructure	T(°C)	K _J (MPa. √m)	CTOD (mm)	Mode
O2-6	Métal de base	-180	29,7	0,003	c
O2-7	Métal de base	-180	46,2	0,006	c
O2-8	Métal de base	-180	34,3	0,004	c
O4-27	Métal de base	-170	30	0,003	c
AD69	Métal de base	-160	38	0,005	c
O2-09	Métal de base	-160	68,3	0,016	c
O2-10	Métal de base	-160	69,6	0,022	c
AD62	Métal de base	-150	91,4	0,038	c
AD68	Métal de base	-150	92,6	0,03	c
O2-10	Métal de base	-150	77,5	0,02	c
O2-11	Métal de base	-150	92,8	0,035	c
O4-18	Métal de base	-150	66,7	0,016	c
O4-19	Métal de base	-150	57	0,012	c
O4-20	Métal de base	-150	66,2	0,014	c
O2-12	Métal de base	-140	94,1	0,034	c
O2-13	Métal de base	-140	100,1	0,042	c
O2-14	Métal de base	-140	120	0,068	c
O2-2	Métal de base	-140	110,2	0,067	c
O2-3	Métal de base	-140	137,5	0,062	c
O2-5	Métal de base	-140	118,6	0,065	c
O4-21	Métal de base	-140	113	0,052	c
O4-23	Métal de base	-140	44	0,007	c
O2-16	Métal de base	-130	69,2	0,02	c
O2-17	Métal de base	-130	154,1	0,0109	c
O2-18	Métal de base	-130	191	0,162	c
O2-23	Métal de base	-130	119,5	0,067	c
O2-15	Métal de base	-130	192,2		c
AD61	Métal de base	-120	264,8	0,36	c
O2-19	Métal de base	-120	135,1	0,08	c
O2-20	Métal de base	-120	243,1	0,281	c
O2-21	Métal de base	-120	149	0,094	c
O2-22	Métal de base	-120	190,4	0,175	c
O2-24	Métal de base	-120	220,4	0,239	c
AD63	Métal de base	-120	305,2	0,425	u
O4-25	Métal de base	-100	420	0,831	u
O4-26	Métal de base	-100	343	0,567	u
AD50	Métal de base	-80	431,4	1,033	u
AD64	Métal de base	-80	478,3	0,933	u
AD66	Métal de base	-40	414,5	0,916	m
AD49	Métal de base	20	422,6	0,898	m
AD65	Métal de base	20	348,4	0,904	m

tableau B. 16 : Ténacités et CTOD du métal de base mesurées sur éprouvettes KF20 testées à différentes températures. N.B. : c=clivage, u=propagation stable puis clivage, m=charge limite atteinte et dépassée.

Repère	Microstructure	T(°C)	K _J (MPa.√m)	CTOD (mm)	Mode
M746	ICCGHAZ-100s	-120	40,9	0,006	c
M744	ICCGHAZ-100s	-120	46,7	0,009	c
M747	ICCGHAZ-100s	-120	47,4	0,011	c
M743	ICCGHAZ-100s	-80	58	0,021	c
M742	ICCGHAZ-100s	-80	58,3	0,019	c
M741	ICCGHAZ-100s	-80	81,1	0,034	c
M748	ICCGHAZ-100s	-40	71,6	0,029	c
M737	ICCGHAZ-100s	-40	78,5	0,036	c
M736	ICCGHAZ-100s	-40	80,7	0,044	c
M740	ICCGHAZ-100s	-40	90,3	0,044	c
M735	ICCGHAZ-100s	-20	88,3	0,043	c
M749	ICCGHAZ-100s	-20	88,7	0,052	c
M738	ICCGHAZ-100s	-20	94,2	0,055	c
M734	ICCGHAZ-100s	-20	125,5	0,089	c
M733	ICCGHAZ-100s	0	125,8	0,096	c
M732	ICCGHAZ-100s	0	156,6	0,118	c
M739	ICCGHAZ-100s	20	141	0,104	c
M745	ICCGHAZ-100s	20	152,5	0,113	u
M731	ICCGHAZ-100s	20	184,9	0,171	u

tableau B. 17 : Ténacités et CTOD de ICCGHAZ-100s mesurées sur éprouvettes KF20 testées à différentes températures. N.B. : c=clivage, u=propagation stable puis clivage, m=charge limite atteinte et dépassée.

Repère	Microstructure	T(°C)	K _J (MPa.√m)	CTOD (mm)
R576	CGHAZ-500s	20	138,9	0,127
R572	CGHAZ-500s	20	187,2	0,216
R566	CGHAZ-500s	20	76,6	0,042
R569	CGHAZ-500s	0	79,3	0,036
R565	CGHAZ-500s	0	112,2	0,086
R575	CGHAZ-500s	-20	77,9	0,034
R574	CGHAZ-500s	-20	105	0,063
R570	CGHAZ-500s	-20	124,5	0,081
R573	CGHAZ-500s	-50	56	0,014
R563	CGHAZ-500s	-50	99,4	0,055
R564	CGHAZ-500s	-50	108,2	0,057
R568	CGHAZ-500s	-90	51,3	0,016
R567	CGHAZ-500s	-90	57,1	0,015

tableau B. 18 : Ténacités et CTOD de CGHAZ-500s mesurées sur éprouvettes KF20 testées à différentes températures.

Annexe C

Procédures numériques

Cette annexe présente successivement les modèles d'homogénéisation à champs moyens et l'application du modèle de Beremin aux géométries fissurées. Dans cette deuxième partie, on expose en particulier l'influence de la loi de comportement sur l'identification des paramètres m et σ_u et sur la prévision des courbes de transition de ténacité.

1. Modèles d'homogénéisation à champs moyens	264
1.1. Problème de l'inclusion d'Eshelby (1957).....	264
1.2. Estimation autocohérente classique en élasticité	265
1.3. Méthode de Hill en élasto-plasticité	265
2. Application du modèle de Beremin	267
2.1. Influence de la loi de comportement sur l'identification de m et σ_u	267
2.2. Prévisions de la ténacité	268

1. Modèles d'homogénéisation à champs moyens

1.1. Problème de l'inclusion d'Eshelby (1957)

Les techniques d'homogénéisation font appel à la résolution du problème d'une inclusion élastique I (tenseur des modules $\underline{\underline{C}}^I$) dans une matrice infinie Ω (tenseur des modules $\underline{\underline{C}}^0$) et soumise à un chargement homogène à l'infini $\vec{u} = \underline{\underline{E}}^0 \cdot \vec{x}$. Eshelby a résolu ce problème en 1957, en considérant le cas d'une inclusion de mêmes propriétés élastiques que la matrice ($\underline{\underline{C}}^0$) et soumise à une déformation libre $\underline{\underline{\varepsilon}}^L$ (dilatation thermique, transformation de phase par exemple). La déformation dans une inclusion ellipsoïdale est homogène et s'écrit:

$$\underline{\underline{\varepsilon}}^I = \underline{\underline{S}}^{\text{esh}} : \underline{\underline{\varepsilon}}^L \quad \text{Eq. C. 1}$$

où le tenseur $\underline{\underline{S}}^{\text{esh}}$ est appelé tenseur d'Eshelby. Les contraintes dans l'inclusion valent alors :

$$\underline{\underline{\sigma}}^I = \underline{\underline{C}}^0 : (\underline{\underline{S}}^{\text{esh}} - \text{Id}) : \underline{\underline{\varepsilon}}^L \quad \text{Eq. C. 2}$$

Dans le cas d'un milieu isotrope et d'une inclusion sphérique, les fonctions de Green sont explicites, et on trouve :

$$\underline{\underline{S}}^{\text{esh}} = \alpha_0 \underline{\underline{K}} + \beta_0 \underline{\underline{J}}^1 \quad \text{Eq. C. 3}$$

$$\text{avec :} \quad \alpha_0 = \frac{3k_0}{3k_0 + 4\mu_0} \quad \text{et} \quad \beta_0 = \frac{6}{5} \cdot \frac{k_0 + 2\mu_0}{3k_0 + 4\mu_0} \quad \text{Eq. C. 4}$$

Cette solution peut être appliquée à la résolution du problème de l'hétérogénéité élastique, i.e. une inclusion élastique (μ , k) entourée d'une matrice (μ_0 , k_0) infinie élastique de propriétés différentes. En effet, les deux problèmes sont équivalents à condition d'imposer une déformation libre fictive judicieusement choisie. La déformation dans l'inclusion est alors donnée par le tenseur :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}^I = (\underline{\underline{C}}^* + \underline{\underline{C}}^I)^{-1} : (\underline{\underline{C}}^* + \underline{\underline{C}}^0) : \underline{\underline{E}}^0 \quad \text{Eq. C. 5}$$

où $\underline{\underline{C}}^*$ est le tenseur d'influence de Hill. Il est symétrique, défini positif et ne dépend que des propriétés élastiques de la matrice et de la forme de l'inclusion.

Dans le cas de la sphère et de l'élasticité isotrope, on trouve :

$$\underline{\underline{C}}^* = 3k^* \underline{\underline{J}} + 2\mu^* \underline{\underline{K}} \quad \text{Eq. C. 6}$$

$$\text{avec} \quad \begin{cases} 3k^* = 4\mu^0 \\ 2\mu^* = \frac{\mu^0(9k^0 + 8\mu^0)}{3(k^0 + 2\mu^0)} \end{cases}$$

$$\underline{\underline{\varepsilon}}^I = \frac{1}{1 + \alpha_0(k_1 - k_0)/k_0} \cdot \frac{\text{Tr} \underline{\underline{E}}}{3} \cdot \underline{\underline{Id}} + \frac{1}{1 + \beta_0(\mu_1 - \mu_0)/\mu_0} \cdot \underline{\underline{E}}^{\text{dev}} \quad \text{Eq. C. 7}$$

¹ N.B. Les tenseurs $\underline{\underline{J}}$ et $\underline{\underline{K}}$ extraient respectivement la partie sphérique et la partie déviatorique d'un tenseur d'ordre 2.

1.2. Estimation autocohérente classique en élasticité

Dans le cadre de la méthodologie générale d'homogénéisation, la solution du problème élémentaire de l'inclusion d'Eshelby permet de résoudre le problème de localisation. Pour cela, on considère diverses configurations successives d'inclusions pour lesquelles on peut déterminer les grandeurs locales. Dans l'approche autocohérente classique, on considère tour à tour chacune des phases en inclusion dans un milieu homogène ayant les propriétés du matériau global homogénéisé cherché :

$\underline{\underline{\Sigma}} = \underline{\underline{C}}^{\text{eff}} : \underline{\underline{E}}$ et $\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{C}} : \underline{\underline{\varepsilon}}$ dans chacune des phases.

D'après la solution d'Eshelby, on peut alors écrire :

$$\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{\Sigma}} = \underline{\underline{C}}^* : (\underline{\underline{E}} - \underline{\underline{\varepsilon}}) \quad \text{Eq. C. 8}$$

où $\underline{\underline{C}}^* = \underline{\underline{C}}^{\text{eff}} : (\underline{\underline{S}}^{-1} - \text{Id})$ est le tenseur de localisation de Hill. D'où :

$$(\underline{\underline{C}} + \underline{\underline{C}}^*) : \underline{\underline{\varepsilon}} = (\underline{\underline{C}}^{\text{eff}} + \underline{\underline{C}}^*) : \underline{\underline{E}} \quad \text{Eq. C. 9}$$

Le tenseur de localisation des déformations vaut donc :

$$\underline{\underline{A}} = (\underline{\underline{C}} + \underline{\underline{C}}^*)^{-1} : (\underline{\underline{C}}^{\text{eff}} + \underline{\underline{C}}^*) \quad \text{Eq. C. 10}$$

Comme $\underline{\underline{C}}^{\text{eff}} = \underline{\underline{C}} : \underline{\underline{A}}$, il vient que $\underline{\underline{C}}^{\text{eff}}$ est la solution de l'équation intégrale implicite :

$$\underline{\underline{C}}^{\text{eff}} = \left\langle \underline{\underline{C}} : (\underline{\underline{C}} + \underline{\underline{C}}^*)^{-1} : (\underline{\underline{C}}^{\text{eff}} + \underline{\underline{C}}^*) \right\rangle \quad \text{Eq. C. 11}$$

1.3. Méthode de Hill en élasto-plasticité

On peut généraliser les traitements précédents (estimation autocohérente classique en élasticité) au cas de l'élasto-plasticité (ou plus généralement de comportements non linéaires) en identifiant l'état plastique courant à un état élastique d'un matériau fictif. On utilise pour cela les modules sécants ou tangents des lois considérées. Le comportement local de chaque phase s'écrit sous la forme linéaire incrémentale :

$$\underline{\underline{\dot{\sigma}}} = \underline{\underline{L}} : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} \quad \text{Eq. C. 12}$$

$\underline{\underline{L}}$ est appelé tenseur des modules instantanés.

Par généralisation du modèle autocohérent en élasticité, Hill considère que le comportement élasto-plastique de la matrice est décrit par le tenseur effectif des modules instantanés :

$$\underline{\underline{\dot{\Sigma}}} = \underline{\underline{L}}^{\text{eff}} : \underline{\underline{\dot{E}}} \quad \text{Eq. C. 13}$$

La solution du problème est identique au cas élastique et fait intervenir le tenseur d'Eshelby $\underline{\underline{S}}$. La règle de localisation s'écrit :

$$\underline{\underline{\dot{\sigma}}} = \underline{\underline{\dot{\Sigma}}} + \underline{\underline{L}}^* : (\underline{\underline{\dot{E}}} - \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}) \quad \text{Eq. C. 14}$$

avec $\underline{\underline{L}}^* = \underline{\underline{L}}^{\text{eff}} : (\underline{\underline{S}}^{-1} - \text{Id})$ est le tenseur d'accommodation.

Le tenseur des modules instantanés du milieu homogène effectif $\underline{\underline{L}}^{\text{eff}}$ est solution de l'équation intégrale implicite :

$$\underline{\underline{L}}^{\text{eff}} = \left\langle \underline{\underline{L}} : (\underline{\underline{L}} + \underline{\underline{L}}^*)^{-1} : (\underline{\underline{L}}^{\text{eff}} + \underline{\underline{L}}^*) \right\rangle \quad \text{Eq. C. 15}$$

La résolution pas à pas, sur le trajet de chargement, fait intervenir des traitements numériques complexes. C'est pourquoi des simplifications supplémentaires ont été apportées par Kröner et Berveiller-Zaoui.

Approximations de Kröner et de Berveiller-Zaoui (cf. Chapitre V)

Première hypothèse :

L'élasticité est homogène et décrite par le tenseur des modules $\underline{\underline{C}}$. Ce qui entraîne :

$$\underline{\underline{\dot{E}}}^P = \langle \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^P \rangle \quad \text{Eq. C. 16}$$

En décomposant la vitesse de déformation macroscopique en $\underline{\underline{\dot{E}}} = \underline{\underline{\dot{E}}}^e + \underline{\underline{\dot{E}}}^P$, la règle de localisation s'écrit :

$$\underline{\underline{\dot{\sigma}}} = \underline{\underline{\dot{\Sigma}}} + (\underline{\underline{\text{Id}}} + \underline{\underline{L}}^{\text{eff}} : (\underline{\underline{S}}^{-1} - \underline{\underline{\text{Id}}}) : \underline{\underline{C}}^{-1})^{-1} : \underline{\underline{L}}^{\text{eff}} : (\underline{\underline{S}}^{-1} - \underline{\underline{\text{Id}}}) : (\underline{\underline{\dot{E}}}^P - \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^P) \quad \text{Eq. C. 17}$$

Deuxième hypothèse selon l'approximation de Kröner :

La matrice ne peut accommoder qu'élastiquement, i.e. :

$$\underline{\underline{L}}^{\text{eff}} = \underline{\underline{C}} \quad \text{Eq. C. 18}$$

Le tenseur d'accommodation (appelé dans ce cas particulier « tenseur d'accommodation élastique ») s'écrit alors :

$$\underline{\underline{L}}^* = \underline{\underline{C}} : (\underline{\underline{\text{Id}}} - \underline{\underline{S}}) \quad \text{Eq. C. 19}$$

La vitesse de contrainte dans l'inclusion est homogène et vaut :

$$\underline{\underline{\dot{\sigma}}} = \underline{\underline{\dot{\Sigma}}} + \underline{\underline{L}}^* : (\underline{\underline{\dot{E}}}^P - \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^P) \quad \text{Eq. C. 20}$$

Dans le cas particulier d'une inclusion sphérique, l'équation précédente devient :

$$\underline{\underline{\dot{\sigma}}} = \underline{\underline{\dot{\Sigma}}} + 2\mu \cdot (1 - \beta) : (\underline{\underline{\dot{E}}}^P - \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^P) \quad \text{Eq. C. 21}$$

avec $\beta = \frac{2 \cdot (4 - 5\nu)}{15 \cdot (1 - \nu)} \approx 1/2$ pour un acier.

Deuxième hypothèse selon l'approximation de Berveiller et Zaoui :

Le tenseur des modules instantanés effectif est isotrope, i.e. qu'il est de la forme :

$$\underline{\underline{L}}^{\text{eff}} = \underline{\underline{L}}' \text{ avec } \underline{\underline{L}}' = 3k' \underline{\underline{K}} + 2\mu' \underline{\underline{J}} \quad \text{Eq. C. 22}$$

k' et μ' sont des modules tangents approchés.

Dans le cas d'une inclusion sphérique, la règle de localisation s'écrit :

$$\underline{\underline{\dot{\sigma}}} = \underline{\underline{\dot{\Sigma}}} + \frac{\mu}{1 + \frac{3\mu}{2} \cdot \frac{E_{\text{eq}}}{\Sigma_{\text{eq}}}} : (\underline{\underline{\dot{E}}}^P - \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^P) \quad \text{Eq. C. 23}$$

2. Application du modèle de Beremin

2.1. Influence de la loi de comportement sur l'identification de m et σ_u

- Influence de la loi de comportement du métal de base sur les valeurs P_R et σ_w calculées en post-traitement :

Le post-traitement de Beremin a été appliqué à une éprouvette AE4-50 testée à -170°C calculée en utilisant deux lois de comportement : une loi puissance ne décrivant pas le palier de Lüders et une loi mixte constante et égale à la contrainte au palier pour $\varepsilon < \varepsilon_L$, et une loi puissance décrivant l'écroutissage pour $\varepsilon > \varepsilon_L$.

Les évolutions des contraintes de Weibull et des probabilités de rupture sont présentées à la figure C. 1. L'influence de la loi de comportement sur le calcul des paramètres de l'approche locale de la rupture n'est pas négligeable. L'effet des sur-contraintes en début d'essai induites par le phénomène de Piobers-Lüders sur la contrainte de Weibull s'atténue quand la déformation vraie augmente. Ces sur-contraintes entraînent cependant une augmentation de la probabilité de rupture qui se répercute sur tout le domaine de déformation. Pour une déformation à rupture expérimentale proche de 20%, les probabilités de rupture prédites avec les lois « puissance » et « palier » valent respectivement 23 et 36%.

- Influence de la loi de comportement sur l'identification de m et σ_u :

Ces effets se répercutent bien sûr sur l'identification des paramètres m et σ_u du modèle (figure C. 2) : la contrainte critique σ_u est d'autant plus élevée que la contrainte de Weibull calculée est élevée. La contrainte σ_u identifiée avec une loi palier est supérieure à celle identifiée avec une loi tangente, elle-même supérieure à celle identifiée avec une loi puissance.

Le choix de la loi de comportement et la prise en compte du phénomène de Piobers-Lüders constituent donc un problème d'importance lorsque l'on cherche à déterminer de manière précise les paramètres de l'approche locale de la rupture fragile. On pourra éventuellement envisager des lois plus complexes, mais intrinsèques, faisant intervenir une sur-contrainte en début de plasticité suivie d'un adoucissement déjà appliquées avec succès dans la littérature pour décrire le palier de Lüders en traction [TSU98].

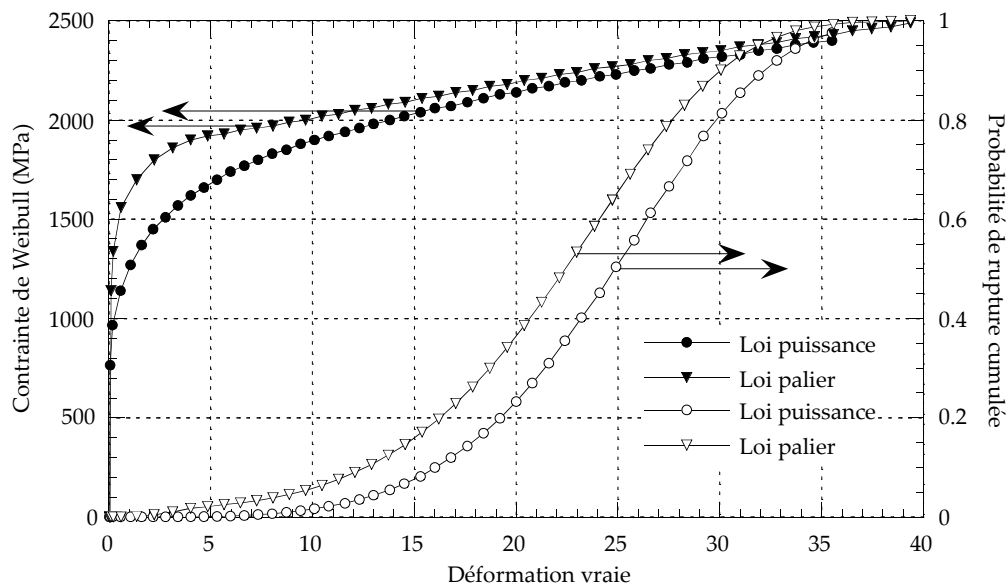


figure C. 1 : Influence de la loi de comportement sur les paramètres de l'approche locale de la rupture calculés en post-traitement.

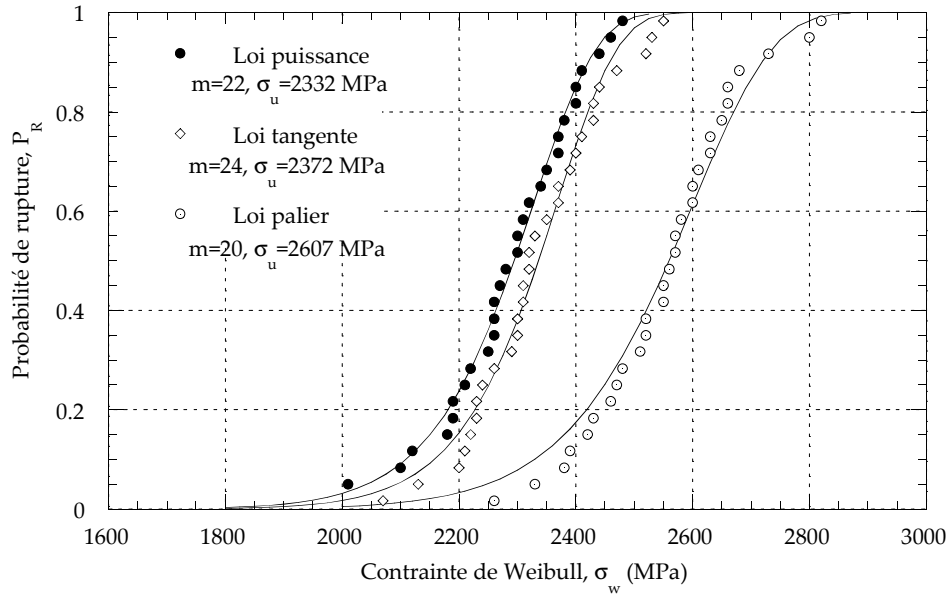


figure C. 2 : Influence de la loi de comportement sur l'identification des paramètres m et σ_u du métal de base.

2.2. Prévisions de la ténacité

2.2.1. Ajustement des paramètres a , b , c et d

Dans le cadre de l'application du modèle aux géométries fissurées, le groupe Beremin a exprimé, pour un état de déformation plane, la probabilité de rupture cumulée :

$$P_R = 1 - \exp\left(-\frac{\sigma_y^{m-4} \cdot B \cdot K_{Ic}^4 \cdot C_{m,n}}{V_0 \cdot \sigma_u^m}\right) \quad \text{Eq. C. 24}$$

où $C_{m,n}$ est une constante d'intégration dépendant de m et du coefficient d'érouissage n .

L'effet d'échelle $K_{Ic}^4 \cdot B = \text{Cte}$ prévu par Beremin n'est valable que lorsque le champ HRR décrit parfaitement les contraintes et les déformations en pointe de fissure. En réalité, on peut montrer [DIF96] que le facteur d'intensité de contrainte critique K_{Ic} n'intervient pas toujours à la puissance 4. L'exposant d'effet d'échelle « a » est déterminé à partir de calculs par éléments finis, par régression linéaire de l'équation :

$$m \cdot \ln\left(\frac{\sigma_w}{\sigma_y}\right) = a \cdot \ln\left(\frac{K_I}{\sigma_y}\right) + b \quad \text{Eq. C. 25}$$

où a et b sont deux constantes à déterminer pour chaque microstructure.

Ces constantes étant déterminées, l'évolution de la ténacité avec la température est alors directement issue de la variation de σ_y avec la température.

De la même manière, les prévisions de CTOD sont obtenues par régression linéaire de l'équation :

$$m \cdot \ln\left(\frac{\sigma_w}{\sigma_y}\right) = c \cdot \ln\left(\frac{\text{CTOD}}{\sigma_y}\right) + d \quad \text{Eq. C. 26}$$

Les régressions linéaires C.25 et C.26 permettant la détermination des paramètres a , b , c et d sont présentées à la figure C. 3.

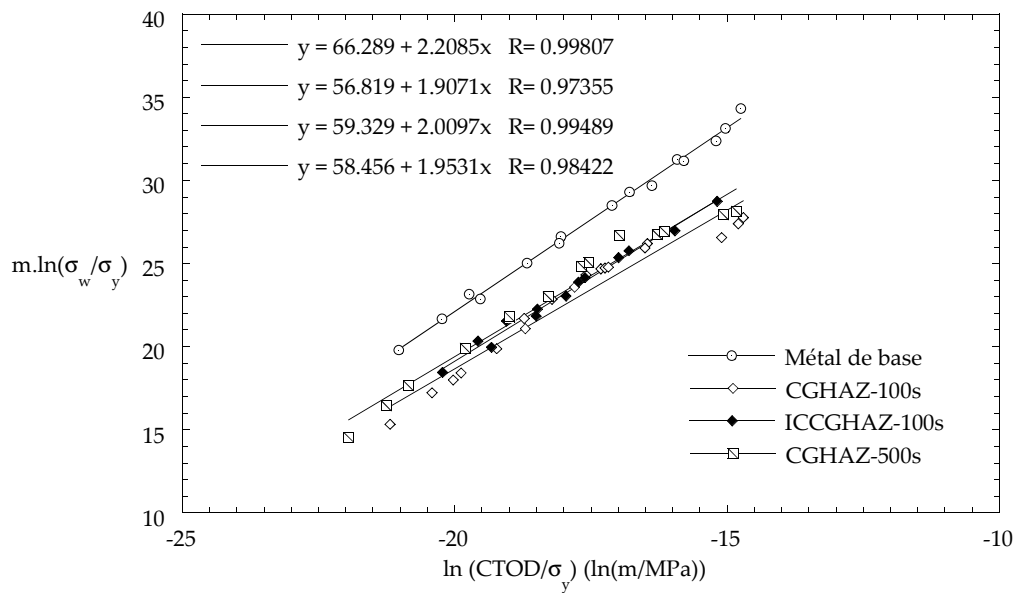
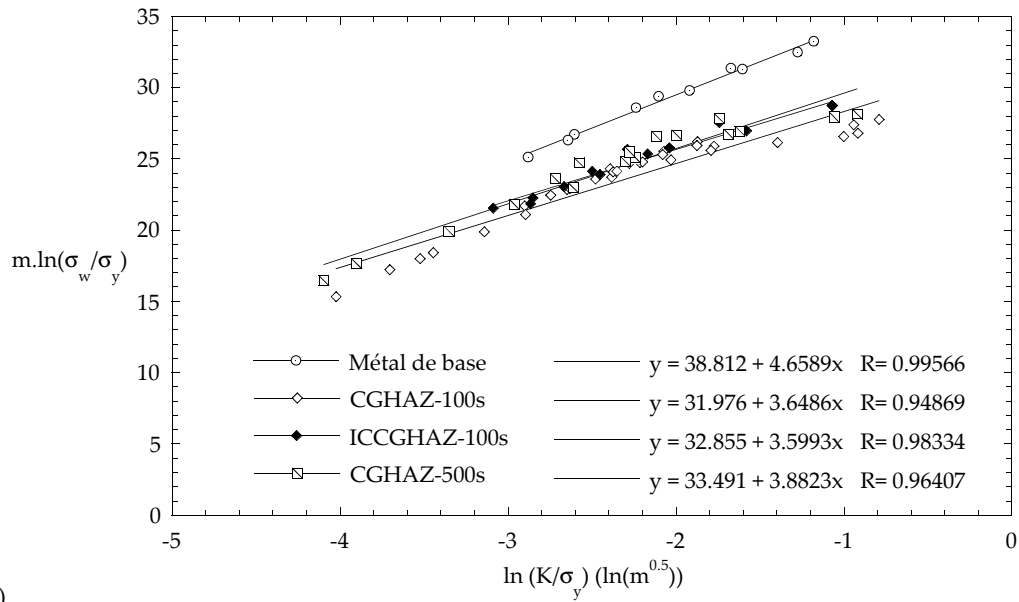


figure C. 3 : Régressions linéaires utilisées pour les calculs de prévision de a) ténacité et de b) CTOD. La loi de comportement du métal de base est une loi puissance.

N.B. : En écrivant que $CTOD = \frac{K^2}{2E\sigma_y}$, il vient que $a=2c$, ce qui est effectivement retrouvé.

2.2.2. Prévisions de la courbe de transition de ténacité pour le métal de base

Les prévisions de ténacité à 10%, 50% et 90% de probabilité de rupture sont présentées à la figure C. 4. Si elle n'est pas exagérée, l'influence de la loi de comportement sur les prévisions de ténacité reste significative. Ces lois interviennent à double reprise : 1) dans le choix des paramètres m et σ_0 utilisés pour le post-traitement sur éprouvettes fissurées, 2) dans le calcul des éprouvettes fissurées elles-mêmes. Les effets de la loi de comportement sur ces deux points se compensent assez naturellement. Il est donc délicat de tirer de ces résultats une tendance évidente.

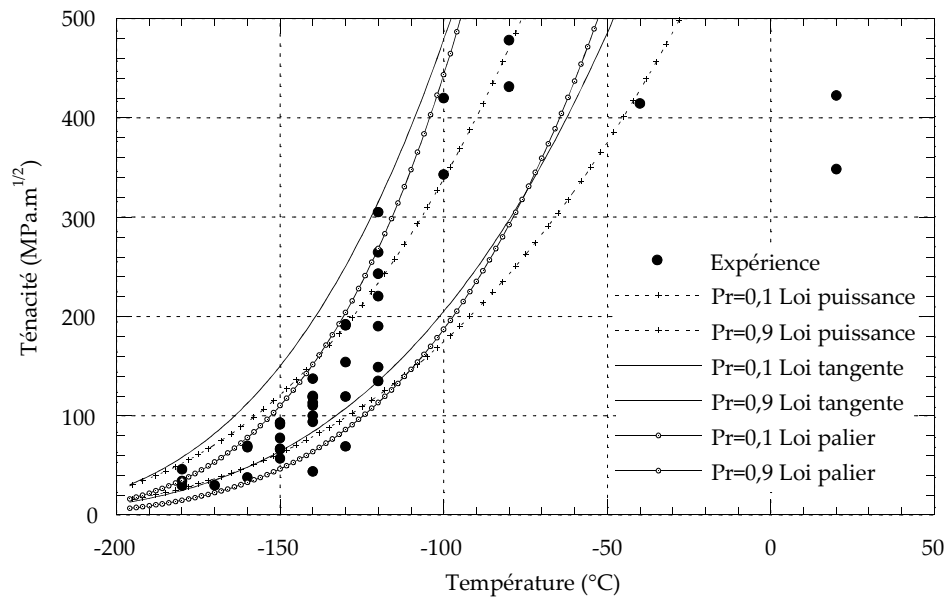


figure C. 4 : Prévisions de ténacité à 10%, 50% et 90% de probabilité de rupture, pour trois lois de comportement différentes (lois puissance, tangente et palier).

Références bibliographiques

- [AAR90] Aaronson H.I., Reynolds W. T., Shiflet G.J., Spanos G., « Bainite viewed three different ways », *Metallurgical Transactions*, (June 1990), Volume **21A**, No. 6, pp 1343-1380
- [ÅGR92] Ågren J., « Computer simulations of diffusional reactions in complex steels », *ISIJ International*, (1992), Volume **32**, pp 291-296
- [AIH88] Aihara S., Haze T., « Influence of high-carbon martensitic island on crack-tip opening displacement value of weld heat-affected zone in HSLA steels », in TMS Annual Meeting 1988, Phoenix Arizona, (1988), pp 1-13
- [AKS87] Akselsen O. M., Grong Ø., Solberg J. K., « Structure-property relationships in intercritical heat affected zone of low-carbon microalloyed steels », *Materials Science and Technology*, (1987), Volume **3**, pp 649-655
- [AKS88] Akselsen O. M., Grong Ø., Solberg J. K., « Effects of martensite -austenite (MA) islands on intercritical heat-affected zone toughness of low carbon microalloyed steels », *Scandinavian Journal of Metallurgy*, (1988), Volume **17**, pp 194-200
- [ALE96] Alé R. M., Rebello, J. M. A., Charlier J., « A metallographic technique for detecting martensite-austenite constituents in the weld heat-affected zone of a micro-alloyed steel », *Materials Characterization*, (1996), Volume **37**, pp 89-93
- [AND91] Anderson T. L., « Fracture Mechanics – Fundamentals and Applications », (1991), CRC Press Inc., 793p
- [AND65] Andrews K. W., « Empirical formulae for the calculation of some transformations temperatures », *Journal of the Iron and Steel Institute*, (July 1965), Volume **203**, pp 721-727
- [ARG87] Argon A. S., « Brittle to ductile transition in cleavage fracture », *Acta Materialia*, (1987), Volume **35**, No. 1, pp 185-196
- [ASH82] Ashby M. F., Easterling K. E., « A first report on diagrams for grain growth in welds », *Acta metallurgica*, (1982), Volume **30**, pp 1969-1978
- [ASTM E399-90] ASTM E399-90, « Standard test method for plane-strain fracture toughness of metallic materials », *ASTM Standards*, (1990), pp 485-515
- [ASTM E1290-89] ASTM E1290-89, « Standard test method for Crack-Tip Opening Displacement (CTOD) fracture toughness measurement », *ASTM Standards*, (1989), Volume **03.01**, pp 924-939
- [ASTM E813-89] ASTM E813-89, « Standard test method for J_{Ic} , a measure of fracture toughness », *ASTM Standards*, (1989), Volume **03.01**, pp 713-727
- [ASTM E1921-97] ASTM E1921-97, « Standard test method for determination of reference temperature, T_0 , for ferritic steels in the transition range », *ASTM Standards*, (1997), pp 1068-1084
- [AVE59] Averbach B. L., Felbeck, Hahn G. T., « Fracture – 5. Initiation of cleavage microcracks in polycrystalline Iron and Steel », Technology Press of MIT, John Wiley (1959), pp 91-116
- [BAI24] Bain E. C., Dunkirk N. Y., « The nature of martensite », *Transaction AIME*, (1924), Volume **70**, pp 25-46

- [BAR81] Barnard S.J., Smith G.D.W., Sarikaya M., Thomas G., « Carbon atom distribution in a dual phase steel : an atom probe study », *Scripta Metallurgica*, (1981), Volume 15, pp 387-392
- [BER81] Beremin F.M., « Cavity formation from inclusions in ductile fracture of A508 steel », *Metallurgical Transactions A*, (May 1981), Volume 12, pp 723-731
- [BER83] Beremin F. M., « A local criterion for cleavage fracture of nuclear pressure vessel steel », *Metallurgical Transactions*, (1983), Volume 14A, pp 2277-2287
- [BER79] Bernard G., « Les études poursuivies à l'IRSID sur la soudabilité des aciers de construction », *Revue de Métallurgie*, (octobre 1979), pp 637-648
- [BER99] Bernauer G., Brocks W., Schmitt W., « Modifications of the Beremin model for cleavage fracture in the transition region of a ferritic steel », *Engineering Fracture Mechanics*, (1999), Volume 64, pp 305-325
- [BER79bis] Berveiller M., Zaoui A., « An extension of the self-consistent scheme to plastically-flowing polycrystals », *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, (1979), Volume 26, pp 325-344
- [BHA79] Bhadeshia H.K.D.H., Edmonds D.V., « The bainite transformation in a silicon steel », *Metallurgical Transactions*, (1979), Volume 10A, pp 895-907
- [BHA92] Bhadeshia H.K.D.H., « Bainite in steels », Institute of Materials, London, (1992), pp 1-451
- [BHA99] Bhadeshia H.K.D.H., « The bainite transformation : unresolved issues », *Materials Science and Engineering*, (1999), Volume A273-275, pp 58-66
- [BIS71] Biss V., Cryderman R.L., « Martensite and retained austenite in hot-rolled, low carbon bainitic steels », *Metallurgical Transactions*, (August 1971), Volume 2, pp 2267-2276
- [BON98] Bonnevie E., « Influence de l'aluminium et du silicium sur la ténacité des zones affectées par la chaleur lors du soudage d'aciers de construction métallique », Rapport IRSID MPM 98/1912, (Décembre 1998), 37p
- [BOU98] Bouyne E., Flower H.M., Lindley T.C., Pineau A., « Use of EBSD technique to examine microstructure and cracking in a bainitic steel », *Scripta Materialia*, (July 1998), Volume 39, No. 3, pp 295-300
- [BOU99] Bouyne E., « Propagation et arrêt de fissure de clivage dans l'acier 2 ¼ Cr-1Mo », Thèse de doctorat de l'Ecole des Mines de Paris, (Octobre 1999)
- [BOW86] Bowen P., Druce S. G., Knott J. F., « Effects of Microstructure on Cleavage Fracture in Pressure Vessel Steel », *Acta Metallurgica*, (1986), Volume 34 (6), pp 1121-1131
- [BOW54] Bowles J.S., Mackenzie J.K., « The crystallography of martensite transformations I », *Acta Metallurgica*, (January 1954), Volume 2, pp 130-137
- [BOW54bis] Bowles J.S., Mackenzie J.K., « The crystallography of martensite transformations. III Face-centred cubic to body-centred tetragonal transformations », *Acta Metallurgica*, (March 1954), Volume 2, pp 224-234
- [BRA90] Bramfitt B.L., Speer J.G., « A perspective on the morphology of bainite », *Metallurgical Transactions*, (April 1990), Volume 21A, pp 817-829
- [BRO77] Brozzo P., Buzzichelli G., Mascanzoni A., Mirabile M., « Microstructure and cleavage resistance of low-carbon bainitic steels », *Metal Science*, (April 1977), Volume 11, No.4, pp 123 - 129
- [BRO98] Brozzo P., Capurro M., Ienco M. G., Pinasco M. R., « Microstructure and cleavage resistance of heat affected zones in high strength, microalloyed steel welds », *Materials Science and Technology*, (February 1998), Volume 14, pp 123-128
- [CAO97] Cao W. D., « An investigation into the mechanism of cleavage fracture in a dual phase steel » Cleavage Fracture: George R. Irwin Symposium, Indianapolis, Indiana, USA, 15-17 Sept. 1997, The Minerals, Metals and Materials Society, (1997), pp 237-245
- [CAR99] Carassou S., « Déclenchement du clivage dans un acier faiblement allié: Rôle de l'endommagement ductile localisé autour des inclusions », Thèse de Doctorat de l'Ecole des Mines de Paris, (Octobre 1999)

- [CAR98] Carius H, Hanus F, Kaplan D., Sturel T., « Couplage d'un modèle métallurgique de soudage et de critères locaux de rupture pour prévoir la ténacité des joints soudés multipasses », Rapport interne IRSID n°RE97-35, (Octobre 1998), présenté aux Journées d'études AFIAP, Paris, 27-29 octobre 1998
- [CECA99] Recherche CECA – 7210-PR-044, « Modelling of mechanical properties and local deformation of high strength multi-phases steels », (1999), Rapport annuel n°3
- [CHE84] Chen J. H., Kikuta Y., Araki T., Yoneda M., Matsuda Y., « Micro-fracture behaviour induced by M-A constituent (island martensite) in simulated welding heat affected zone of HT80 high strength low alloyed steel », *Acta Metallurgica*, (1984), Volume 32, n° 10, pp 1779-1788
- [CHR58] Christian J.W., « Accommodation strains in martensite formation and the use of a dilatation parameter », *Acta Metallurgica (Letters to the editor)*, (1958), Volume 6, pp 377-379
- [CLA81] Clark G., Corderoy D.J.H., Ringshall N.W., Knott J.F., « Acoustic emissions associated with fracture processes in structural steels », *Metal Science*, (November – December 1981), Volume 15, pp 481-491
- [COL99] Colin C., Sartini J. C., « Méthodologie des essais dilatométriques sur Gleeble 1500 », Note technique IRSID MPM 99 N 2103, Mars 1999, 23 p
- [COT58] Cottrell A. H., « Theory of Brittle Fracture in Steel and Similar Metals », *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, (April 1958), Volume 212, pp 192-203
- [CUR78] Curry D. A., « Grain size dependance of cleavage fracture toughness in mild steels », *Nature*, (1978), Volume 276, p 50-51
- [CUR79] Curry D. A., Knott J. F., « Effect of microstructure on cleavage fracture toughness of quenched and tempered steel », *Metal Science*, (1979), Volume 13, pp 341-345
- [CUR80] Curry D. A., « Cleavage micromechanisms of crack extension in steels », *Metal Science*, (August-September 1980), Volume 14, No. 8/9, pp 319-326
- [DAV30] Davenport A.T., Bain E.C., *Transactions of Metallurgical Society AIME*, (1930), Volume 90, pp 117-154 (également dans *Metallurgical Transactions A*, (1970), Volume 1, pp 3501-3530, avec les commentaires de H.W. Paxton)
- [DAV93] Davis C. L., King J. E., « Effect of cooling rate on intercritically reheated microstructure and toughness in high strength low alloy steel », *Materials Science and Technology*, (January 1993), Volume 9, pp 8-15
- [DAV94] Davis C. L., King J. E., « Cleavage initiation in the intercritically reheated coarse-grained heat affected zone: Part I. Fractographic evidence », *Metallurgical and Materials Transactions*, (1994), Volume 25A, pp 563-573
- [DAV96] Davis C. L., King J. E., « Cleavage initiation in the intercritically reheated coarse-grained heat affected zone: Part II. Failure criteria and statistical effects », *Metallurgical and Materials Transactions*, (1996), Volume 27A, pp 3019-3029
- [DEA38] Dearden J., O'Neill H., *Trans. Inst. Welding*, (1938), Volume 1, p 203 qui fait l'annexe de la publication : Swinden T., O'Neill H., *Trans. Inst. Welding*, (1938), Volume 1, pp 7-34
- [DES98] Desgranges C., Maugis P. « Comparaison entre différents modèles de croissance de précipités. Application au cas du cuivre dans la ferrite », (1998), Note technique IRSID, MPM N98/1851
- [DEV87] Devillers L., Kaplan D., Jansen J. P., « Simulation thermique des Zones Affectées par la Chaleur en soudage multipasse des aciers de construction », *Soudage et techniques connexes*, Mars-Avril 1987
- [DEV88] Devillers L., Kaplan D., « Le rôle des zones fragiles locales vis-à-vis de la ténacité à l'amorçage des joints soudés en acier C-Mn », Rapport interne IRSID, n° RE 88318 (1988)
- [DEV92] Devillers L., Kaplan D., Testard P., « An approach for predicting microstructures and toughness properties in heat affected zones of multipass welds of structural steels », *Steel World*, (Août 1992), pp 69-82

- [DIF96] Di Fant M., Le Coq V., Cleizergues O., Carollo G., Mudry F., Bauvineau L., Burlet H., Pineau A., Marini B., Koundy M., Sainte Catherine C., Eripret C., « Mise en place d'une méthodologie simplifiée pour utiliser les critères locaux de rupture, Rapport final - Convention MRES n°92.A.0334 », Rapport IRSID RE 96.03, (Février 1996), 38 p
- [DOL72] Dolby R. E., Knott J. F., « Toughness of Martensitic and Martensitic-Bainitic Microstructures With Particular Reference to Heat-Affected Zones in Welded Low-Alloy Steels », *Journal of the Iron and Steel Institute*, (1972), Volume **210**, No.11, pp 857-865
- [DRI98] Drillet J., Jankowski I., Maugis P., Sartini J.C., « Influence du traitement thermique sur la nature et la forme des composés Martensite-Austénite (M-A) », Rapport IRSID MPM 98N1839, (Novembre 1998)
- [DUE86] Dueren C., « Formulae for calculating maximum hardness in the HAZ of welded joints », (1986), Doc. IIW IX-1437-86
- [EAS83] Easterling K.E., « Introduction to the physical metallurgy of welding », Butterworths, London, (1983)
- [GAO98] Gao X., Ruggieri C., Dodds R.H., « Calibration of Weibull stress parameters using fracture toughness data », *International Journal of Fracture*, (1998), Volume **92**, pp 175-200
- [GLA75] Gladman T., Dulieu D., Mac Ivor I.D., 'Microalloying 1975' Conf., Washington, 1-3 octobre 1975
- [GOU00] Gourgues A.F., Flower H.M., Lindley T.C., « Electron backscattering diffraction study of acicular ferrite, bainite, and martensite steel microstructures », *Materials Science and Technology*, (January 2000), Volume **16**, No.1, pp 26-40
- [GRA77] Grange R.A., Hribal C.R., Porter L. F., « Hardness of tempered martensite in carbon and low-alloy steels », *Metallurgical Transactions*, (novembre 1977), Volume **8A**, pp 1775-1785
- [GRO94] Grong Ø., « Metallurgical modelling of welding », The Institute of Metals Publications, London, (1994), pp 337-386
- [HAB67] Habraken L. J., Economopoulos M., « Bainitic microstructures in low-carbon alloy steels and their mechanical properties », Proc Symp. On Transformation and Hardenability in Steels, Climax Molybdenum Company, Ann Harbor, Michigan (1967), pp 69-108
- [HAH84] Hahn G. T., « The influence of microstructure on brittle fracture toughness », *Metallurgical Transactions*, Volume **15A**, (June 1984), pp 947-959
- [HAN93] Hanus F., « Effect of variations in the chemical composition on the weldability of offshore steel grade 450 », Rapport interne Dillinger Hüttenwerke 7210-MC/105 93-F5.01
- [HAZ86] Haze T., Aihara S., « Metallurgical factors controlling HAZ toughness in HT50 steels », IIW Doc. IX-1423-86, (May 1986), pp 1-38
- [HEH72] Hehemann R.F., Kinsman K. R., Aaronson H.I., « Debate on the bainite reaction », *Metallurgical Transactions*, (May 1972), Volume **3**, No.5, pp 1077-1094
- [HEI87] Heiple C.R., Carpenter S. H., « Acoustic Emission Produced by Deformation of Metals and Alloys--a Review », *Journal of Acoustic Emission*, (July-Sept 1987), Volume **6**, No.3, pp 177-204
- [HIL00] Hillert M., Purdy G.R., « On the misuse of the term bainite », *Scripta Materialia*, (2000), Volume **43**, pp 831-833
- [HIR81] Hirai Y., « Effect of Martensite-Austenite Constituent on Toughness of High Strength Steel Weldments », *Journal of Japan Welding Society*, (1981), pp 37-50, traduit du japonais par la cellule « Japon » de l'IRSID
- [HRI92] Hrivnak I., Matsuda F., Li Z., Ikeuchi K., Okada H., « Investigations of metallography and behavior of M-A constituents in weld HAZ of HSLA steels », *Transactions of the JWRI*, (1992), Volume **21**, No. 2, pp 101-110
- [HRI95] Hrivnak I., « Granular bainite in high strength steel welds », *Kovove Materialy*, (1995), Volume **33**, No. 1, pp 31-33, en slovaque, résumé en anglais

- [IKA80] Ikawa H., Oshige H., Tanoue T., « Effect of Martensite--Austenite Constituent on HAZ Toughness of a High-Strength Steel », *Transactions of the Japan Welding Society*, (October 1980), Volume 11, No.2, pp 3-12 (IIW Doc. IX-1156-80, 11)
- [IKA80bis] Ikawa H., Oshige H., Tanoue T., « Study on the Martensite - Austenite Constituent in Weld-Heat Affected Zone of High Strength Steel », *Journal of JWS*, (1980), Volume 49-7 pp 467-472
- [IKE95] Ikeuchi K., Liao J., Tanabe H., Matsuda F., « Effect of temper-bead thermal cycle on toughness of weld ICCGHAZ of low alloy steel SQV-2A », *ISIJ International*, (1995), Volume 35, pp 1203-1212
- [IRV63] Irvine K.J., Pickering F. B., « The impact properties of low carbon bainitic steels », *Journal of the Iron and Steel Institute*, (June 1963), pp 518-530
- [IUN96] Lung T., « Etude bibliographique sur les mécanismes de stabilisation de l'austénite dans les aciers C-Mn. Application à la définition d'un nouveau schéma au train à bandes », Note IRSID MPM N 96/671, (septembre 1996)
- [JAC98] Jacques P., « On the Physics and Mechanics of Phase Transformations in TRIP-Assisted Multiphase Steels », PhD Thesis, Université Catholique de Louvain, Belgique (Décembre 1998)
- [JAN97] Jankowski I., Médard J., Sartini J. C., Maugis P., « Influence du traitement thermique sur la nature et la forme des composés Martensite - Austénite (MA) », Note technique IRSID n° MPM 97 N 1227, (1997)
- [JAN98] Jankowski I., « Quantification des composés M-A après traitement thermique intercritique », Note technique MPM N98/1672, 8 p
- [JAY77] Jayatilaka A.D.S, Trustrum K., « Statistical approach to brittle fracture », *Journal of Materials Science*, (1977), Volume 12, pp 1426-1430
- [KAN99] Kandel M., « Utilisation de DICTRA pour l'estimation des cinétiques de transformations de phases au réchauffage », Note technique IRSID MPM 99/2261, (1999)
- [KAL98] Kaluba W. J., Taillard R., Foct J., « The bainitic mechanism of austenite formation during rapid heating », *Acta materialia*, (1998), Volume 46, No. 16, pp 5917-5927
- [KAL86] Kalwa G., Schnabel E., Schwaab P., « Grain structure of bainitic and martensitic steels », *Steel Research*, (1986), Volume 57, No.5, pp 207-215
- [KAP91] Kaplan D., « Ténacité en zone affectée par la chaleur portée dans le domaine intercritique en soudage. Note bibliographique », Rapport interne IRSID PE5528/DK/LT, (Mai 1991)
- [KAP97] Kaplan D., Cloud-Castillo D., « Influence des composés martensite - austénite résiduelle (MA) sur la ténacité des zones affectées par la chaleur en soudage », Rapport de recherche IRSID n° RE 97.07, (1997)
- [KAS79] Kasamatsu Y., Takashima S., Hosoya T., « Influence of M-A Constituent on Toughness of HAZ of High Strength Weldable Structural Steels », *Journal of the Iron and Steel Institute of Japan*, (1979), Volume 65, pp 92-101
- [KAT88] Katakami M., Mori N., Haze T., Ito K., « Development in microalloying and processing of HSLA steels for offshore structures » Proceedings WMC « Microalloyed HSLA steels », Chicago, (1988), pp 143-161
- [KAW92] Kawabata F., Amano K., Itakura N., Minami F., Toyoda M. et Jing H., « Morphologic effects of local hard phase on toughness of local brittle zone », In M. Toyoda Ed., *Strength Mismatching and its Control*, (July 1992), pp 1-11
- [KAW94] Kawabata F., Amano K., Itakura N., Minami F., Toyoda M., Jing H., « Morphological effect of local hard zone on fracture toughness of weld HAZ », 2nd Workshop on "Constraint effects on the structural performance of welded joints", (1994), Osaka, Japan
- [KEL92] Kelly P.M., « Crystallography of lath martensite in steels », *Materials Transactions JIM*, (1992), Volume 33, No.3, pp 235-242

- [KEN97] Kenney K. L., Reuter W. G., Reemsnyder H. S., Matlock D. K., « Fracture initiation by local brittle zones in weldments of quenched and tempered structural alloy steel plate », *Fatigue and Fracture Mechanics : 28th volume ASTM STP 1321*, J. H. Underwood, B.D. MacDonald, and M.R. Mitchell Ed., American Society for Testing and Materials, (1997), pp 427-449
- [KHA91] Khalili A., Kromp K., « Statistical properties of Weibull estimators », *Journal of Materials Science*, (1991), Volume 26, pp 6741-6752
- [KHA82] Khan M. A., Shoji T., Takahashi H., « Acoustic Emission from Cleavage Microcracking in Alloy Steels », *Metal Science*, (February 1982), Volume 16, No.2, pp 118-126
- [KIM91] Kim B. C., Lee S., Kim N. J., Lee D. Y., « Microstructure and local brittle zone phenomena in high strength low-alloy steel welds », *Metallurgical Transactions*, (1991), Volume 22A, pp 139-149
- [KIM00] Kim M. C., Oh Y. J., Hong J. H., « Characterisation of boundaries and determination of effective grain size in Mn-Mo-Ni low alloy steel from the view of misorientation », *Scripta Materialia*, (2000), Volume 43, pp 205-211
- [KNO66] Knott J.F., « Some effects of hydrostatic tension on the fracture behaviour of mild steel », *Journal of the Iron and Steel Institute*, (1966), Volume 204, No.2, pp 104-111
- [KNO77] Knott J. F., « Micro-mechanisms of fracture and the fracture toughness of engineering alloys », *Fracture 1977*, Volume 1, ICF4, Waterloo, Canada, 19-24 June 1977, pp 61-92
- [KRA95] Krauss G., Thompson S.W., « Ferritic microstructures in continuously cooled low- and ultralow-carbon steels », *ISIJ International*, (1995), Volume 35, No.8, pp 937-945
- [KRO61] Kröner E., « Zur Plastischen Verformung des Vielkristalls », *Acta Materialia*, (1961), Volume 9, pp 155-161
- [LAM00] Lambert A., Drillet J., Gourgues A.F., Sturel T., Pineau A., « Microstructure of martensite-austenite constituents in heat affected zones of high strength low alloy steel welds in relation to toughness properties », *Science and Technology of Welding and Joining*, (2000), Volume 5, No.3, pp 168-173
- [LAM00bis] Lambert A., Garat X., Sturel T., Gourgues A.F., Gingell A., « Application of acoustic emission to the study of cleavage fracture mechanism in a HSLA steel », *Scripta Materialia*, (July 2000), Volume 43, No.2, pp 161-166
- [LAM00ter] Lambert A., Gourgues A.F., Sturel T., Pineau A., « Fracture toughness of simulated HAZ in HSLA steel welds », *Euromat Conference on « Advances in mechanical behaviour, plasticity and damage »*, Tours-France, (7-9 novembre 2000)
- [LAM00] Lambert A., Gourgues A.F., Pineau A., « EBSD study of the mechanism of bainite formation in the heat affected zone of HSLA steel welds », *Journées d'automne 2000, SF2M*, Paris, (17-19 octobre 2000)
- [LAM01] Lambert A., Maugis P., Gourgues A.F., Sturel T., Pineau A., « Formation of Martensite-Austenite constituents in the intercritically reheated HAZ of a HSLA steel », *EMMC4 conference on « Processes-Microstructure-Mechanical Properties »*, Metz-France, 26-29 juin 2000, à paraître dans le *Journal de Physique*
- [LEC72] Lacroisey F., Pineau A., « Martensitic transformations induced by plastic deformation in the Fe-Ni-Cr-C system », *Metallurgical Transactions*, (1972), Volume 3, No.2, pp 387-396.
- [LEE86] Lee S., Livne T., Gerberich W. W., « The Acoustic Emission Measurement of Cleavage Initiation Near the Ductile Brittle Transition Temperature in Steel », *Scripta Metallurgica*, (1986), Volume 20, No.8, pp 1137-1140
- [LEE93] Lee S., Kim B. C., Kwon D., « Fracture toughness analysis of heat-affected zones in high-strength low-alloy steel welds », *Metallurgical Transactions*, (1993), Volume 24A, pp 1133-1141
- [LEE99] Lee S., Huh J. H., Li D. M., Shin D. H., « Acoustic emission behavior during tensile tests of low carbon steel welds », *ISIJ International*, (1999), Volume 39, No.4, pp 365-370

- [LEH99] Lehman J., Note IRSID PCMO/PC 99 nT 23
- [LEN90] Lenain J.C., « Introduction à l'émission acoustique. Applications industrielles », *La Revue de Métallurgie*, (Mars 1990), pp 285-298
- [LIN87] Lin Tsann, Evans A. G., Ritchie R. O., « Stochastic Modeling of the Independent Roles of Particle Size and Grain Size in Transgranular Cleavage Fracture », *Metallurgical Transactions*, (April 1987), Volume **18A**, No.4, pp 641-651
- [LIN95] Linaza M.A., Romero J. L., Rodríguez-Ibabe J. M., Urcola J.J., « Cleavage fracture of microalloyed forging steels », *Scripta Metallurgica et Materialia*, (February 1995), Volume **32**, No.3, pp 395-400
- [LIN97] Linaza M.A., Rodríguez-Ibabe J.M., Urcola J.J., « Determination of the energetic parameters controlling cleavage fracture initiation in steels », *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, (1997), Volume **20**, No. 5, pp 619-632
- [LON90] Long Q. Y., Hin H., « Acoustic Emission During Deformation of Dual-Phase Steels », *Metallurgical Transactions*, (February 1990), Volume **21A**, No.2, pp 373-379
- [LUO92] Luo C.P., Weatherly G.C., Liu Z.Y., « The crystallography of bainite in a medium-carbon steel containing Si, Mn and Mo », *Metallurgical Transactions*, (May 1992), Volume **23A**, pp 1403-1411
- [MAC54] Mackenzie J.K., Bowles J.S., « The crystallography of martensite transformations II », *Acta Metallurgica*, (January 1954), Volume **2**, pp 138-147
- [MAH65] Mc Mahon C. J., Cohen M., « Initiation of cleavage in polycrystalline iron », *Acta Metallurgica*, (1965), Volume **13**, pp 591-604
- [MAR94] Martín-Meizoso A., Ocaña-Arizcorreta I., Gil-Sevillano J., Fuentes-Peres M., « Modelling cleavage fracture of bainitic steels », *Acta Metallurgica et Materialia*, (1994), Volume **42**, No. 6, pp 2057-2068
- [MAT72] Matsuda S., Inoue T., Mimura H., Okamura Y., « Toughness and Effective Grain Size in Heat Treated Low-Alloy High-Strength Steels », *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*, (1972), Volume **12**, No.5, pp 325-333
- [MAT94] Matsuda F., Ikeuchi K., Okada H., Hrivnak I., Park H. S., « Effect of M-A constituent on fracture behavior of 780 and 980 MPa class HSLA steels subjected to weld HAZ thermal cycles », *Transaction JWRI*, (1994), Volume **23**, n°2, pp 231-238
- [MAT95] Matsuda F., Fukada Y., Okada H., Shiga C., Ikeuchi K., Horii Y., Shiwaku T., Suzuki S., « Review of mechanical and metallurgical investigations of M-A constituent in welded joint in Japan », IIW Doc. No IX-1782-94, (mars 1995), pp 1-31
- [MAU99] Maugis P., Jankowski I., « Modélisation de la taille de grains austénitiques dans la zone affectée par la chaleur des joints soudés », Note IRSID MPM99N2079, (avril 1999)
- [MAU85] Maurickx T., Taillard R., « Caractérisation structurale et microstructurale de deux aciers de construction « soudables » avec un fort apport d'énergie », Rapport interne SOLLAC CRDM, (février 1985)
- [MED95] Médard J., « Méthode de quantification de l'austénite résiduelle », Note technique IRSID n° MPM 95/312, (1995)
- [MED97] Médard J., « Dosage de l'austénite par sigmamétrie », Note technique IRSID n° MPM 97/898, (1997)
- [MEE77] Mc Meeking R. M., « Finite deformation analysis of crack-tip opening in elastic-plastic materials and implications for fracture », *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, (1977), Volume **25**, pp 357-381
- [MEE97] de Meester B., « The weldability of modern structural TMCP steels », *ISIJ International*, (1997), Volume **37**, n°6, pp 537-551
- [MEH39] Mehl R. F., *Hardenability of Alloy Steels*, ASM, Cleveland, OH, (1939), p 1
- [MIA95] Miannay D., « Mécanique de la rupture », Monographie de Matériologie, Les éditions de Physique, (1995), 287p

- [MIC97] Micque N., Sartini J.C., « Machine Gleeble - Mesure des gradients thermiques sur éprouvettes », Rapport interne IRSID MCA N97/4465, (Mars 1997)
- [MIN97] Mintz B., Nassar A., Adejolu K., « Influence of grain boundary films of martensite on strength and impact behaviour of ferrite », *Materials Science and Technology*, (Avril 1997), Volume 13, pp 313-318
- [MOL97] Moltubakk T., Zhang Z., Thaulow C., « Studies on the nucleation of microcracks from M-A particles in multi-pass steel welds », Ed. by K.-H. Schwalbe and M. Kočak, (1997), GKSS Research Center Publications, Geesthacht, RFA, pp 643-654
- [MON86] Montheillet F., Moussy F., « Physique et Mécanique de l'Endommagement », Les Editions de Physique, (1986), 255 p
- [NAY74] Naylor J. P., Krahe P. R., « The effect of the bainite packet size on toughness », *Metallurgical Transactions*, (1974), Volume 5A, pp 1699-1701
- [NAY75] Naylor J. P., Krahe P. R., « Cleavage planes in lath type bainite and martensite », *Metallurgical Transactions*, (1975), Volume 6A, pp 594-598
- [NAY76] Naylor J. P. « Relation entre les propriétés mécaniques et la sous-structure des aciers en lattes, martensitiques et bainitiques », Thèse n° A.O. 12.278, Institut National Polytechnique de Lorraine (1976)
- [OHM71] Ohmori Y., Ohtani H., Kunitake T., « Bainite in low-carbon low-alloy high strength steels », *Transaction of the Iron and Steel Institute of Japan*, (1971), Volume 11, No.4, pp 250-259
- [OHM91] Ohmori Y., Maki T., « Bainitic transformation in view of displacive mechanism – Overview », *Materials Transactions JIM*, (1991), Volume 32, No.8, pp 631-641
- [OHM98] Ohmori Y., « The crystallography and the mechanism of upper bainite formation », *Displacive Phase Transformation and Their Applications in Materials Engineering*, Edited by K. Inoue, M. Mukherjee, K. Otsuka, H. Chen, The Minerals, Metals & Materials Society, (1998), pp 85-92
- [OHY96] Ohya K., Kim J., Yokoyama K. I., Nagumo M., « Microstructures relevant to brittle fracture initiation at the heat affected zone of weldment of a low carbon steel », *Metallurgical and Materials Transactions*, (1996), Volume 27A, pp 2574-2582
- [OKA94] Okada H., Ikeuchi K., Matsuda F., Hrivnak I., Li Z., « Metallographic investigation of M-A constituent deterioration and improvement of HAZ toughness in 780 and 980 MPa class HSLA steels welded with high heat inputs (2nd report) », *Welding international*, (1994), Volume 8, No. 11, pp 886-892
- [OKA95] Okada H., Ikeuchi K., Matsuda F., Hrivnak I., « Effects of M-A constituents on fracture behaviour of welds HAZs – Deterioration and improvement of HAZ toughness in 780 and 980 MPa class HSLA steels welded with high heat input (5th report) », *Welding International*, (1995), Volume 9, No. 8, pp 621-628
- [OKA92] Okamoto K., Aihara, S., Yoshie A., Hasegawa T., Kibe M., Makino H., Kawasaki H., Doi N., Tsuzuki T., Chijiwa R., Saito N., « High strength offshore structural steel with high weld HAZ toughness produced by TMCP », Pacrim Weldcon'92 – Darwin « Transferring technology and knowhow », 29 June-3 July 1992, Darwin, Australia
- [OLI98] Olier C., « Dosage par diffraction des RX de l'austénite dans des aciers E450. Mesure de la teneur en carbone dans l'austénite par RX », Note technique IRSID MPM 98 N 1937
- [OLS76] Olson G. B., Cohen M., « General Mechanism of Martensitic Nucleation. Pt. 1. General Concepts and the FCC to HCP Transformation », *Metallurgical Transactions*, (1976), Volume 7A, No.12, pp 1897-1904
- [OLS76bis] Olson G.B., Owen W.S., « The stress field of a martensitic particle and the conditions for thermoelastic behavior », Supplément de Trans. JIM (1976), Volume 17, Proceedings of First JIM International Symposium on New Aspects of Martensitic transformation, Kobe, 10-12 May 1976, The Japan Institute of Metals, pp 105-110

- [ORA00] Orain J.M., « Soudage à forte productivité des aciers modernes. Influence du silicium et de l'aluminium sur les zones affectées par la chaleur intercritiques », Mémoire CNAM, (Janvier 2000), 82 p
- [PET86] Petrov YUN, Yakubtsov I.A., « Thermodynamic Calculation of Stacking Fault Energy for Multicomponent Alloys With F.C.C. Lattice Based on Iron », *Physiks Met. Metallogr.*, (1986), Volume **62**, No.2, pp 34-38
- [PHI98] Philibert J., Vignes A., Bréchet Y., Combrade P., « Métallurgie : du minerai au matériau », Masson, (1998)
- [PIC92] Pickering F. B., « Structure properties relationships, in : Constitution and properties of steels », *Materials Science and Technology – A comprehensive treatment*, Ed. by R. W. Cahn, P. Haasen, E. J. Kramer, (1992), Volume **7**, pp 40-90
- [POR92] Porter D. A., Easterling, K. E., « Phase transformations in metals and alloys », Chapman and Hall, (1992), pp 1-60
- [QUI99] Quidort D., « Mécanismes et modélisation de la transformation bainitique dans les aciers », Thèse de Doctorat de l'Institut National Polytechnique de Grenoble, (Décembre 1999)
- [RAD62] Radcliffe S.V., « The effect of high pressure on the martensitic reaction in iron-carbon alloys », *Acta Metallurgica*, (March 1962), Volume **10**, pp 201-207
- [RAM86] Ramberg M., Akselsen O. M., Grong Ø, « Embrittlement phenomena in the intercritical HAZ of boron containing low carbon steels », *Advances in Welding Science and Technology*, Gatlinburg, Tennessee, USA, (18-22 May 1986), Ed. by A. David, Conference Proceedings, ASM International, pp 679-684
- [RAN92] Randle V., « Microtexture Determination and Its Applications », The Institute of Materials, London, (1992), 174 p
- [REM78] Rémy L., Pineau A., Thomas B., « Temperature Dependence of Stacking Fault Energy in Close-Packed Metals and Alloys », *Materials Science and Engineering*, (1978), Volume **36**, No.1, pp 47-63.
- [REN97] Renevey S., « Approches globale et locale de la rupture dans le domaine de transition fragile-ductile d'un acier faiblement allié », Thèse de Doctorat de l'Université Paris XI Orsay, (Septembre 1997)
- [RIC74] Rice J. R., Thomson R., « Ductile versus brittle behaviour of crystals », *Philosophical Magazine*, (January 1974), Volume **29**, No.1, pp 73-97
- [RIT73] Ritchie R. O., Knott J. F., Rice J. R., « On the relationship between critical tensile stress and fracture toughness in mild steel », *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, (1973), Volume **21**, pp 395-410
- [ROD98] Rodrigues-Ibabe J. M., « The role of microstructure in toughness behaviour of microalloyed steels », *Materials Science Forum*, (1998), Volumes **284-286**, pp 51-62
- [ROG89] Rogers C. B., Clayton J. Q., « Stable Microcracking in Brittle Fracture Initiation », *Scripta Metallurgica*, (1989), Volume **23**, No.10, pp 1785-1790
- [ROS35] Rosenthal D., « Etude théorique du régime thermique pendant la soudure à l'arc », Deuxième congrès national des sciences, juin 1935
- [ROS70] Ross N.D.H., Crocker A.G., « A generalized theory of martensite crystallography and its application to transformations in steels », *Acta Metallurgica*, (April 1970), Volume **18**, pp 405-417
- [ROS98] Rossol A., « Détermination de la ténacité d'un acier faiblement allié à partir de l'essai Charpy instrumenté », Thèse de Doctorat de l'Ecole Centrale Paris, (Décembre 1998), 190p
- [RYK61] Rykline N. N., « Calculs des phénomènes thermiques de soudage », *Soudage et techniques connexes*, (1961), n°1-2
- [SAN82] Sandvik B.P.J., « The bainite reaction in Fe-Si-C alloys : the primary stage », *Metallurgical Transactions*, (May 1982), Volume **13A**, pp 777-787

- [SAR81] Sarikaya M., Thomas G., Steeds J.W., Barnard S.J., Smith G.D.W., « Solute element partitioning and austenite stabilization in steels », *Solid-solid phase transformations conference*, Pittsburgh, Pennsylvania, USA, (10-14 August 1981), pp 1421-1425
- [SAR91] Sartini J. C., « Etude méthodologique de la dilatation diamétrale sur la GLEEBLE 1500 », Note IRSID, PE5717/JCS/LT, (octobre 1991).
- [SCR81] Scruby C.B., Jones C., Titchmarsh J.M., Wadley H.N.G., « Relationship between microstructure and acoustic emission in Mn-Mo-Ni A533B steel », *Metal Science*, (June 1981), Volume **15**, pp 241-261
- [SEA92] Seabra d'Almeida L. F., Rizzo Assunção F. C., « M-A formation in the heat affected zone of a quenched and tempered high strength low carbon steel », Doc. IIW IX. 1682.92 (RL - IX - 031/92)
- [SEM97] Semprimoshnig C.O.A., Stampfl J., Pippan R., Kolednik O., « A new powerful tool for surveying cleavage fracture surfaces », *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, (1997), Volume **20**, No.11, pp 1541-1550
- [SHI90] Shibata-Yanagisawa M., Kato M., « Crystallographic Analysis of Cubic (Tetragonal) to Monoclinic Martensitic Transformation Based on the Infinitesimal Deformation Approach », *Materials Transactions JIM*, (January 1990), Volume **31**, No.1, pp 18-24
- [SMI66] Smith E., « The nucleation and growth of microcracks in mild steel », Conference Proceedings : « Physical basis of yield and fracture », Institute of Physics and Physical Society (September 1966), Oxford, pp 36-46
- [STE97] Steglich D., Brocks W., « Micromechanical modelling of the behaviour of ductile materials including particles », *Computational Materials Science*, (1997), Volume **9**, p7-17
- [STE56] Steven W., Haynes A.G., *Journal of Iron and Steel Institute*, (1956), Volume 183, pp 349
- [STR54] Stroh A. N., « The formation of cracks as a result of plastic flow », *Proceedings of the Royal Society*, (1954), Volume **A223**, pp 404-414
- [STU97] Sturel T., Di Fant M., Carius H., « Prévisions de la ténacité des joints soudés multipasses », Rapport de recherche IRSID No. RI 97.52, (1997), 96 p
- [STU98] Sturel T., Soumann L., Verstavel J.M., Garat X., Bertrand J.P., Gingell A., Di Fant M., « Détection par méthode acoustique de l'amorçage de microfissures de clivage sur éprouvettes testées en traction », Rapport de Recherche Exploratoire IRSID, REX 97.027, (Septembre 1998)
- [STU99] Sturel T. et al., « Modelling of mechanical properties and local deformation of high strength multi-phases steels », (1999), Recherche CECA - 7210-PR-044, rapport annuel n°3
- [STU00] Sturel T., Hanus F., « Micromechanisms of fracture in modern low carbon high strength steels », (Août 2000), Rapport externe IRSID RE 00.23
- [TAG93] Tagawa T., Miyata T., Aihara S., Okamoto K., « Influence of martensitic islands on cleavage fracture toughness of weld heat-affected zone in low carbon steels », Int. Symp. on low carbon steels for the 90's, Pittsburgh, Pennsylvania, USA, Ed. by The Minerals, Metals & Materials Society, (1993), pp 493-500
- [TAI91] Taillard R., Maurickx T., Verrier P., Vigo J.M., « Microstructural factors governing the fracture toughness of the intercritical heat-affected zone », 1991 OMAE - Volume III-A, Materials Engineering ASME, (1991), pp 55-61
- [TAI96] Taillard R., Verrier P., Maurickx T., « Retained austenite in the CGHAZ of 0.1 wt% C Si-alloyed steels », *Journal de physique IV*, (janvier 1996), Volume **6**, pp C1-245-254
- [TAN75] Tanaka S., Tani S., Ouchi C., « Low temperature toughness of water-cooled and tempered low carbon manganese steel », *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*, (1975), Volume **15**, pp 19-26
- [TET67] Tetelman A. S., Mc Evily A. J., « Fracture of structural materials », John Wiley, (1967), 697p
- [THO93] Thomson W., Knott J. F., « Micromechanisms of brittle fracture », *Metallurgical Transactions*, (1993), Volume **24A**, pp 523-534

- [TIA96] Tian D., Karjalainen L. P., Qian B., Chen X., « Correlation between microstructural features of granular bainite, roughness of fracture surface and toughness of simulated CGHAZ in QT type HSLA steels », *Scandinavian Journal of Metallurgy*, (1996), Volume **25**, pp 87-94
- [TIA97] Tian D., Karjalainen L. P., Qian B., Chen X., « Cleavage fracture model for granular bainite in simulated coarse-grained heat affected zones of high strength low-alloyed steels », *JSME International Journal, Series A*, (1997), Volume **40**, n° 2, pp 179-188
- [TOY88] Toyoda M., « Fracture toughness evaluation of steel welds. Review part II », University of Osaka, (1988)
- [TOY00] Toyoda M., Mochizuki M., Kohara M., Hagiwara Y., Shimanuki H., « Crack generation and propagation in ferrite/martensite dual-phase steels with microscopic heterogeneity », *IIW Doc. X-1460-2000*, (2000), pp 1-16
- [TSU98] Tsukahara H., Jung T., « Finite element simulation of the Piobert-Lüders behavior in an uniaxial tensile test », *Materials Science and Engineering*, (1998), Volume **A248**, pp 304-308
- [VAS97] Vasilev A., Firstov S., Koval A., « Cleavage : mechanism, nucleation and fracture toughness », *Recent Advances in Fracture*, Ed. by R. K. Mahidhara, A.B. Geltmacher, P. Matic and K. Sadananda, The Minerals, Metals & Materials Society, (1997), pp 315-326
- [VAN96] Van der Ven A., Delaey L., « Models for precipitate growth during the $\gamma \rightarrow \alpha + \gamma$ transformation in Fe-C and Fe-C-M alloys », *Progress in Materials Science*, (1996), Volume **40**, pp 251-256
- [VER90] Verrier P., « Influence de l'analyse chimique sur la microstructure et le comportement mécanique de la zone affectée par la chaleur d'aciers microalliés à 0,1% de carbone », Thèse de doctorat de l'Université des sciences et techniques de Lille-Flandres-Artois, (octobre 1990)
- [WAL84] Wallin K., Saario T., Törrönen K., « Statistical model for carbide induced brittle fracture in steel », *Metal Science*, (January 1984), Volume **18**, pp 13-16
- [WAL87] Wallin K., Saario T., Törrönen K., « Fracture of brittle particles in a ductile matrix », *International Journal of Fracture*, (1987), Volume **32**, pp 201-209
- [WAL89] Wallin K., « Optimized estimation of the Weibull distribution parameters », Technical Research Center of Finland, (1989), Research Report No. 604
- [WAL91] Wallin K., « Statistical modelling of fracture in the ductile to brittle transition region, Defect assessment in components - Fundamentals and applications », *ESIS/EGF9*, Ed. Blauel J. G. and Schwalbe K.H., *Mechanical Engineering Publications*, London, (1991), pp 415-445
- [WAN92] Wang Shyi-Chin, Yang Jer-Ren, « Effects of chemical composition, rolling and cooling conditions on the amount of martensite/austenite (M/A) constituent formation in low carbon bainitic steels », *Materials Science and Engineering*, (1992), Volume **A154**, pp 43-49
- [WAY94] Wayman C. M., « The phenomenological theory of martensite crystallography : Interrelationships », *Metallurgical Transactions*, (september 1994), Volume **25A**, pp 1787-1795
- [WEC59] Wechsler M.S., « On the theory of martensitic transformations. The generalized lattice invariant shear and the degeneracy of solutions for the cubic to tetragonal transformation », *Acta Metallurgica*, (December 1959), Volume **7**, pp 793-802
- [WEI51] Weibull W., « A statistical distribution function of wide applicability », *Journal of Applied Mechanics*, (1951), Volume **18**, pp 293-297
- [XU89] Xu X. X., Cai Q. G., Su Y., Hou C. X., Ma W. D., « Statistical model of cleavage fracture in granular bainite in simulated weld heat affected zone », *Materials Science and Technology*, (1989), Volume **5**, pp 913-917
- [YAH98] Yahya O.M.L., Borit F., Piques R., Pineau A., « Statistical Modelling of Intergranular Brittle Fracture in a Low Alloy Steel », *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, (1998), Volume **21**, pp 1485-1502

- [YOK98] Yokoyama K., Nagumo M., « Brittle fracture initiation associated with the strain localization in the heat affected zone of a low carbon steel », *Metallurgical and Materials Transactions*, (September 1998), Volume **29A**, pp 551-558
- [ZEN48] Zener C., « The micro-mechanism of fracture », *Fracturing of Metals*, American Society for Metals, (1948), pp 3-31
- [ZEN94] Zener C., Hollomon J. H., « Effect of strain rate upon plastic flow of steels », *Journal of Applied Physics*, (1994), Volume **15**, pp 22-32
- [ZHA99] Zhang X. V., Knott J. F., « Cleavage fracture in bainitic and martensitic microstructures », *Acta Materialia*, (1999), Volume **47**, No. 12, pp 3483-3495
- [ZHO98] Zhou Z. L., Lin S. H., « Influence of local brittle zone on the fracture toughness of high strength low-alloyed multipass weld metals », *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, (April 1998), Volume **11**, n°2, pp 87-92