

Comportement des aciers bainitiques a différentes températures

Razane Ouahab

▶ To cite this version:

Razane Ouahab. Comportement des aciers bainitiques a différentes températures : étude de la cémentite aux grands instruments. Mathématiques [math]. Arts et Métiers Paristech, Paris, 2012. Français. NNT : 2012ENAM0018 . tel-01513053

HAL Id: tel-01513053 https://pastel.hal.science/tel-01513053

Submitted on 24 Apr 2017

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.





2012-ENAM-0018

École doctorale n° 432 : Science des Métiers de l'ingénieur

Doctorat ParisTech

THÈSE

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

pécialité " Mécanique des Solides, Matériaux, Procédés "

présentée et soutenue publiquement par

Razane OUAHAB

le 20 juin 2012

COMPORTEMENT DES ACIERS BAINITIQUES A DIFFERENTES TEMPERATURES :

ETUDE DE LA CEMENTITE AUX GRANDS INSTRUMENTS

Directeur de thèse : Etienne PATOOR

Co-encadrement de la thèse : Raphael PESCI et Sophie BERVEILLER

Jury

| Mme. Brigitte BACROIX, Directrice de recherche CNRS, Université Paris 13 | Rapporteur |
|---|-------------|
| M. Karim INAL, Professeur, Ecole des Mines de Saint-Etienne | Rapporteur |
| M. Hervé PELLETIER, MCF, Institue Nationale des Sciences Appliquées de Strasbourg | Examinateur |
| M. Félix LATOURTE, Ingénieur de recherche, EDF – R&D | Examinateur |
| M. Nicolas RUPIN, Ingénieur de recherche, EDF – R&D | Invité |
| M. Raphael PESCI, Maitre de conférences, Arts et Métiers ParisTech – Centre de Metz | Examinateur |
| Mme. Sophie BERVEILLER, Maitre de conférences, Arts et Métiers ParisTech – Centre de Metz | Examinateur |
| M. Etienne PATOOR, Professeur, Arts et Métiers ParisTech – Centre de Metz | Examinateur |

Remerciement

Cette thèse a été effectuée au Laboratoire d'Étude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux (LEM3) de Metz – UMR CNRS 7239 ; au sein du centre d'enseignement et de recherche des Arts et Métiers – ParisTech.

Je tiens tout d'abord à dire merci à l'équipe SMART (Systèmes Multiphasés, Applications, Rhéologie, Tenue en Service) qui m'a compté parmi ses membres durant cette période.

Je remercie mon directeur de thèse Mr Etienne PATOOR et mes deux co-encadrants Mme Sophie BERVEILLER et Mr Raphael PESCI pour tout le temps qui m'ont consacré ainsi que leurs nombreux conseils et encouragements.

Mes remerciements vont aussi à Mme Brigitte LACROIX, Mr Karim INAL, Mr Hervé PELLETIER, Mr Félix LATOURTE et Mr Nicolas RUPIN pour avoir accepté d'évaluer ces travaux.

Et en dernier, je remercie toute personne qui a participé de loin ou de près au déroulement de ces travaux de recherches.

| Remerciement |
|--------------|
| |

| | «Et si c'était à refaire ? | » |
|--|----------------------------|---|
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |

Sommaire

| | Introduction générale | 9 |
|----|--|----|
| I. | Analyse globale et analyse par phase du comportement de l'acier 16MND5 | 15 |
| | I.1. Analyse microstructurale | 17 |
| | I.2. Caractéristiques macroscopiques | 21 |
| | I.2.1 Résilience | 22 |
| | I.2.2 Comportement en traction quasi-statique | 24 |
| | I.3. Rupture par clivage dans l'acier 16MND5 | 24 |
| | I.3.1 Le clivage (rupture intragranulaire) | 25 |
| | I.3.2 Microstructure de l'acier 16MND5 et clivage | 26 |
| | I.4. Comportement phase à phase | 29 |
| | I.4.1 Comportement de la ferrite | 29 |
| | I.4.2 Comportement de la cémentite (approche indirecte) | 32 |
| | I.5. Analyse des inclusions de cémentite - approche directe | 34 |
| | I.5.1 Déformations/contraintes dans la cémentite | 35 |
| | I.5.2 Anisotropie de la cémentite | 37 |
| | I.5.3 Elasticité de la cémentite | 38 |
| | I.6. Contribution des travaux envisagés | 38 |
| | | |
| IJ | . Techniques expérimentales | 43 |
| | Introduction | 45 |
| | II.1. Caractérisation thermomécanique | 46 |
| | II.1.1 Essais quasi-statiques | 46 |
| | II.1.2 Essais dynamiques | 47 |
| | II.1.3 Essais in situ | 47 |

| II.2. Analyse de contrainte par la méthode des sin²ψ | 49 |
|---|----|
| II.2.1 Diffraction des rayons X et neutrons | 49 |
| II.2.2 Loi de Bragg | 49 |
| II.2.3 Mesure des déformations | 50 |
| II.2.4 Méthode des sin²ψ | 51 |
| II.2.5 Conditions expérimentales appliquées | 53 |
| II.3. Rayonnement synchrotron | 56 |
| II.3.1 Anneaux de Debye Scherrer | 57 |
| II.3.2 Conditions expérimentales appliquées | 58 |
| II.3.3 Mesure des déformations | 60 |
| II.4. Nanoindentation | 64 |
| II.4.1 Modèle d'Oliver et Pharr | 64 |
| II.4.2 Démarche utilisée | 67 |
| Conclusion | 70 |
| | |
| III. Comportement macroscopique des aciers bainitiques | 73 |
| Introduction | 75 |
| III.1. Matériaux de l'étude | 76 |
| III.1.1 Acier 16MND5 | 76 |
| III.1.2 Acier 2C40 | 80 |
| III.1.3 Répartition des carbures | 81 |
| III.2. Comportement en traction quasi-statique et dynamique | 82 |
| III.2.1 Comportement macroscopique de l'acier 16MND5 | 83 |
| III.2.2 Comportement macroscopique de l'acier 2C40 | 86 |
| III.3. Distribution des contraintes par phase | 90 |
| III.3.1 Contrainte dans la ferrite de l'acier 16MND5 | 90 |
| III.3.2 Contrainte dans la ferrite de l'acier 2C40 | 93 |

| | III.3.3 Contrainte dans la cémentite (approche indirecte) | 94 |
|-----|--|----------|
| | III.3.4 Discussion | 97 |
| IV. | Evolution des déformations/contraintes dans la cémentite - approche dire | ecte 103 |
|] | Introduction | 105 |
|] | IV.1. Analyse par diffraction des neutrons | 106 |
|] | IV.2. Mesure des déformations élastiques par rayonnement synchrotron | 108 |
| | IV.2.1 Acier 2C40 | 110 |
| | IV.2.2 Acier 16MND5 | 115 |
| | IV.2.3 Détermination des coefficients de Poisson | 119 |
|] | IV.3. Distribution des contraintes par phase | 121 |
| | IV.3.1 Estimation du module d'Young relatif à chaque phase | 122 |
| | IV.3.2 Evolution des contraintes dans la cémentite | 123 |
| | IV.3.3 Approche numérique | 127 |
|] | IV.4. Discussion | 132 |
| V. | Analyse des propriétés mécaniques locales par nanoindentation | 139 |
|] | Introduction | 141 |
| , | V.1. Etude préliminaire sur l'acier 16MND5 | 142 |
| , | V.2. Approche à très faible charge (F _{max} =300 μN) | 145 |
| | V.2.1 Résultats obtenus sur l'acier 2C40 | 146 |
| | V.2.2 Résultats obtenus sur l'acier 16MND5 | 156 |
| , | V.3. Discussion | 158 |
| | Conclusion générale | 163 |
| | Références bibliographiques | 169 |

| Introduction générale | | |
|-----------------------|--|--|
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| Introduction générale | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |

Les aciers présentent deux modes de rupture : fragile quand la température est basse et ductile quand celle-ci est haute. La zone de transition fragile-ductile doit être située le plus bas possible en terme de température, afin de bénéficier des propriétés d'accommodation plastique sur une large gamme de température. En service, certains aciers sont soumis à de fortes contraintes de sollicitations qui engendrent un changement de leur comportement (limite élastique, résistance mécanique) et notamment leur mode de rupture. Ils voient ainsi leur durée de vie modifiée. C'est le cas de l'acier 16MND5 utilisé pour la conception des cuves des Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) des centrales nucléaires. Les conditions d'exploitation des réacteurs entraînent un vieillissement de l'acier suite aux effets d'irradiation et des cycles répétés de réchauffement. On observe ainsi un décalage de la zone de transition fragile-ductile vers les hautes températures qui se traduit par une fragilisation de la cuve.

En tant que composante principale et irremplaçable, la cuve fait l'objet de nombreuses études concernant sa tenue aux conditions accidentelles telles que la perte de réfrigérant primaire. Dans ce cas, les normes de sécurité prévoient d'injecter de l'eau dans le réacteur afin de faire basculer sa température de 300 °C à 22 °C (température ambiante). Cette opération de refroidissement engendre des contraintes au niveau de la cuve et par conséquent l'accroissement du risque de rupture par clivage. Ainsi, chez EDF l'une des interrogations majeures est relative à la durée de vie des réacteurs face aux phénomènes de vieillissement : la fragilisation et l'apparition de rupture fragile de type clivage. Au sein du parc nucléaire français, un tel endommagement n'a jamais eu lieu. Toutefois, compte tenu des conséquences catastrophiques qu'il peut entraîner (comme celles survenues dernièrement à Fukushima 2011 et auparavant à Tchernobyl 1986), ce risque ne peut pas être négligé.

Il est certain que les gammes de température atteintes lors de l'exploitation des réacteurs, domaine [22 °C, 300 °C], n'atteignent jamais celles relatives au domaine de la rupture fragile de type clivage (en-dessous de -100 °C). Cependant, l'exigence accrue des programmes de surveillance en terme de sureté doit montrer qu'une marge de sécurité est disponible et permet de gérer tous les accidents imprévus. A cet effet, les essais de surveillance conduits en laboratoire sont réalisés aux extrêmes basses températures (-196 °C): d'une part, cela accentue les conditions de clivage et d'autre part, vu que les études sanitaires interdisent la mise en contact avec des échantillons irradiés, le lien entre l'effet d'irradiation et la fragilisation du matériau (modification des propriétés mécaniques) est établi grâce à la basse température.

Les recherches menées en amont des problématiques de sureté des réacteurs REP sont très nombreuses. Elles visent principalement à prolonger la durée de vie des REP actuels de 40 à 60 ans et à améliorer les propriétés mécaniques de l'acier cuve en vue des futures générations de réacteur. Afin d'aboutir à ces objectifs, le recours aux moyens les plus innovants, en termes de caractérisation expérimentale et de modélisation, a toujours été assuré par les différentes équipes de recherche. A cet effet, mes travaux sont principalement à caractère expérimental et visent à mettre en place une base de données autour du comportement de l'acier 16MND5 en examinant précisément chacune de ces deux phases, ferrite et cémentite. Il s'agit d'une continuité des recherches engagées précédemment par Pesci [(Pesci, 2004)] et Mathieu [(Mathieu, 2006)], pour apporter une meilleure compréhension aux mécanismes qui contrôlent la déformation et la rupture de l'acier de cuve, tant à l'échelle macroscopique qu'à l'échelle de la phase, mais aussi à différentes températures.

L'acier de cuve présente une microstructure bainitique (98 % de ferrite et 2 % de cémentite). Son comportement mécanique a été caractérisé macroscopiquement dans de nombreux travaux : Renevey [(Renevey, 1998)], Bugat [(Bugat, 2000)], Hausild [(Hausild, 2002)]. A l'échelle de la phase ferritique, les évolutions des déformations et des contraintes sous chargement sont traitées dans les travaux de Mathieu [(Mathieu, 2006)] et Libert [(Libert, 2007)] ainsi que ceux de Dahklaoui et al. [(Dakhlaoui, 2010)]. Aujourd'hui, il existe un manque dans la compréhension du comportement de la cémentite. Sa faible fraction volumique dans l'acier de cuve la rend difficile à observer et inaccessible aux outils d'analyses classiques (Diffraction des Rayons X de laboratoire - DRX). Devant le besoin d'apporter des réponses précises sur le comportement des inclusions et sur les interactions ferrite/cémentite, il est nécessaire d'avoir recours aux grands instruments (sources de neutrons et rayonnement synchrotron). Ces outils offrent des flux de rayonnement qui permettent de sonder un volume de matière bien plus important que la DRX de laboratoire ; l'accès aux caractéristiques de la cémentite est alors possible. Cette démarche a pour but d'apporter de nouvelles données sur le comportement des carbures au sein de la matrice ferritique. Ces données seront intégrées, par la suite, dans les codes de calculs utilisés pour prédire l'intégrité de la cuve. Une meilleure gestion du risque de clivage sera alors envisageable.

Nous avons choisi d'étudier en parallèle de l'acier de cuve, un deuxième acier de type 2C40. Ce dernier présente une composition chimique proche de celle de l'acier 16MND5 et offre l'avantage d'une fraction volumique de cémentite trois fois plus importante (5,7 % contre 2 %) et une taille de carbures 10 fois plus grande (1 µm contre 100 nm). La

caractérisation in situ de l'évolution des déformations et des contraintes sous sollicitation de traction, à différentes températures, est l'axe principal de cette étude. Elle a été réalisée sur ces deux matériaux. Un intérêt particulier est donné à la cémentite, phase principalement visée par nos travaux. Ce mémoire est constitué en cinq chapitres :

Le Chapitre I propose une étude bibliographique axée sur le comportement macroscopique et pseudo-macroscopique (à l'échelle des deux phases) de l'acier de cuve à différentes températures. Le chapitre souligne certains aspects des mécanismes locaux qui restent encore mal connus dans l'acier de cuve comme le comportement des inclusions au sein de la matrice. Des travaux d'analyse effectués « directement » sur les carbures présents dans d'autres aciers que l'acier 16MND5, sont par conséquent présentés.

Le chapitre II est consacré à la description des techniques expérimentales mises en œuvre dans nos travaux pour l'analyse du comportement des aciers étudiés à différentes échelles (échelle macroscopique et échelle de la phase). La complémentarité des techniques est mise en évidence. Une attention particulière est portée sur l'utilisation du rayonnement synchrotron ainsi que la nanoindentation : l'originalité de nos travaux en découle.

Dans **le chapitre III**, les résultats des essais menés sur les deux matériaux sont présentés en soulignant les différences de comportement liées à l'effet de la fraction volumique et à la taille des carbures ainsi que leur répartition spatiale.

Le comportement phase à phase est aussi traité dans ce chapitre. La répartition des contraintes entre la ferrite et la cémentite est mise en évidence par une approche indirecte (application de la loi des mélanges).

On trouve dans **le chapitre IV** les résultats des analyses effectuées par rayonnement synchrotron. La répartition des contraintes entre les deux phases, ferrite et cémentite, est alors établie par une approche directe. Une comparaison de nos résultats avec d'autres résultats issus d'études numériques (modélisation micromécanique), conduites au sein du laboratoire LEM3, est également présentée.

Dans une démarche d'exploration, **le chapitre V** montre les résultats des observations et des analyses réalisées par l'application de la nanoindentation instrumentée à la matrice ferritique et aux particules de cémentite. Le degré de faisabilité d'une telle campagne d'essais sur les aciers bainitiques est discuté tout en soulignant l'apport de la technique pour la

caractérisation locale de la microstructure et les difficultés qu'elle rencontre vis-à-vis des aciers biphasés.

Enfin, les aboutissements de nos travaux de thèse ainsi que les perspectives qu'elles ouvrent sont mis en évidence dans la **conclusion générale**.

| Cha | Chapitre I : Analyse globale et analyse par phase du comportement de l'acier 16MND5 | | | | | | | | | |
|-----|---|------------|-----------|------------|-------------|--|--|--|--|--|
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| I. | Analyse globale | et analyse | par phase | e du compo | ortement de | | | | | |
| | l'acier 16MND5 | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |

Sommaire

| I. | Analyse globale et analyse par phase du comportement de l'acier 16MND5 15 | | | | |
|----|---|------|--|--|--|
| | I.1. Analyse microstructurale | . 17 | | | |
| | I.2. Caractéristiques macroscopiques | 21 | | | |
| | I.2.1 Résilience | . 22 | | | |
| | I.2.2 Comportement en traction quasi-statique | . 24 | | | |
| | I.3. Rupture par clivage dans l'acier 16MND5 | 24 | | | |
| | I.3.1 Le clivage (rupture intragranulaire) | 25 | | | |
| | I.3.2 Microstructure de l'acier 16MND5 et clivage | 26 | | | |
| | I.4. Comportement phase à phase | . 29 | | | |
| | I.4.1 Comportement de la ferrite | . 29 | | | |
| | I.4.2 Comportement de la cémentite (approche indirecte) | 32 | | | |
| | I.5. Analyse des inclusions de cémentite - approche directe | . 34 | | | |
| | I.5.1 Déformations/contraintes dans la cémentite | 35 | | | |
| | I.5.2 Anisotropie de la cémentite | 37 | | | |
| | I.5.3 Elasticité de la cémentite | 38 | | | |
| | I.6. Contribution des travaux envisagés | 38 | | | |

L'acier 16MND5 est utilisé dans la conception des cuves de stockage de nombreux réacteurs à eau pressurée (REP) des centrales nucléaires d'EDF. Le matériau de l'étude est un acier faiblement allié, classiquement désigné 16MND5 (appellation U.S : A508 classe 3. Désignation AFNOR : 16MnNiMo5). Il s'agit d'un acier biphasé composé d'une matrice ferritique renforcée par des précipités de cémentite. La composition chimique du matériau est donnée dans le tableau I-1.

| С | S | P | Mn | Si | Ni | Cr | Mo |
|-------|-------|-------|-------|-------|---------|----------|----------|
| 0,159 | 0,008 | 0,005 | 1,37 | 0,24 | 0,70 | 0,17 | 0,50 |
| V | Cu | Co | Al | N | O (ppm) | Sn (ppm) | As (ppm) |
| <0,01 | 0,06 | <0,01 | 0,023 | 0,007 | 35-36 | 50 | 160 |

Tableau I-1. Composition chimique de l'acier 16MND5 (% massique-complément en fer)
- [(Renevey, 1998)]

L'acier a subi un traitement thermique en trois étapes : deux austénisations à 850 °C pendant 4 heures suivies de trempes à l'eau ; un revenu entre 630 °C et 645 °C pendant 7 heures pour améliorer sa ténacité et enfin un maintien en température à 610 °C durant 8 heures pour relaxer les contraintes résiduelles. A la fin du traitement, une bainite revenue est obtenue, la fraction volumique de cémentite étant de 2 %.

I.1. Analyse microstructurale

Les nombreux travaux de recherche qui ont caractérisé l'acier de cuve s'accordent globalement sur sa microstructure et la répartition de ces principaux constituants [(Lambert-Perlade, 2001), (Mathieu, 2006), (Libert, 2007)]; les observations effectuées ont mis en évidence les entités suivantes :

- \rightarrow les grains,
- \rightarrow les lattes ferritiques,
- \rightarrow la cémentite,
- \rightarrow les inclusions MnS.

a) Les grains

La complexité de la microstructure de l'acier de cuve rend difficile le discernement des grains : on distingue, néanmoins, une taille de grains moyenne de 40 - 50 µm correspondant aux anciens grains austénitiques [(Renevey, 1998), (Osipov, 2007)]. Les joints de grains sont marqués par la présence de carbures de fer qui leur donnent une apparence claire sous le Microscope Electronique à Balayage (MEB). On peut également apercevoir des sous-structures à l'intérieur des grains, des lattes de ferrite séparées par des colonies de précipités de cémentite : ce sont les paquets bainitiques (figure I-1). Dans l'acier 16MND5, il est difficile de distinguer les joints de grains des anciens grains austénitiques, des joints de grains des paquets bainitiques.

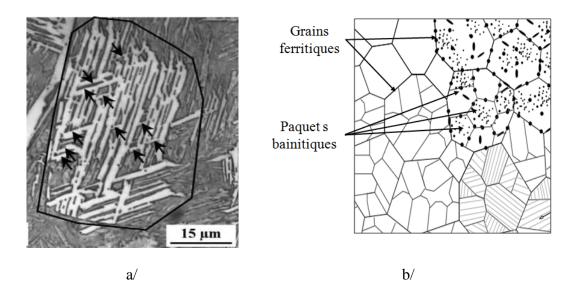


Figure I-1. a/ Microstructure bainitique observée au MEB [(Lambert-Perlade, 2004)] - b/ Représentation schématique des grains de l'acier 16MND5 [(Mathieu, 2006)]

La texture d'un matériau polycristallin est influencée par les procédés thermomécaniques et/ou les phénomènes de recristallisation. Les propriétés mécaniques du matériau en sont fortement dépendantes. Les textures globales, ou macroscopiques, sont mesurées généralement par diffraction des rayons X (DRX).

Sekfali [(Sekfali, 2004)] a comparé les figures de pôles réalisées à partir d'échantillons d'acier 16MND5 en utilisant la diffraction des électrons rétrodiffusés EBSD (Electron Backscatter Diffraction) et la diffraction des rayons X. L'analyse est effectuée dans la ferrite et les résultats sont présentés sur la figure I-2.

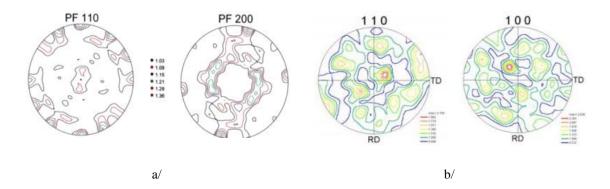


Figure I-2. Figures de pôles {110}, {200} et {100} de l'acier 16MND5 - a/ DRX - b/ EBSD - [(Sekfali, 2004)]

Les rapports d'intensité maximaux observés par DRX et par EBSD sont respectivement 1,36 et 2,15, ce qui correspond à une faible texture. L'acier 16MND5 ne présente donc pas de texture cristallographique marquée et peut être considéré comme un matériau isotrope. Ce résultat est confirmé dans d'autres travaux [(Bugat, 2000), (Osipov, 2007)].

b) La ferrite

C'est le principal constituant de l'acier 16MND5, avec une fraction volumique autour de 98 %. Les agrégats de ferrite se présentent sous forme de lattes fines ; l'épaisseur de chaque latte est comprise entre 1 et 2 μ m [(Sekfali, 2004), (Hausild, 2005)]. Ces auteurs précisent aussi que les lattes se présentent sous forme de paquets constitués de 4 à 5 lattes en moyenne ; la taille des paquets est proche de 10 μ m.

Afin de faciliter l'observation des lattes ferritiques, Lambert-Perlade et al. [(Lambert-Perlade, 2004)] recommandent d'utiliser la diffraction d'électrons rétrodiffusées EBSD (figure I-3). Obrtlik et al. [(Obrtlik, 2007)] ont utilisé un MET (Microscope Electronique à Transmission) pour réaliser leurs observations.

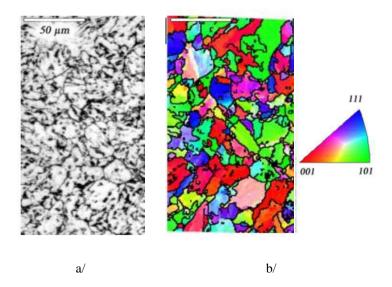


Figure I-3. Morphologie des lattes ferritiques dans l'acier 16MND5 - a/ Micrographie MEB - b/ Cartographie EBSD correspondante - [(Mathieu, 2006)]

Les lattes appartenant au même paquet se caractérisent par une très faible désorientation entre elles qui apparait comme une légère variation de coloration au sein du paquet [(Mathieu, 2006)].

c) Les inclusions MnS

Les sulfures de manganèse sont des inclusions non métalliques présentes dans l'acier 16MND5 avec une fraction volumique inferieure à 0,1 % [(Hausild, 2005)]. Ils se présentent principalement sous forme allongée, probablement due à une déformation au cours du forgeage de l'acier de cuve : les inclusions MnS s'orientent perpendiculairement au sens du forgeage [(Tanguy, 2001)]. Leur taille varie selon leur aspect : les inclusions MnS de forme ellipsoïdale peuvent atteindre jusqu'à 60 µm, alors que les inclusions sphéroïdales sont de taille beaucoup plus petite, avec un diamètre de quelques micromètres. Ces inclusions peuvent êtres isolées ou groupées en amas de 3 à 8 inclusions [(Libert, 2007)].

d) La cémentite

La composition et l'élaboration de l'acier de cuve favorisent la formation de petits précipités de cémentite (figure I-4) ; ils sont principalement sphériques et leur taille moyenne est de quelques centaines de nanomètres. Ces précipités influent directement sur les caractéristiques mécaniques de l'acier de cuve : les précipités les plus fins augmentent la limite élastique et la ténacité, mais ils réduisent aussi la ductilité [(Kim, 2001)].

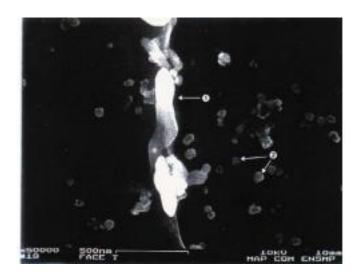


Figure I-4. Carbures de fer observés au joint de grains - [(Carassou, 1999)]

La répartition des inclusions de cémentite dans l'acier 16MND5 est hétérogène. On peut trouver des précipités de cémentite en position intragranulaire entre les lattes de ferrite, groupés en amas/colonies ou encore dispersés dans l'ensemble de la structure. Des précipités intergranulaires peuvent aussi être observés le long des joints de grains. Ils se présentent avec des tailles supérieures à celles relatives aux carbures intragranulaires : 1 µm contre 100 nm [(Carassou, 1999)].

I.2. Caractéristiques macroscopiques

Les propriétés mécaniques de l'acier de cuve dépendent essentiellement de la température à laquelle il est soumis ; l'acier est ductile à haute température et devient fragile quand celle-ci est basse. En service et sous l'effet des différentes sollicitations (irradiations, pressions, cycles thermiques...), le comportement de l'acier est susceptible d'évoluer, notamment on peut

observer un décalage de sa zone de transition fragile-ductile vers les basses températures [(Renevey, 1998)]. A cet effet, les programmes de surveillance des réacteurs prennent en compte la variation des propriétés mécaniques de l'acier de cuve (résilience, mode de rupture, limite élastique, résistance mécanique), en mettant en œuvre différentes techniques expérimentales pour expertiser leurs évolutions, tout au long du cycle de vie du réacteur.

I.2.1 Résilience

De nombreux auteurs se sont intéressés à l'évolution de la résilience de l'acier 16MND5 avec la température et l'effet de l'irradiation. La figure I-5-a présente la courbe de résilience de l'acier 16MND5 établie par Renevey [(Renevey, 1998)] pour des températures allant de -200 °C jusqu'à 300 °C.

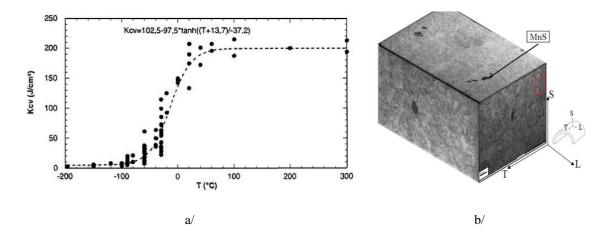


Figure I-5. a/ Courbe de résilience enregistrée dans sens L-T (sens du laminage) - b/ Sens de prélèvement des échantillons - acier 16MND5 - [(Renevey, 1998)]

La courbe se caractérise par une dispersion des résultats dans la zone de transition fragile-ductile qui se situe entre -100 °C et 60 °C. Ces bornes varient légèrement en comparaison avec les résultats de Tanguy [(Tanguy, 2001)]. Ces auteurs ont montré qu'à 20 °C, la rupture de l'acier de cuve est purement ductile et que la courbe de résilience atteint son niveau maximal d'énergie estimé à 220 J/cm². Selon le sens de prélèvement des échantillons (figure I-5-b), la courbe de résilience peut varier légèrement. Hausild [(Hausild, 2002)] a relevé 200 J/cm² dans le sens L-T et 160 J/cm² pour le sens T-S. Les températures de transition, dans ce cas, sont respectivement -80 °C et -60 °C dans les sens L-T et T-S. Ce phénomène s'explique

par le rôle des différents éléments microstructuraux présents dans l'acier de cuve. C'est notamment le cas des inclusions MnS qui s'orientent parallèlement au sens du forgeage, soit selon le sens L-T qui présente les plus hauts niveaux d'énergie. Bugat [(Bugat, 2000)] annonce aussi cette même observation suite à ces travaux.

En parallèle des mesures de résiliences citées, des études fractographiques ont été réalisées [(Renevey, 1998), (Tanguy, 2001), (Bugat, 2000), (Hausild, 2002)]. Les faciès de rupture obtenus dans la zone de transition ductile-fragile sont mixtes, présentant des microfissures de clivage et des zones de déchirement ductile. Pour les températures inférieures à -100 °C, les faciès présentent essentiellement des zones de rupture fragile.

Dans les travaux de Lemaignan [(Lemaignan, 2004)], des mesures de résilience ont été effectuées sur des échantillons d'acier de cuve ayant reçu différentes doses d'irradiation (figure I-6).

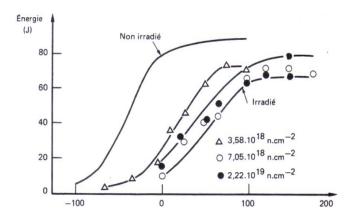


Figure I-6. Evolution de la zone de transition fragile-ductile avec l'état d'irradiation - [(Lemaignan, 2004)]

Le résultat montre que plus la dose d'irradiation augmente, plus le décalage de la zone de transition fragile-ductile vers les hautes températures est important. Ces observations expliquent l'évolution de la fragilité d'une part et l'élévation des risques de rupture brutale dans l'acier de cuve lors d'un refroidissement brutal du réacteur, d'autre part. Il est donc de première importance de bien comprendre les mécanismes de rupture fragile dans l'acier 16MND5. La difficulté de travailler sur des échantillons irradiés conduit à privilégier les études à basse température.

I.2.2 Comportement en traction quasi-statique

Pour caractériser le comportement de l'acier 16MND5 en traction quasi-statique, une campagne d'essais à différentes températures comprises entre -196 °C et 22 °C, a été menée sur des éprouvettes de traction plates et/ou cylindriques. Les résultats obtenus sont présentés sur la figure I-7-a.

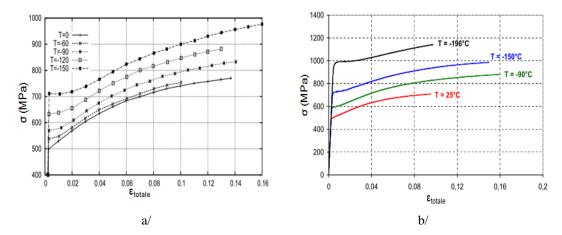


Figure I-7. Courbes rationnelles de l'acier 16MND5 obtenues en traction quasi-statique, à différentes températures - a/ Travaux de Renevey [(Renevey, 1998)] - b/ Travaux de Libert [(Libert, 2007)]

Classiquement dans les aciers, la limite d'élasticité R_e augmente lorsque la température diminue. Pour l'acier 16MND5, elle passe de 500 MPa à 700 MPa quand la température passe de 0 °C à -150 °C. Les travaux complémentaires menés par Pesci [(Pesci, 2004)] et Libert [(Libert, 2007)] montrent que R_e atteint 1000 MPa à -196 °C. De plus, quelle que soit la température de l'essai, ces auteurs ont montré que la pente d'écrouissage demeure constante et que la rupture fragile de type clivage se produit, dans l'acier de cuve, une fois que la limite élastique est dépassée.

I.3. Rupture par clivage dans l'acier 16MND5

Comme abordé précédemment, en conséquence des effets d'irradiation et du mode d'exploitation des réacteurs REP (cycles thermiques, hautes pressions), la zone de transition ductile-fragile de l'acier de cuve se décale vers les hautes températures lors du

fonctionnement de la centrale. Cela augmente le risque de rupture fragile en cas d'incidents de perte de réfrigérant.

I.3.1 Le clivage (rupture intragranulaire)

Le clivage est le principal mode de rupture des aciers à basse température. Il traduit la décohésion de deux plans cristallographiques parallèles sous l'effet d'une contrainte de traction critique. Le déclenchement du clivage nécessite la présence d'un défaut local dans le matériau (cavité, inclusion...).

Il existe deux manières de considérer le mécanisme de clivage : on l'associe à la germination des microfissures entraînant une concentration de contrainte jusqu'à l'état critique (rupture), ou encore à la propagation d'un défaut préexistant (créé pendant les procédés de mise en forme, usure...) et qui agit comme un défaut de Griffith.

Le mécanisme de clivage se déroule en trois étapes (figure I-8). Tout d'abord, un empilement de dislocations se crée sur un obstacle (macles, joints de grains...), engendrant une concentration de contraintes. Cela induit la décohésion des plans cristallins si la contrainte atteint la valeur critique (estimée à E/10), et est apte à générer des germes de microfissure. Une fois que la fissure s'est formée sur l'obstacle, elle se propage dans le grain : c'est la deuxième étape du clivage. Finalement, les microfissures se propagent dans tout le matériau en franchissant tous les obstacles (joints de grains, lattes...) et ce, jusqu'à la rupture complète ; la contrainte critique de propagation est de l'ordre de (E/100) [(Wallin, 1984)]. Si des défauts préexistent dans la matière (cavités, inclusions), l'empilement des dislocations et l'amorçage des microfissures ne forment qu'une seule étape du mécanisme de clivage.

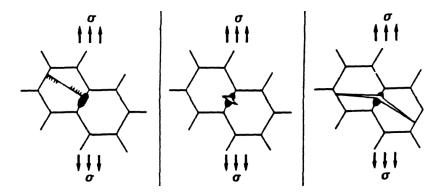


Figure I-8. Les différentes étapes de la rupture par clivage - [(Wallin, 1984)]

Le mécanisme de la rupture fragile intergranulaire diffère de ceux du clivage (figure I-9). La différence se résume dans l'étape de l'empilement des dislocations : elle se fait au sein du grain pour le clivage (rupture intragranulaire). Pour la rupture fragile intergranulaire, l'empilement des dislocations se fait dans une direction parallèle aux plans des joints de grains. Par conséquent, l'amorçage, la propagation et la rupture se produisent dans la direction des joints de grains.

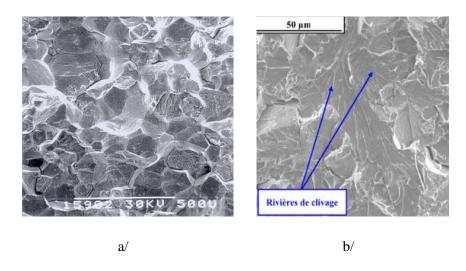


Figure I-9. Faciès de rupture fragile dans l'acier 16MND5 - a/ Clivage et rupture intergranulaire [(Yahya, 1997)] - b/ Clivage [(Pesci, 2004)]

La rupture fragile intergranulaire n'est pas fréquente dans l'acier 16MND5. Yahya [(Yahya, 1997)] a pu l'observer après avoir soumis le matériau à différents traitements thermiques. Par conséquent, ce type d'endommagement ne sera pas abordé dans ce chapitre ; néanmoins, on peut se référer aux travaux de Yahya [(Yahya, 1997)] si nécessaire.

I.3.2 Microstructure de l'acier 16MND5 et clivage

L'influence des conditions d'amorçage et de propagation du clivage dans l'acier 16MND5 a fait l'objet de nombreuses études. Les différentes observations réalisées ont montré que des éléments microstructuraux contrôlent la contrainte critique de clivage en fonction de la température et de la vitesse de sollicitation imposée. Les paramètres microstructuraux prépondérants sont l'orientation des lattes de ferrite et les désorientations intergranulaires. L'influence des précipités de MnS a également été mise en évidence. Quant au rôle des carbures, les résultats sont plus contradictoires.

a) Les lattes ferritiques

Lors de leurs travaux sur des aciers austéno-ferritiques proches de l'acier 16MND5, Deke et al. [(Deke, 1992)] ont calculé la contrainte de Griffith, en considérant les différentes unités microstructurales comme longueur de défaut critique. Ils ont ensuite comparé les résultats obtenus avec la contrainte de clivage déterminée expérimentalement. Les deux contraintes sont du même ordre de grandeur pour une longueur critique équivalente à la largeur des lattes. Les auteurs en déduisent que les lattes ferritiques contrôlent le clivage.

D'autres auteurs [(Kim, 1999), (Hausild, 2002)] estiment que les lattes ferritiques ne peuvent pas amorcer le clivage à elles seules. En revanche, elles jouent un rôle important dans l'unité microstructurale qu'elles forment avec les précipités de cémentite; le paquet bainitique. Ces chercheurs avancent que la propagation des fissures de clivage dépend de la désorientation entre deux paquets bainitiques adjacents et que l'orientation du paquet bainitique lui-même est fonction de l'orientation des lattes ferritiques qui le composent. L'effet de l'orientation cristallographique serait prédominant.

b) Influence de l'orientation sur le clivage

Pour caractériser la rupture fragile dans l'acier de cuve, des cartographies d'orientation ont été réalisées par EBSD avant et après rupture à différentes températures. Les auteurs Hausild [(Hausild, 2002)] et Libert [(Libert, 2007)] observent que la rupture par clivage se produit suivant les plans de la famille {100} et se propage selon deux types de direction cristallographique : <110> et <100>. Ce résultat a été confirmé par Lambert-Perlade [(Lambert-Perlade, 2001)] pour un acier bainitique proche de l'acier 16MND5.

La désorientation entre les grains influencerait la propagation de la fissure d'un grain à l'autre : suivant sa valeur, la fissure serait soit propagée, soit stoppée. Kim et al. [(Kim, 2000)] proposent que le franchissement d'un joint de faible désorientation (inferieure à 10 °) consomme peu d'énergie et que cette énergie augmente avec la désorientation. Elle arrive à saturation vers des angles de désorientation estimés à 20 °. De même, les observations réalisées par Hausild [(Hausild, 2002)] montrent qu'une faible désorientation des joints (inferieure à 10 °) facilite la propagation des microfissures. Une désorientation de 20 ° induit une déviation des microfissures (changement des chemins de fissuration), alors qu'une désorientation supérieure à 40 ° agit comme une barrière et peut stopper la propagation. Par la

simulation numérique, Mathieu [(Mathieu, 2006)] associe ce dernier effet à une augmentation des hétérogénéités des contraintes due à la forte désorientation du réseau cristallin entre deux grains ferritiques.

c) Les inclusions MnS

Dans l'acier de cuve, la rupture par clivage peut également s'amorcer sur des inclusions MnS. Cette hypothèse est confirmée, dans un premier temps, par les travaux de Mantyla et al. [(Mantyla, 1999)]. Les auteurs ont examiné au microscope les faciès d'échantillons sollicités jusqu'à rupture dans le domaine de transition fragile-ductile, entre -90 °C et -30 °C. Ils ont trouvé que, dans 80 % des cas, les inclusions MnS, qu'elles soient de forme oblique ou sphérique, jouent un rôle déterminant dans la rupture fragile (figure I-10).

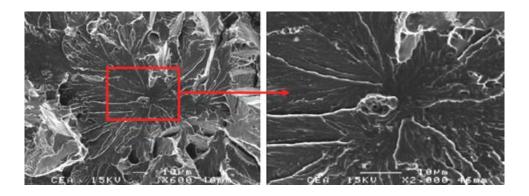


Figure I-10. Site d'amorçage dans l'acier 16MND5 : inclusion MnS - [(Libert, 2007)]

Dans des récents travaux [(Lambert-Perlade, 2001), (Pesci, 2004), (Libert, 2007)] il est également montré que les ruptures fragiles de type clivage sont souvent amorcées sur des inclusions MnS.

d) Les inclusions Fe₃C

Les auteurs McMahon et al. [(McMahon, 1965)] et Lindley et al. [(Lindley, 1970)] impliquent les carbures dans la rupture fragile. Leurs théories sont basées sur le fait que la germination des microfissures est favorisée au niveau des joints de grains et des interfaces carbure/matrice. Cependant, l'aboutissement à un critère de fissuration pertinent reste un défi, d'autant plus que l'observation et l'analyse du comportement des inclusions présentes dans

l'acier 16MND5 sont rendues difficiles par leur taille réduite (100 nm) et leur faible fraction volumique (2 %). Zhang et al. [(Zhang, 1986)] ont travaillé sur une nuance d'acier proche de l'acier 16MND5 et les faciès examinés ont été obtenus suite à des essais effectués à basse température. Les observations réalisées au MEB n'ont pas mis en évidence d'amorçage du clivage sur les carbures. En utilisant un modèle micromécanique associé à des observations microstructurales, Pineau et al. [(Pineau, 2010)] ont montré que l'amorçage de la rupture fragile est relatif au clivage des particules de Fe₃C et/ou de MnS. Cette étape est gouvernée par une contrainte critique σ_c atteinte pour des tailles de défauts critiques de l'ordre de 0,1 à 1 μ m, ce qui correspond à la taille moyenne de carbures présents dans l'acier 16MND5. Les auteurs [(Zhang, 1986), (Pineau, 2010)] n'ont cependant pas constaté de carbures cassés lors de leurs études fractographiques. Par conséquent, l'amorçage du clivage sur les carbures de fer reste encore une question ouverte.

I.4. Comportement phase à phase

Même si la ferrite représente la phase prépondérante dans l'acier de cuve (fraction volumique de 98 %), son comportement est fortement influencé par les inclusions de cémentite (fraction volumique 2 %). Il est nécessaire de comprendre le comportement de chacune de ces phases afin de mieux cerner son comportement global.

I.4.1 Comportement de la ferrite

Dans le but d'apporter une meilleure compréhension au comportement de l'acier de cuve à l'échelle de la phase, Pesci [(Pesci, 2004)] puis Mathieu [(Mathieu, 2006)] ont utilisé des analyses par diffraction des rayons X (DRX) pour déterminer l'évolution des contraintes internes, dans la ferrite de l'acier 16MND5, au cours d'un essai de traction. Ces études ont été réalisées à température ambiante ainsi qu'à basse température, notamment à -150 °C. Il reste difficile pour ce type d'essais, de refroidir les échantillons à des températures au-delà de cette limite. Les analyses de contrainte par DRX ont été effectuées dans le domaine plastique. La combinaison de l'outil de diffraction à une micromachine de traction/compression est détaillée dans le chapitre II, car nous l'avons aussi utilisée dans nos travaux. Cette technique permet d'avoir simultanément « in situ », au cours du chargement, la contrainte ferritique

ainsi que la contrainte macroscopique. Cette dernière est aussi appelée contrainte bainitique dans la suite de nos travaux.

En charge (sollicitation de traction), les résultats mettent en évidence que la ferrite présente un état de contraintes inférieur à la contrainte macroscopique, même si celles-ci restent proches. L'écart de contrainte augmente légèrement avec la déformation plastique pour atteindre une valeur maximale de 150 MPa à température ambiante. A basse température (-150 °C), les contraintes ferritiques et bainitiques augmentent suite au durcissement engendré par l'effet de la température. L'écart ferrite-bainite augmente également ; la valeur maximale est de 200 MPa (figure I-11).

Lors de ces campagnes d'essais, il a été remarqué que des contraintes résiduelles subsistent dans la ferrite, après décharge. La ferrite est en compression et l'écart ferrite-bainite observé entre les deux phases à pleine charge persiste (figure I-11), indiquant ainsi la présence de fortes hétérogénéités de contrainte au sein du matériau.

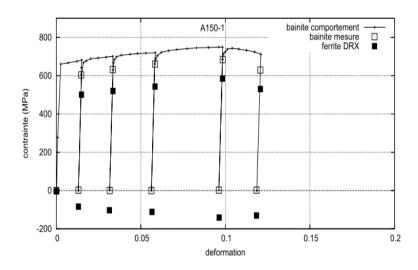


Figure I-11. Distribution des contraintes par phase dans l'acier 16MND5 à -150 °C - [(Mathieu, 2006)]

Les courbes de déformation $\varepsilon_{\varphi\psi}=f(\sin^2\psi)$ obtenues après décharge et tracées pour le calcul des contraintes résiduelles (figure I-12), font apparaître des oscillations qui ne sont pas dues à un effet de texture. L'acier 16MND5 ne présente pas de texture cristallographique et présente un comportement isotrope (comme mentionné au paragraphe §.I.1).

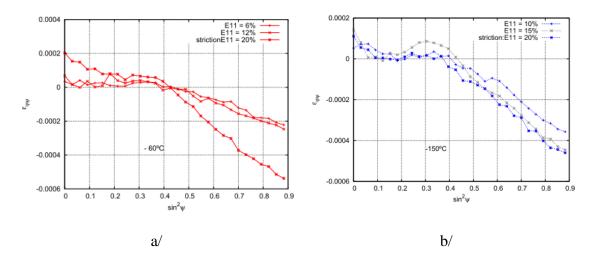


Figure I-12. Hétérogénéité des déformations dans l'acier 16MND5 après décharge - a/ T=-60 °C - b/ T=-150 °C - [(Mathieu, 2006)]

Mathieu [(Mathieu, 2006)] montre dans ses travaux, que les oscillations observées résultent des hétérogénéités des déformations présentes dans l'acier de cuve. Ces hétérogénéités s'accentuent, d'une part, avec les chargements de traction (figure I-12) et d'autre part avec la baisse de température, puisque, sur les courbes de déformation $\varepsilon_{\varphi\psi}=f(\sin^2\psi)$, les oscillations sont d'autant plus intenses que la température est basse.

Dakhlaoui et al. [(Dakhlaoui, 2010)] se sont également intéressés à l'influence des hétérogénéités des déformations/contraintes de la ferrite sur le comportement macroscopique de l'acier 16MND5. Ils ont utilisé pour leurs études, la diffraction des neutrons combinée à des essais de traction in situ effectués à température ambiante. L'analyse de contrainte a été effectuée pour des familles de grains caractérisées par cinq orientations cristallographiques différentes. Chaque orientation a été sélectionnée de manière à faire varier la direction de chargement par rapport aux systèmes de glissement de la ferrite. Les résultats montrent que les profils des contraintes ferritiques relatifs aux cinq orientations ne sont pas identiques (courbes contrainte-déformation présentées dans la figure I-13-a): des hétérogénéités de déformations sont observées, entre les différentes familles de grains étudiées, qui finissent par induire une variation des niveaux de contrainte atteints entre les orientations considérées. De plus, les résultats montrent que la courbe moyenne obtenue pour les différentes orientations étudiées décrit la courbe macroscopique de l'acier 16MND5 (figure I-13-b).

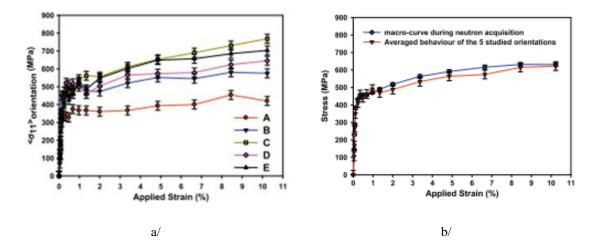


Figure I-13. a/ Comparaison des contraintes atteintes selon différents plans/orientations - b/ Comparaison entre la contrainte macroscopique et la moyenne des contraintes ferritiques - [(Dakhlaoui, 2010)]

Les auteurs [(Dakhlaoui, 2010)] montrent par ces résultats que les hétérogénéités des déformations/contraintes présentes entre les grains ferritiques voisins mais orientés différemment, jouent un rôle important sur le comportement de l'acier de cuve : elles contribuent aux mécanismes d'accommodation plastique du matériau.

I.4.2 Comportement de la cémentite (approche indirecte)

Les contraintes/déformations que la cémentite peut atteindre en charge et/ou en décharge, sont décisives pour la prédiction du comportement de l'acier 16MND5. Cependant, la taille réduite des carbures de fer présents dans cet acier ainsi que leur faible fraction volumique, les rend inaccessibles à l'analyse par diffraction des rayons X de laboratoire : les pics de diffraction relatifs à la cémentite présentent une intensité trop faible [(Belassel, 1994)].

Dans la littérature, la répartition des contraintes/déformations entre les deux phases de l'acier de cuve est couramment obtenue par une approche indirecte : la contrainte dans la seconde phase est déduite par une loi des mélanges. Cette approche est utilisée notamment dans les codes de calculs micromécaniques comme celui de Mathieu [(Mathieu, 2006)]. La méthode consiste à déterminer les contraintes dans la phase ferritique en utilisant la diffraction. Les rayons X de laboratoire sont les plus utilisés, mais les neutrons peuvent l'être

aussi, comme nous l'avons présenté précédemment. Par la suite, la contrainte dans la cémentite est déterminée en utilisant la loi des mélanges (équation I.1).

$$\sigma_{\text{macroscopique}} = f_{\text{Fe}} \cdot \sigma_{\text{Fe}} + f_{\text{Fe}_3} \cdot \sigma_{\text{Fe}_3}$$
(I.1)

 $\sigma_{macroscopique}$ est la contrainte macroscopique. σ_{Fe} et σ_{Fe_3C} sont les contraintes déterminées respectivement dans la ferrite et la cémentite. f_{Fe} et f_{Fe_3C} sont les fractions volumiques relatives à chaque phase.

Les auteurs Pesci [(Pesci, 2009)] et Mathieu [(Mathieu, 2010)] ont utilisé des analyses de contraintes effectuées dans la ferrite pour paramétrer leurs modèles numériques, utilisés pour l'estimation des contraintes dans la cémentite. Ces modèles prennent en compte la loi des mélanges. Les résultats obtenus sont présentés dans la figure I-14.

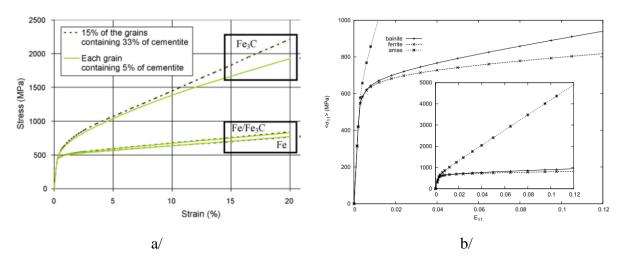


Figure I-14. Répartition des contraintes par phase dans l'acier 16MND5 - a/ T=-60 °C [(Pesci, 2009)] - b/ T=-150 °C [(Mathieu, 2010)]

Les niveaux de contrainte prédits pour la cémentite sont très élevés en comparaison avec la contrainte ferritique, ce qui conduit à une forte hétérogénéité dans la distribution des contraintes par phase : à -60 °C, Pesci et al. [(Pesci, 2009)] annoncent que la cémentite atteint une contrainte maximale de l'ordre de 2200 MPa; la fraction volumique de cémentite considérée dans leurs travaux est 5 %. Mathieu et al. [(Mathieu, 2010)] obtiennent une contrainte de l'ordre de 5000 MPa pour 2 % de cémentite et une température de -150 °C.

Pour des aciers biphasés autres que l'acier de cuve (aciers perlitiques), quelques auteurs ont appliqué la loi des mélanges pour la détermination des contraintes maximales dans la cémentite. Le tableau I-2 résume les résultats.

| Référence | Technique | f_{Fe_3C} | σ _{Fe₃C} (MPa) |
|--------------------------|--------------------|-------------|------------------------------------|
| [(Martinez-Perez, 2004)] | Rayonnement | 10 % | 2000 (résiduelle) |
| | synchrotron | | |
| [(Tomota, 2003)] | Neutrons | 14 % | 5000 (à pleine charge) |
| [(Che, 2007)] | DRX de laboratoire | 13 - 15 % | 5000 (à pleine charge) |

Tableau I-2. Contrainte maximale atteinte dans la cémentite, déterminée par la loi des mélanges - aciers perlitiques

Ces valeurs de contraintes sont du même ordre de grandeur et comparables dans les différents travaux cités précédemment. Elles peuvent toutefois paraître très (trop ?) élevées comme elles peuvent être impactées par l'erreur de mesure faite lors de l'analyse des contraintes dans la ferrite, ou encore lors de l'estimation de la fraction volumique de cémentite. Ces résultats soulignent la nécessité d'analyser directement les contraintes dans la cémentite en utilisant des méthodes de diffraction plus appropriées, offrant des flux de rayonnement importants. A notre connaissance, aucun travail de ce genre n'a été entrepris sur l'acier 16MND5. Toutefois, quelques analyses, concernant d'autres aciers, ont pu être recensées.

I.5. Analyse des inclusions de cémentite - approche directe

Il existe dans la littérature quelques études expérimentales qui ont visé à déterminer directement les déformations et les contraintes dans la cémentite en utilisant la diffraction des neutrons ou le rayonnement synchrotron : dans ce cas, les déformations sont toujours calculées à partir de la variation des distances interréticulaires. Par contre, la méthode utilisée pour l'analyse de contrainte dépend de la nature du rayonnement utilisé et du dispositif d'acquisition de données de diffraction. Pour le rayonnement synchrotron, la loi de Hooke généralisée est principalement utilisée. Pour les neutrons et quand le dispositif le permet, la

méthode des $\sin^2 \psi$ est appliquée. Cette dernière est aussi liée à la loi de Hooke cependant elle exprime la contrainte dans le repère du goniomètre (voir chapitre II).

I.5.1 Déformations/contraintes dans la cémentite

a) Déformations élastiques

Les profils des déformations élastiques des deux phases, ferrite et cémentite, d'un acier perlitique ont pu être déterminés directement, en utilisant les neutrons. L'avantage des aciers perlitiques réside dans leur fraction volumique de cémentite relativement importante (12 %) vis-à-vis de la diffraction. Les résultats montrent que les déformations des deux phases, déterminées selon différentes familles de plans {hkl}, restent proches dans le domaine élastique. Dans le domaine plastique, les déformations de la ferrite n'augmentent que légèrement alors que celles de la cémentite augmentent fortement : un transfert de charge a lieu de la matrice ferritique vers la cémentite [(Bonner, 1997), (Daymond, 2002)].

De plus, les déformations élastiques relatives à chaque phase augmentent linéairement avec les contraintes appliquées ; toutefois la pente obtenue dans le régime élastique est différente de celle obtenue dans le régime plastique : cela s'explique par la croissance des hétérogénéités des déformations/contraintes, lors du régime plastique. Il en résulte un ralentissement de l'évolution des déformations [(Oliver, 2004)].

b) Contraintes

Pour la détermination des contraintes, Van-Acker et al. [(Van-Acker, 1996)] ont quantifié les contraintes résiduelles dans les particules de cémentite par la méthode des $\sin^2 \psi$ en utilisant la diffraction des neutrons. Les hypothèses considérées dans leurs travaux sont :

- \rightarrow les contraintes normale σ_{33} et transverse σ_{22} sont infiniment petites devant la contrainte axiale, sens de la mesure : $\sigma_{22} = \sigma_{33} = 0$
- → les constantes d'élasticité radiocristallographiques S₁ et ¹/₂ S₂ sont considérées identiques pour les deux phases de l'acier : E et v relatifs à la ferrite et la cémentite sont identiques

Sous les mêmes conditions, Oliver et al. [(Oliver, 2004)] ont déterminé la contrainte atteinte pendant le chargement (au début du domaine plastique). Van-Acker et al. [(Van-Acker, 1996)] ont déterminé la contrainte résiduelle dans un échantillon tréfilé à froid. Les résultats obtenus ainsi sont résumés dans le tableau I-3.

| Références | f_{Fe_3C} | σ _{appliquée} (MPa) | σ _{ferrite} (MPa) | σ _{Fe₃C} (MPa) |
|---------------------|-------------|------------------------------|----------------------------|------------------------------------|
| [(Van-Acker, 1996)] | 12 % | (résiduelle) | / | 2300 |
| [(Oliver, 2004)] | 20 % | 595 | 420 | 1230 |

Tableau I-3. Estimation des contraintes dans la cémentite par diffraction des neutrons par la méthode des sin²ψ

Pour un acier biphasé (34 % de cémentite), dans les travaux de Young et al. [(Young, 2007)], la loi de Hooke (équations I.2 et I.3) a été utilisée pour déterminer la contrainte principale dans le sens axial et les deux contraintes principales relatives aux sens transverse et normal, pour les deux phases ferrite et cémentite.

$$\sigma_{11} = \frac{E}{1+\nu} * \varepsilon_{11} + \frac{\nu E}{(1+\nu)(1-2\nu)} * (\varepsilon_{11} + \varepsilon_{22} + \varepsilon_{33})$$
 (I.2)

$$\sigma_{22} = \sigma_{33} = \frac{E}{1+\nu} * \varepsilon_{22} + \frac{\nu E}{(1+\nu)(1-2\nu)} * (\varepsilon_{11} + \varepsilon_{22} + \varepsilon_{33})$$
 (I.3)

(E, v) sont respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson relatifs à la phase considérée. $(\varepsilon_{11}, \varepsilon_{22}, \varepsilon_{33})$ et $(\sigma_{11}, \sigma_{22}, \sigma_{33})$ sont les déformations élastiques et les contraintes déterminées respectivement dans les trois directions principales : axiale, transverse et normale. Les contraintes déterminées à différentes déformations appliquées sont données dans le tableau I-4.

| ε _{appliquée} (%) | σ _{macro} (MPa) | σ _{ferrite} (MPa) | σ _{Fe₃C} (MPa) |
|----------------------------|--------------------------|----------------------------|------------------------------------|
| 0,2 | 720 | 710 | 670 |
| 0,7 (palier de Luders) | 720 | 420 | 980 |
| 6,2 (déformation maximale) | 1060 | 460 | 1630 |

Tableau I-4. Répartition des contraintes par phase - [(Young, 2007)]

La répartition des contraintes obtenue par Young et al. [(Young, 2007)] rejoint les précédents travaux d'Oliver et al. [(Oliver, 2004)]. Les auteurs ont également montré que l'équilibre des contraintes (loi des mélanges) est vérifié dans leur cas d'étude.

I.5.2 Anisotropie de la cémentite

Le comportement anisotrope de la cémentite a été examiné expérimentalement dans les travaux d'Young et al. [(Young, 2007)]. Les déformations élastiques mesurées pour différentes familles de plans {hkl} relatives à la cémentite, ont été déterminées dans les domaines élastique et plastique, lors d'essais de traction.

En considérant les déformations élastiques déterminées pour différentes familles de plans {hkl}, les résultats montrent que la cémentite présente un comportement isotrope dans le domaine élastique : les profils de déformations mesurées pour les différents plans {hkl} sont proches. Dans le domaine plastique, une anisotropie par plan a été observée : lors du transfert de charge de la matrice vers la cémentite, certaines familles de plans sont beaucoup plus chargées que d'autre [(Young, 2007)].

L'anisotropie élastique (anisotropie relative au domaine élastique) de la cémentite a été mise en évidence par Nikolussi et al. [(Nikolussi, 2008)]. Les auteurs ont utilisé l'analyse monocristalline combinée à des travaux expérimentaux (analyse de contrainte par DRX). Leurs résultats montrent que les constantes élastiques (CER) S_1 et ½ S_2 déterminées sont fortement anisotropes. Par conséquent, les CER dépendent du plan (hkl) considéré ; un rapport de l'ordre de 1,7 est relevé entre les constantes du plan le plus rigide et celles du plan le moins rigide.

I.5.3 Elasticité de la cémentite

Les examens réalisés directement sur la cémentite ont soulevé de nouvelles questions autour du comportement des carbures de fer. L'hypothèse que la cémentite présente un comportement purement élastique tout au long du cycle élastoplastique du matériau, est assumée et démontrée expérimentalement dans de nombreux travaux [(Daymond, 2002), (Tomota, 2003), (Oliver, 2004)]. Pourtant, dans d'autres travaux, un élargissement des pics de cémentite est observé. Les hétérogénéités des déformations (densité de dislocations, déformation non homogène pour les particules de cémentite contenues dans le volume diffractant), l'activité plastique ou encore l'endommagement des carbures peut expliquer ce phénomène. Il reste, cependant, difficile de montrer la contribution de chacune de ces raisons dans l'élargissement observé. Les auteurs Van-Acker et al. [(Van-Acker, 1996)] et Bonner et al. [(Bonner, 1997)] expliquent que les deux phases, ferrite et cémentite, contribuent à l'accommodation plastique (déformation plastique de la cémentite) et dans le cas de la cémentite lamellaire, les lamelles peuvent s'endommager. Weisser et al. [(Weisser, 2011)] montrent que la cémentite présente un comportement élastique durant le régime élastique et jusqu'au début du domaine plastique (macroscopique). L'élargissement des pics de diffraction dans ce cas est engendré par les hétérogénéités et/ou une localisation des déformations au niveau de certains carbures. Avec l'augmentation de la déformation appliquée, quand la déformation élastique de la cémentite atteint 1 %, l'activité plastique voire l'endommagement des carbures est engendré. Ces observations sont réalisées sur des particules sphériques et remettent en question l'hypothèse du comportement purement élastique de la cémentite.

I.6. Contribution des travaux envisagés

Les propriétés mécaniques de l'acier de cuve à différentes températures, sont gouvernées par la combinaison du comportement de la ferrite et de la cémentite. Des essais de traction combinés à des analyses de contraintes ont montré que le comportement moyen de la ferrite reste proche du comportement macroscopique de l'acier. Toutefois, le comportement de la cémentite, déduit d'une loi des mélanges, montre que cette phase présente des contraintes élevées.

A l'échelle de la phase ferritique, de nombreux travaux numériques et expérimentaux ont montré que les grains présentent une anisotropie locale (anisotropie par plan) qui se traduit par la croissance des hétérogénéités de déformations/contraintes et qui contribue à l'accommodation plastique [(Mathieu, 2010), (Dakhlaoui, 2010), (Libert, 2011)]. Par des méthodes indirectes (code de calcul et modélisation), ces mêmes travaux ont montré que l'interaction des inclusions avec la matrice contribue également à la croissance des hétérogénéités de contraintes/déformations. Seulement, aucune analyse directe n'a pu le montrer dans le cas de l'acier de cuve. La faible fraction volumique de la cémentite dans cet acier ne permet pas d'utiliser la DRX de laboratoire pour suivre expérimentalement son comportement mécanique.

Il existe dans la littérature des travaux d'analyse directe du comportement de la cémentite présente dans des aciers autres que l'acier de cuve. La diffraction des neutrons et le rayonnement synchrotron sont utilisés pour cela. C'est ainsi que plusieurs auteurs [(Van-Acker, 1996), (Bonner, 1997), (Oliver, 2004), (Young, 2007)] ont analysé la seconde phase, pendant et après chargement. Ces auteurs annoncent que le niveau de contrainte maximale atteint dans la cémentite est de l'ordre de 2000 MPa.

Ces mêmes travaux ont souligné un manque de compréhension au niveau de certains comportements des carbures. L'isotropie de la cémentite est supposée dans certains travaux [(Oliver, 2004)]. Par ailleurs, d'autres travaux ont montré que cette phase présente un comportement anisotrope qui se traduit par la variation des CER (S₁ et ½ S₂) par plan : certains plans sont plus rigides que d'autres [(Nikolussi, 2008), (Weisser, 2011)]. Egalement, le comportement purement élastique des carbures est remis en question dans bon nombre de recherches [(Van-Acker, 1996), (Bonner, 1997), (Weisser, 2011)], lors desquelles un élargissement des pics de cémentite sous la sollicitation est observé. Ce phénomène peut être lié à une activité plastique voire même à un endommagement des carbures. Récemment, les approches locales (modèles micro/macro), utilisées pour prédire l'endommagement de l'acier 16MND5, ont souligné le rôle des inclusions de cémentite dans l'amorçage du clivage [(Pineau, 2010)]. A ce stade, une meilleure compréhension du comportement des carbures et des interactions ferrite/cémentite est nécessaire, afin d'apporter des éléments essentiels pour l'enrichissement des modèles et codes de calcul utilisés pour prédire les risques de rupture fragile dans les cuves des réacteurs REP.

Pour nos travaux de recherche, nous envisageons, dans un premier temps, de mettre en place une base de données autour du comportement macroscopique de l'acier de cuve, obtenues sous différentes conditions de chargement thermomécaniques (mode de rupture, R_e,

R_m). Par la suite, l'accent est mis sur le comportement phase à phase de l'acier afin d'établir la répartition des contraintes entre la ferrite et la cémentite de l'acier 16MND5, en utilisant des méthodes directes (analyse directe) et d'autres indirectes (loi des mélanges). Dans cette démarche qui vise à mieux comprendre le comportement des carbures, nous vérifierons aussi s'il reste possible de caractériser les inclusions de cémentite par d'autres outils tels que la nanoindentation.

Les différents travaux envisagés permettront une meilleure compréhension du comportement de la cémentite à différentes températures (22 °C et -150 °C) ainsi qu'une contribution au développement de lois de comportement micromécaniques qui viendront alimenter les modèles et codes de calcul existants (prédiction de la rupture fragile dans l'acier de cuve en service et de ses conséquences sur la durée de vie des installations).

| Chapitre II : Techniques expérimentales |
|---|
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| II. Techniques expérimentales |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |

Sommaire

| II. | Techniques expérimentales | 43 |
|-----|--|----|
|] | Introduction | 45 |
| I | II.1. Caractérisation thermomécanique | 46 |
| | II.1.1 Essais quasi-statiques | 46 |
| | II.1.2 Essais dynamiques | 47 |
| | II.1.3 Essais in situ | 47 |
| I | II.2. Analyse de contrainte par la méthode des sin²ψ | 49 |
| | II.2.1 Diffraction des rayons X et neutrons | 49 |
| | II.2.2 Loi de Bragg | 49 |
| | II.2.3 Mesure des déformations | 50 |
| | II.2.4 Méthode des sin²ψ | 51 |
| | II.2.5 Conditions expérimentales appliquées | 53 |
|] | II.3. Rayonnement synchrotron | 56 |
| | II.3.1 Anneaux de Debye Scherrer | 57 |
| | II.3.2 Conditions expérimentales appliquées | 58 |
| | II.3.3 Mesure des déformations | 60 |
| I | II.4. Nanoindentation | 64 |
| | II.4.1 Modèle d'Oliver et Pharr | 64 |
| | II.4.2 Démarche utilisée | 67 |
| (| Conclusion | 70 |

Introduction

Ce chapitre est consacré à la description des techniques expérimentales mises en œuvre dans nos travaux pour la détermination de l'évolution des contraintes macroscopiques par phase dans les deux aciers bainitiques étudiés. Il s'agit de deux matériaux biphasés (ferrite, cémentite). Le premier est l'acier de cuve 16MND5, analysé précédemment dans les travaux de Pesci [(Pesci, 2004)] et Mathieu [(Mathieu, 2006)] (voir chapitre I); le second est un acier modèle « acier 2C40 » qui a une composition chimique proche de celle de l'acier de cuve mais présente l'avantage d'une fraction volumique de cémentite trois plus importante (5,7 % contre 2 %) et des tailles de carbure dix fois plus grandes (1 µm contre 100 nm). Cet acier est décrit en détail dans le chapitre III.

Pour l'acier de cuve, si le comportement de la ferrite est déjà bien documenté, il n'en n'est pas de même pour la cémentite. La très faible fraction volumique de cette phase, associée à la petite taille des précipités Fe₃C, rend impossible toute analyse classique par diffraction des rayons X de laboratoire et impose le recours aux grands instruments ou aux techniques très locales d'analyse comme la nanoindentation.

II.1. Caractérisation thermomécanique

Pour nos travaux à caractère expérimental, nous nous sommes intéressés aux différentes réponses mécaniques des aciers étudiés, de l'échelle macroscopique à celle de la phase.

D'un point de vue macroscopique, des essais de traction quasi-statique et dynamique jusqu'à rupture ont été effectués sur les deux aciers afin de déterminer les caractéristiques mécaniques de chacun (principalement la limite élastique R_e et la résistance mécanique R_m). Ces essais ont été réalisés à des températures comprises entre la température ambiante et -196 °C, avec des vitesses de déformation variant de $3.5*10^{-4}$ s⁻¹ à 25 s⁻¹. Nous avons utilisé pour cela des éprouvettes de traction plates, d'une épaisseur qui varie entre 0.8 mm et 1 mm, afin d'assurer un refroidissement homogène pour les essais réalisés à basse température.

II.1.1 Essais quasi-statiques

Les essais de traction quasi-statiques conduits à température ambiante et à -196 °C ont été réalisés avec une machine MTS équipée d'une cellule de force de 5 kN. Pour les essais à -196 °C, les échantillons sont entièrement immergés dans un bain d'azote liquide. Aux températures intermédiaires (-130 °C, -150 °C), les essais ont été réalisés sur un banc d'essais INSTRON équipé d'une cellule de force de 10 kN et d'une enceinte thermique : le refroidissement des éprouvettes s'effectue par brouillard d'azote. Dans ce cas, des thermocouples ont été placés à la fois dans l'enceinte et directement sur les éprouvettes, afin de vérifier l'homogénéité de la température. Pour l'acier 16MND5, les essais ont été effectués à 20 °C, -130 °C, -150 °C et -196 °C, alors que pour l'acier 2C40, seules les températures extrêmes (22 °C et -196 °C) ont été considérées.

La vitesse de déformation appliquée $\dot{\epsilon}$ est de 3,5*10⁻⁴ s⁻¹, soit une vitesse de traverse V=0,5 mm/min. La déformation des échantillons est calculée à partir du déplacement de la traverse.

II.1.2 Essais dynamiques

Les essais dynamiques ont été réalisés à 22 °C et à -196 °C à l'aide d'une machine de traction hydraulique ZWICK, avec une cellule de force de 10 kN et une vitesse de sollicitation d'environ 0,6 m/s, soit une vitesse de déformation appliquée $\dot{\epsilon} = 25 \text{ s}^{-1}$. Les valeurs de force et de déplacement ont été acquises à l'aide d'un oscilloscope.

Après chaque essai de traction quasi-statique ou dynamique, les faciès de rupture sont soigneusement conservés pour une étude fractographique. Les résultats de cette campagne d'essais sont exposés au chapitre III.

II.1.3 Essais in situ

L'utilisation des micromachines de traction/compression pour la caractérisation du comportement des aciers est de plus en plus fréquente. Leur intérêt réside dans leur taille réduite, ce qui permet de les combiner avec d'autres outils d'analyse et d'observation sans avoir besoin de décharger l'éprouvette, pour réaliser l'observation. Le terme « in situ » est généralement caractéristique de ce type d'analyse. Pesci [(Pesci, 2004)] et Mathieu [(Mathieu, 2006)] ont combiné la micromachine avec l'utilisation d'un Microscope Electronique à Balayage (MEB) pour réaliser des observations microstructurales tout au long d'essais de traction. Les auteurs ont aussi adapté la technique avec un diffractomètre de rayons X pour l'étude de l'évolution de la contrainte dans la ferrite lors de chargements en traction à différentes températures (ambiante et basse température).

Nous utiliserons cette même micromachine (figure II-1-a) dans nos essais réalisés à différentes températures, combinée à la diffraction des rayons X, diffraction des neutrons et rayonnement synchrotron, pour déterminer l'évolution des contraintes dans la ferrite et la cémentite au cours d'essais de traction.

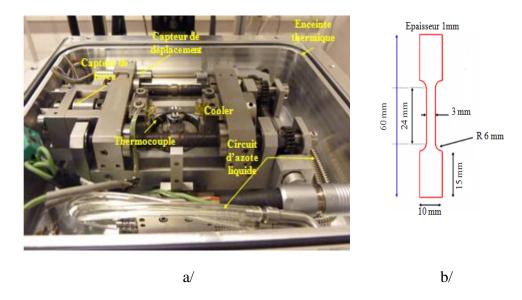


Figure II-1. Micromachine de traction/compression - a/ Montage préparé pour un essai à basse température - b/ Géométrie d'éprouvette utilisée pour ce type de machine.

Les déformations appliquées et les contraintes macroscopiques atteintes sont déterminées avec précision à l'aide d'un capteur de déplacement et d'un capteur de force (capacité 5 kN) adaptés à la machine.

La machine est pourvue d'un système de refroidissement par azote liquide afin de réaliser des essais à basse température. Le refroidissement est assuré par contact thermique : les échantillons reposent sur une pièce en cuivre appelée « cooler » (figure II-1-a) refroidie par circulation d'azote liquide. Ce moyen permet de refroidir l'échantillon jusqu'à -150 °C ; aller en dessous de cette température reste encore très difficile pour des problèmes de stabilisation de la température.

Nous avons isolé le système (micromachine + éprouvette) dans une enceinte en aluminium. Avant de commencer l'essai, l'enceinte est remplie d'argon afin de limiter la formation de givre à la surface de l'échantillon : ce dernier peut en effet constituer un obstacle aux rayons X s'il s'accumule en trop grande quantité. L'enceinte est également pourvue d'une fenêtre en Kapton perméable aux rayons X, ce qui permet de combiner cet outil avec un goniomètre de diffraction.

II.2. Analyse de contrainte par la méthode des sin²ψ

La caractérisation du comportement mécanique des matériaux polycristallins entraîne souvent l'utilisation des outils de diffraction (rayons X, neutrons, rayonnement synchrotron) pour déterminer les états de contrainte par phase ou dans chaque grain. De plus, il est possible aujourd'hui de combiner ces outils à des techniques de sollicitation thermomécanique afin de déterminer l'évolution des déformations/contraintes pendant le chargement.

II.2.1 Diffraction des rayons X et neutrons

Les rayons X utilisés en métallurgie se caractérisent par une longueur d'onde de l'ordre de la distance interréticulaire des matériaux métalliques, soit 0,2 à 3 Å. Les neutrons sont de longueur d'onde comprise entre 0,05 et 2 nm et permettent d'effectuer des études du même type que celles effectuées par rayons X.

II.2.2 Loi de Bragg

La loi de Bragg a été établie en 1913 par W.L. Bragg et son fils [(Eigenmann, 1996)]. Elle est associée à l'utilisation des rayons X pour observer des structures cristallines simples. Cette loi se résume comme suit (figure II-2) : lorsqu'un matériau polycristallin est irradié par un faisceau monochromatique de rayons X de longueur d'onde λ , une partie du faisceau est diffractée avec la même longueur d'onde si la loi de Bragg est vérifiée (équation II.1).

$$\lambda = 2d_{hkl} * \sin\theta$$
 (II.1)

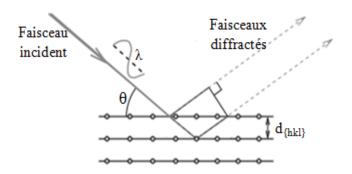


Figure II-2. Illustration de la loi de Bragg - [(Hauk, 1997)]

 θ est l'angle de diffraction formé par les directions des rayons incidents ou diffractés avec les plans diffractants alors que $d_{\{hkl\}}$ est la distance interréticulaire entre deux plans cristallins successifs.

Les plans cristallins sont soumis à des règles d'extinction. Il n'y a diffraction que pour des familles de plans {hkl} liées à un facteur de structure non nul. Ce dernier est exprimé en fonction de nombreux paramètres dont la structure cristalline considérée et les indices h, k, l.

II.2.3 Mesure des déformations

Théoriquement, seules les déformations élastiques du matériau sont mesurables par diffraction en prenant la distance interréticulaire comme jauge de déformation. Si l'on considère deux états de déformation pour un même échantillon, dont le premier est associé à l'état non déformé caractérisé par (d_0, θ_0) et le second est associé à l'état déformé caractérisé par (d, θ) , l'expression de la déformation mesurée sur cette famille de plans s'écrit alors (équation II.2) :

$$\varepsilon = (d - d_0)/d_0 \tag{II.2}$$

En pratique, la déformation s'obtient en considérant le déplacement des pics de diffraction par rapport à ceux du matériau non contraint (équation II.3 ; figure II-3) :

$$\varepsilon = (\sin\theta_0/\sin\theta) - 1 \tag{II.3}$$

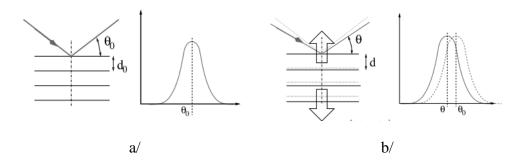


Figure II-3. Déplacement du pic de diffraction sous l'effet d'une contraint - a/ Etat non contraint - b/ Etat contraint - [(Hauk, 1997)]

Le volume analysé correspond à un ou plusieurs grains attachés à la même famille de plans {hkl} : cela dépend de la taille des grains présents dans le matériau considéré ainsi que la taille du faisceau utilisé. Ce volume donne une mesure de déformation moyenne par phase.

Le volume analysé dépend aussi du type du rayonnement utilisé. La pénétration des rayons X dans les matériaux est très faible ($\sim 10~\mu m$): cet aspect limite leur utilisation à des mesures en surface. La profondeur de pénétration des neutrons dans la matière, comme expliqué dans les travaux de Cotton et al. [(Cotton, 1996)] et Daymond et al. [(Daymond, 2001)], est plus importante ($\sim 1~cm$): il est ainsi possible d'étudier des échantillons métalliques à cœur.

L'application de la diffraction des neutrons reste analogue à celle des rayons X. Mais comme les sources de neutrons (réacteurs nucléaires) sont difficiles d'accès, celles-ci restent réservées aux expériences pour lesquelles les rayons X ne peuvent pas fournir de résultats.

II.2.4 Méthode des sin²ψ

La méthode s'applique pour des matériaux polycristallins à petits grains, homogènes et quasi isotropes. En diffraction, quand la loi de Bragg est vérifiée, plusieurs grains diffractent pour différentes positions du faisceau incident (figure II-4-a).

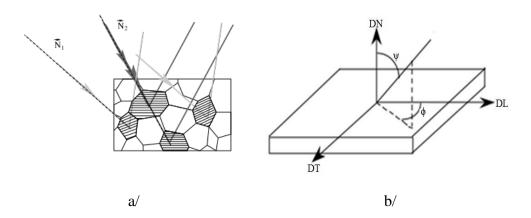


Figure II-4. a/ Diffraction des matériaux polycristallins - b/ Repère associé à l'échantillon - [(Hauk, 1997)]

Chaque angle de diffraction est associé à une famille de plans bien précise. En pratique, et pour des raisons de commodité, on fait en sorte que l'angle 20 recherché reste constant en

choisissant une famille de plans sur laquelle l'analyse doit être effectuée. Puis l'utilisation du goniomètre permet de configurer l'échantillon selon différentes positions d'angles ψ afin d'obtenir le pic de diffraction recherché (figure II-4-b).

Sur la base de la théorie de l'élasticité appliquée à un matériau homogène et macroscopiquement isotrope, la formule qui exprime la déformation est donnée par l'équation II.4 :

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1}{2} S_2 (\sigma_{\phi} - \sigma_{33})^* \sin^2 \psi + S_1^* tr(\sigma) + \frac{1}{2} S_2^* \tau_{\phi}^* \sin^2 \psi + \frac{1}{2} S_2^* \sigma_{33}$$
 (II.4)

avec

$$\sigma_{\phi} = \sigma_{11} * \cos^2 \phi + \sigma_{12} * \sin^2 \phi + \sigma_{22} * \sin^2 \phi \tag{II.5}$$

$$\tau_{\phi} = \sigma_{13} * \cos\phi + \sigma_{23} * \sin\phi \tag{II.6}$$

 S_1 et ½ S_2 sont les Constantes d'Elasticité Radiocristallographique (CER) déterminées à partir du coefficient de Poisson v et du module d'Young E du matériau analysé, selon l'équation II.7 :

$$S_1 = -\frac{v}{E} \text{ et } \frac{1}{2} S_2 = \frac{1+v}{E}$$
 (II.7)

L'interprétation de l'équation (II.4) est donnée par la courbe $\epsilon_{\varphi\psi}=\sin^2\!\psi$ (figure II-5) : l'ouverture de l'ellipse et la pente du grand axe sont respectivement proportionnelles à τ_{φ} et $\left(\sigma_{\varphi}-\sigma_{33}\right)$. Quand l'analyse de contrainte est réalisée en surface de échantillon (le rayonnement ne traverse pas l'échantillon dans sa totalité) lors d'essais traction uniaxiale, σ_{33} et τ_{φ} sont considérés usuellement nuls [(Hauk, 1997)].

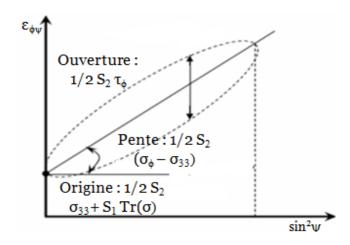


Figure II-5. Interprétation graphique de la méthode des sin²ψ - [(Hauk, 1997)]

La méthode des sin²ψ peut également être appliquée dans le cas des matériaux hétérogènes, anisotropes et/ou texturés. Toutefois, elle nécessite le déploiement d'outils analytiques plus complexes : les auteurs Belassel [(Belassel, 1994)] et Inal [(Inal, 1996)] présentent dans leurs travaux l'application de la méthode dans le cas des matériaux anisotropes qui se caractérisent par une texture cristallographique.

II.2.5 Conditions expérimentales appliquées

Sur la figure II-6, un exemple de diffractogramme obtenu sur l'acier 16MND5 est présenté. Il a été acquis avec une anticathode de cobalt montée sur un diffractomètre de laboratoire. Sur la totalité du spectre, on peut apercevoir plusieurs pics de ferrite. Les pics de cémentite présentent une faible intensité qui ne permet pas de les détecter. Cela peut être expliqué par la faible pénétration des rayons X de laboratoire dans l'acier, qui est de l'ordre de quelques micromètres. S'ajoute à cela la faible fraction volumique de cémentite dans les aciers bainitiques.

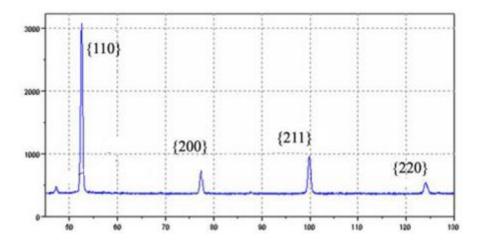


Figure II-6. Spectre de diffraction obtenu sur l'acier 16MND5 avec une anticathode de cobalt - [(Pesci, 2004)]

Il est donc nécessaire d'augmenter le volume diffractant et le flux de rayonnement pour permettre des mesures fiables, avec des pics de diffraction suffisamment intenses pour être exploités. À cet effet, nos travaux ont nécessité différents types de rayonnement :

- → les rayons X de laboratoire pour l'analyse de la ferrite
- → les neutrons pour l'analyse de la cémentite
- → les rayons X de haute énergie pour l'analyse de la cémentite

a) Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X a été utilisée pour déterminer les contraintes internes dans la ferrite pendant le chargement. Un diffractomètre de type iXRD (Proto) a été utilisé pour cela (figure II-7). Il est muni de deux détecteurs linéaires en montage ω : l'échantillon est fixe et le couple faisceau-détecteurs se déplace en une même rotation β autour de l'échantillon. L'appareil est en outre muni d'une table de translation (X, Y, Z) qui permet une rotation autour de l'axe φ .

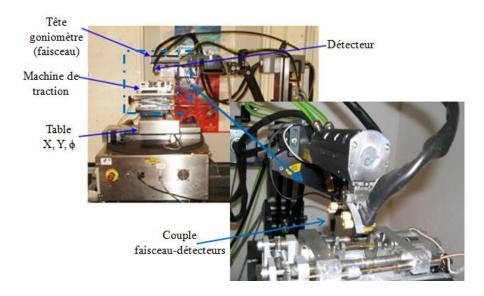


Figure II-7. Montage du goniomètre iXRD (Proto)

Pour l'analyse des contraintes par DRX, nous avons suivi la procédure indiquée par la norme NF EN 15305. A cet effet et avant tout essai, l'alignement de l'appareillage est vérifié et son étalonnage est effectué sur un échantillon de poudre de fer puis un échantillon de référence précontraint (acier ferritique grenaillé, σ=-350 MPa).

Concernant les conditions expérimentales relatives à nos travaux, un collimateur avant de 1 mm de diamètre est choisi : il permet de sonder un volume macroscopiquement homogène et représentatif de la microstructure pour les deux aciers de l'étude. L'acquisition des spectres de diffraction est réalisée avec une anticathode de chrome de longueur d'onde λ =2,287 Å (rayonnement K α Cr). Dans l'intervalle angulaire [-40 °, +40 °] défini par les limites de l'appareillage, 13 positions ψ sont testées : l'utilisation de la micromachine de traction ne permet pas d'effectuer un balayage au-delà de cet intervalle sans risque de collision (encombrement géométrique). Les analyses de contrainte sont effectuées sur les plans de la famille {211} de la ferrite (20=156,1 °) et les résultats obtenus sont exposés au chapitre III.

b) Diffraction des neutrons

Les neutrons sont très intéressants car ils peuvent traverser facilement plusieurs millimètres d'acier, augmentant ainsi considérablement le volume analysé par rapport à la diffraction des rayons X de laboratoire. Cependant, l'accès aux générateurs de neutrons reste hautement

sélectif. Deux accès aux grands instruments nous ont étés accordés à l'ILL (Institue Laue Langevin de Grenoble) :

- → ligne SALSA (Strain Analysis for Large and Small scale engineering Applications)
- → ligne D20 (high intensity two axis diffractometer with variable resolution).

La première campagne d'essais effectuée sur la ligne SALSA a seulement permis de paramétrer les expériences. La deuxième campagne d'essais a été réalisée sur la ligne D20, située au plus près du réacteur et bénéficiant ainsi d'un flux de rayonnement très important. Lors de ces essais, une longueur d'onde λ =1,86739 Å est utilisée. Les contraintes sont déterminées par la méthode des $\sin^2 \psi$, suivant 13 ψ entre 0 ° et 51,9 °. Pour chaque position ψ , le temps d'exposition est de 40 minutes. Compte tenu du temps d'utilisation qui nous a été alloué, 24 heures, et du temps nécessaire pour effectuer une analyse de contrainte complète pour une seule charge, 8 heures, l'ensemble du travail est focalisé sur la caractérisation de l'état initial ainsi que sur 2 chargements : 2 % et 8 % de déformation macroscopique appliquée. Cela correspond au début de la plasticité puis à un chargement plus important. L'objectif est d'avoir au moins deux valeurs de contrainte dans la cémentite au cours de l'essai de traction.

L'exploitation des spectres de diffraction a été très délicate et les résultats obtenus sont présentés au chapitre IV. En parallèle de nos demandes d'accès à l'ILL, nous avons également déposé plusieurs propositions de travaux pour un autre type de rayonnement permettant d'augmenter le volume diffractant et le flux : le rayonnement synchrotron.

II.3. Rayonnement synchrotron

Le rayonnement synchrotron fournit des rayons X de haute énergie [(Farge, 1975), (Nenner, 1997)]. Malgré leur coût élevé et leurs lourdeurs techniques, les sources de rayonnement synchrotron connaissent un fort essor car elles délivrent un rayonnement qui présente des caractéristiques supérieures à celles offertes par les plus puissants tubes à rayons X. Le flux et l'intensité de ce type de rayonnement sont de plusieurs ordres de grandeur supérieurs à ceux délivrés par les tubes à rayons X conventionnels. Cela permet d'améliorer la qualité des données récoltées grâce à un meilleur rapport signal sur bruit et une faible divergence du faisceau : il est ainsi possible de sonder des volumes de l'ordre de quelques micromètres cube avec une grande rapidité cinétique (les temps d'acquisition des données sont très courts). Ces

raisons justifient le recours à l'utilisation du rayonnement synchrotron dans nos travaux qui visent à déterminer notamment les contraintes dans la cémentite, phase qui se caractérise par une très faible fraction volumique.

Nos travaux ont été réalisés sur la ligne ID11 de l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) de Grenoble. Le dispositif de diffraction installé sur cette ligne permet de travailler en transmission grâce à la méthode des anneaux (anneaux de Debye Scherrer).

II.3.1 Anneaux de Debye Scherrer

En radiocristallographie, l'application de la méthode des poudres reste dominante car elle traduit le comportement d'un matériau massif polycristallin formé de plusieurs petits grains orientés aléatoirement et assimilé à une poudre compacte. Quand l'équation de Bragg est vérifiée, plusieurs familles de plans {hkl} diffractent simultanément.

L'ensemble des faisceaux diffractés se dispose suivant des familles de coniques centrées autour du faisceau incident, et chaque cône est caractérisé par un angle de diffraction 20 (figure II-8-a). L'ouvrage de He [(He, 2009)] explique clairement les fondamentaux de cette technique.

En utilisant des détecteurs adaptés (caméra CCD), le signal diffracté peut être enregistré par les techniques photographiques comme le montre la figure II-8-b : c'est ainsi qu'on observe les anneaux de diffraction (anneaux de Debye-Scherrer). Chaque anneau est relatif à un cône de diffraction et chaque cône est relatif à une famille de plans {hkl}.

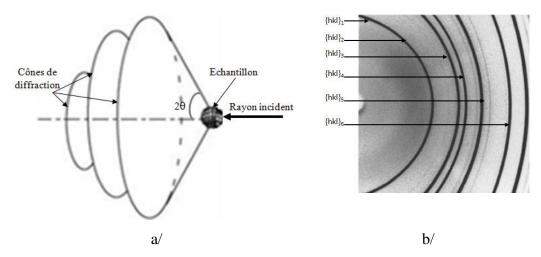


Figure II-8. a/ Cônes de diffraction - b/ Anneaux de diffraction (anneaux de Debye-Scherrer) - [(He, 2009)]

Cette technique présente l'avantage de la détection de tous les faisceaux diffractés en une même acquisition. De plus, l'évolution des sources synchrotron lui ont beaucoup apporté [(Korsunsky, 1998)] : le rayonnement délivré peut traverser des échantillons de plusieurs centimètres d'épaisseur offrant ainsi des conditions optimales pour avoir des pics de cémentite intenses même pour des fractions volumiques très faibles, et donc exploitables pour envisager une analyse de contrainte fiable [(Offerman, 2005)].

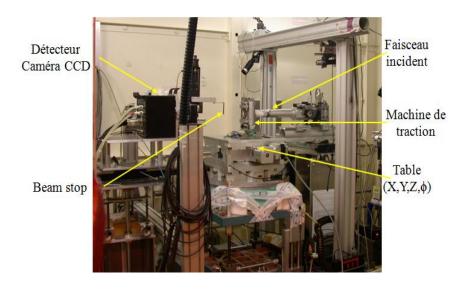


Figure II-9. Montage expérimental utilisé sur la ligne ID11 de l'ESRF

Le montage sur la ligne ID11 (figure II-9) est constitué notamment d'un goniomètre qui permet la translation de l'échantillon selon les trois axes (X, Y, Z) ainsi que sa rotation selon l'angle φ, de manière à faciliter l'alignement de ce dernier dans l'axe du faisceau incident et du détecteur (caméra CCD). Cette étape est essentielle pour la conformité des mesures.

II.3.2 Conditions expérimentales appliquées

L'analyse concerne principalement la cémentite mais la technique nous a aussi permis d'analyser la ferrite. La configuration du montage expérimental utilisé est schématisée dans la figure II-10.

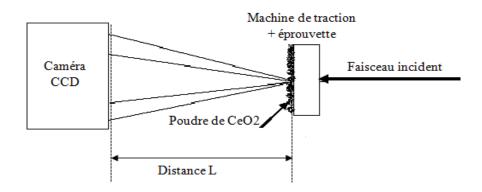


Figure II-10. Configuration du montage expérimental utilisé sur la ligne ID11 (ESRF)

La micromachine de traction est maintenue verticalement durant tout l'essai de telle manière que la direction de traction reste face à une caméra CCD de résolution 2048*2048 pixels permettant d'enregistrer les anneaux de diffraction correspondant à chaque famille de plans {hkl} en position de diffraction.

La distance L qui sépare l'échantillon du détecteur est variable : elle permet de choisir le nombre d'anneaux enregistrés par la caméra et donc l'écart angulaire entre chaque pic de diffraction. Il est essentiel d'identifier ce paramètre avec exactitude, car la précision de la globalité de l'analyse en dépend (détermination des angles de Bragg, puis des déformations et des contraintes).

Pour calibrer la distance caméra-échantillon à chaque essai, nous avons déposé à la surface des éprouvettes un « calibrant » indéformable, dont les anneaux resteront invariables au cours du chargement : ces derniers serviront ainsi de témoins permettant de caler les diffractogrammes issus des différentes charges. Nous avons choisi d'utiliser une fine couche de poudre de dioxyde de cérium (CeO₂), maintenue sur l'échantillon grâce à de la graisse à vide et dont les anneaux ne masqueront pas ceux de la ferrite et de la cémentite qui nous intéressent.

Le faisceau monochromatique utilisé est millimétrique : son énergie est 60 KeV, ce qui correspond à une longueur d'onde $\lambda=0,207$ Å. Il est focalisé sur l'arrière de l'éprouvette, traversant ainsi à la fois le matériau et le calibrant utilisé. Dans ces conditions, plusieurs essais de traction ont pu être réalisés sur les deux aciers étudiés (acier 16MND5 et acier 2C40), à température ambiante et à -150 °C.

II.3.3 Mesure des déformations

La figure II-11 montre un exemple de cliché de diffraction obtenu lors de nos essais. Chaque anneau est caractérisé par un angle de diffraction 20. Ce dernier est proportionnel au diamètre de l'anneau : plus le rayon augmente, plus l'angle de diffraction est grand.

L'intensité I de chaque anneau peut varier d'un anneau à un autre ainsi que le long du même anneau. Cela dépend de la fraction volumique de chaque phase qui diffracte ainsi que de la texture cristallographique des grains contenus dans le volume diffractant.

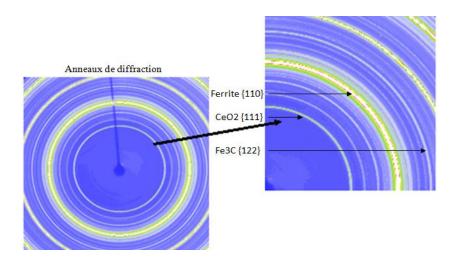


Figure II-11. Anneaux de diffraction obtenus à T=22 °C avec la caméra CDD (ID11-ESRF) - acier 16MND5

La distance échantillon-caméra a été optimisée de façon à ce que les anneaux de diffraction les plus intéressants puissent être enregistrés dans leur totalité par la caméra CCD : cela correspond à une distance de 340 mm. Dans la plupart des essais effectués, afin d'avoir une bonne statistique de mesure, la caméra CCD enregistrait 50 images successives pour chaque chargement. Le temps d'exposition de chacune était d'environ 5 secondes.

La ligne ID11 de l'ESRF ne dispose pas d'un code de calcul pour la détermination des déformations. Par conséquent, nous avons mis en place une procédure combinant les logiciels, Fit2D et Winplotr, afin de traiter les différents clichés de diffraction acquis.

a) Intégration du signal de diffraction

L'intégration des anneaux est effectuée en utilisant le logiciel Fit2D : il s'agit d'un programme d'analyse de données en 1-2 dimensions développé au sein de l'ESRF. Chaque image obtenue avec la caméra est d'abord corrigée en prenant en compte la géométrie du montage (correction de la distorsion spatiale). Une correction de bruit de fond est également effectuée. Les problèmes d'asymétrie du montage expérimental peuvent décentrer les anneaux par rapport à l'axe du faisceau incident : il est donc indispensable, dans ce cas, de les recentrer.

La caméra CCD est un détecteur à deux dimensions : les clichés enregistrés nous permettent ainsi de déterminer les composantes 11 et 22 du tenseur de déformation pour chacune des phases, correspondant respectivement aux sens de traction et sens transverse (figure II-12). Il est nécessaire pour cela de réaliser des masques sur les clichés, occultant la quasi-totalité des anneaux à l'exception des portions permettant le calcul des déformations ϵ_{11}^{hkl} et ϵ_{22}^{hkl} .

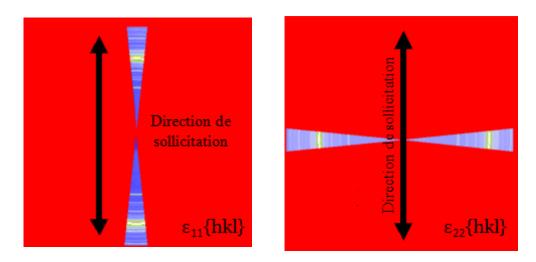


Figure II-12. Masques réalisés pour le calcul des déformations ϵ_{11}^{hkl} et ϵ_{22}^{hkl} dans chaque phase

L'intégration des anneaux s'effectue alors uniquement dans ces zones non masquées, ce qui va permettre de suivre l'évolution de ces deux composantes dans chaque phase au cours du chargement.

b) Détermination de la position des pics

Les pics de diffraction sont traités en utilisant le logiciel Winplotr. Après traitement complet des anneaux, il en résulte un diffractogramme $f(I) = 2\theta$, où 2θ est compris entre 3,5 ° et 8 ° (figure II-13), et sur lequel différents pics peuvent être observés. Il est essentiel d'identifier à quelle phase (ferrite, cémentite ou dioxyde de cérium) appartient chaque pic.

Le calcul des déformations est réalisé en considérant différentes familles de plans cristallographiques pour chaque phase. La position et la largeur du pic évoluant sous chargement mécanique, il est préférable d'opter pour des pics pouvant être le moins possible influencés par leurs voisins. De plus, la cémentite présentant une structure orthorhombique, certains de ses pics peuvent être doubles : plusieurs familles de plans cristallographiques diffractent à la même position 20 ou à des positions très proches et présentent des facteurs d'intensité du même ordre. Il est alors impossible de définir la contribution de chacun dans l'intensité du pic global. Pour les analyses des déformations et des contraintes, ces pics ont par conséquent été écartés.

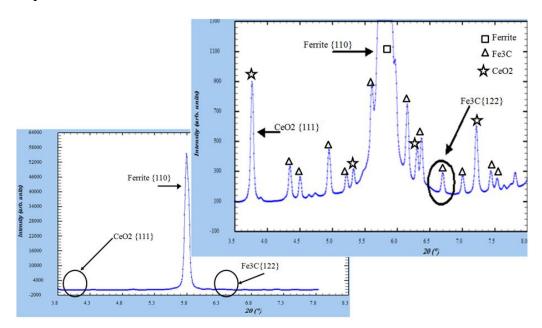


Figure II-13. Diffractogramme obtenu à l'état initial (direction de traction, T=22 °C) - acier 16MND5

La figure II-13 confirme que toutes les conditions expérimentales mises en place nous ont permis d'obtenir des pics distincts pour la ferrite, la cémentite ainsi que le dioxyde de cérium. Pour une mesure précise des déformations, nous nous sommes focalisés sur les pics {110} de

la ferrite car c'est le seul anneau complet disponible au niveau des données acquises. Il est aussi intéressant de noter que le pic de ferrite choisi est identique à ceux étudiés par Martinez-Peres et al. [(Martinez-Peres, 2004)] dans le cas d'un acier eutectoïde. Pour la cémentite, les plans {122} ont été sélectionnés : le pic correspondant est en effet le plus intense, le mieux défini et le plus isolé. Les seuls travaux recensés dans la littérature ayant étudié ces mêmes plans pour la cémentite ont été publiés récemment par Weisser et al. [(Weisser, 2011)].

La figure II-14-a montre des exemples de diffractogrammes obtenus pour plusieurs charges lors d'un même essai de traction : on y aperçoit les variations des pics en intensité et en position qui traduisent l'évolution des déformations et par conséquent des contraintes.

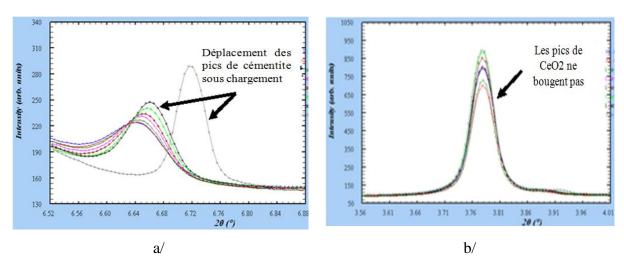


Figure II-14. Evolution des pics de diffraction sous chargement mécanique, acier 2C40 - a/ Pic {122} de la cémentite - b/ Pic {111} du CeO₂

A ce stade, la présence des pics de CeO₂ s'avère cruciale pour la calibration des pics de diffraction sous chargement mécanique. En effet, au cours des différentes charges, seules les positions des pics de CeO₂ doivent rester constantes (figure II-14-b), ce qui nous a permis de repositionner correctement les diffractogrammes pour chaque charge.

Le calcul de la déformation élastique pour chaque famille de plans est effectué de la même façon qu'en DRX conventionnelle. On considère la variation de la distance interréticulaire à partir de la loi de Bragg (équations II.2 et II.3).

Les nombreux résultats obtenus au cours de cette campagne d'essais ont permis de déterminer l'évolution des déformations et des contraintes par phase au cours des essais de traction in situ. Ils sont présentés au chapitre IV.

II.4. Nanoindentation

Selon la force appliquée, il existe deux catégories d'essai de dureté : si la charge est comprise entre 0,1 N et 10 N, il s'agit de dureté classique. Cette grandeur reste mesurable par indentation conventionnelle : la diagonale de l'empreinte générée par la déformation plastique après le retrait total de l'indenteur est considérée pour mesurer la dureté du matériau. Quand il s'agit d'appliquer des charges inférieures à 0,1 N, de nombreuses difficultés apparaissent lors de la mesure optique de l'empreinte. A cet effet, la méthode dite force-déplacement a été développée et trouve tout son intérêt pour la détermination des propriétés mécaniques des couches minces et des sous-grains. Cette dernière est assez récente et propose de mesurer l'aire de contact au lieu de l'empreinte. Elle est aussi connue sous l'appellation « indentation instrumentée » : c'est ce dont il s'agit dans nos travaux. La technique permet d'appliquer localement des faibles charges dans le but d'analyser des zones microscopiques.

Pour des matériaux biphasés (cas des aciers de l'étude) et quand la microstructure étudiée le permet, il est possible de définir les propriétés mécaniques de chacune des phases et de mettre en évidence leur influence sur le comportement global du matériau. Cette première campagne d'essais vise à estimer la faisabilité de telles mesures dans le cas des aciers bainitiques et à déterminer de façon qualitative et/ou quantitative les propriétés mécaniques (E, H) de chacune de ces phases, et notamment la cémentite.

Les paramètres déterminés dans ce travail sont calculés à partir du modèle d'Oliver et Pharr développé par Oliver et al. [(Oliver, 1992)], dont le principe est détaillé dans de nombreux récents travaux [(Delqué, 2007), (Roy, 2008)]. Dans le paragraphe ci-dessous, seul un résumé est présenté.

II.4.1 Modèle d'Oliver et Pharr

Le principal intérêt de la méthode force-déplacement développée par Pethica et al. [(Pethica, 1983)] puis Oliver et al. [(Oliver, 1986)] est de mesurer la dureté quand l'image de l'empreinte laissée par l'indenteur ne peut être obtenue avec suffisamment de résolution pour en déterminer la diagonale. La méthode consiste à enregistrer en continu la force et le déplacement de l'indenteur dans la matière, lors d'un cycle charge-décharge pendant l'essai d'indentation. Les données sont analysées avec un modèle mathématique qui considère le comportement de l'indenteur comme un poinçon de révolution conique et une extrémité plate.

Toutefois, ce modèle présente quelques inconvénients : les travaux effectués par Doerner et al. [(Doerner, 1986)] montrent que l'hypothèse posée autour de la géométrie de l'indenteur ne s'applique pas à toutes les formes d'indenteur et notamment celui de type Berkovich (indenteur pyramidal à base triangulaire). Les travaux d'Oliver et al. [(Oliver, 1992), (Oliver, 2004)] ont par conséquent été menés dans le but d'apporter une solution analytique plus rigoureuse à ce modèle.

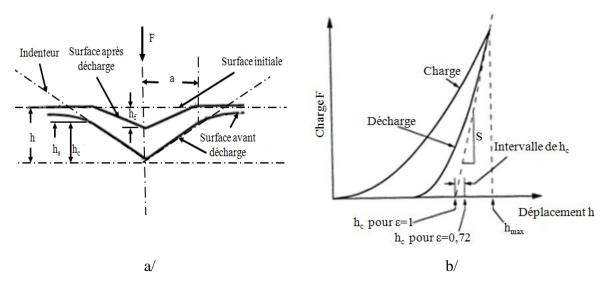


Figure II-15. Interprétation de la méthode force-déplacement utilisée pour la mesure de nanodureté - a/ Zone affectée par l'indenteur - b/ Courbe force-déplacement enregistrée lors de l'essai - [(Oliver, 1992)]

La figure II-15 schématise les paramètres à considérer lors de l'essai de nanoindentation analysé par le modèle d'Oliver et Pharr ainsi que la courbe force-déplacement enregistrée pendant un cycle complet d'indentation (charge-décharge). La dureté qui décrit la pression que le matériau supporte sous l'effet de la charge P_{max} est donnée par l'expression II.8 :

$$H = P_{\text{max}}/A \tag{II.8}$$

A est la fonction de l'aire de contact déterminée expérimentalement. Elle décrit la relation entre la section de l'indenteur et sa distance jusqu'à la pointe : c'est aussi la distance le long de laquelle le contact entre l'échantillon et l'indenteur est réalisé (profondeur de contact, figure II-15-a). La fonction prend en compte la géométrie initiale de l'indenteur car sa

déformation est supposée négligeable devant celle de l'échantillon. Elle est déterminée généralement lors de la calibration de l'indenteur.

Pour l'analyse d'Oliver et Pharr, on utilise principalement l'indenteur Berkovich. Ce choix s'explique par les résultats expérimentaux qui montrent que le comportement du matériau en décharge est mieux décrit par cette géométrie. De plus, la géométrie de l'indenteur peut être usinée avec plus de précision, au niveau de sa pointe, en comparaison avec l'indenteur Vickers classique : c'est un paramètre important pour la détermination de l'aire de contact pendant l'application des faibles charges.

L'enregistrement continu de la courbe charge-décharge fait ressortir trois paramètres clés : la charge appliquée P_{max} , le déplacement dans la matière h_c et la raideur S (figure II-15-b). La partie décharge de la courbe dépend du caractère élastique du matériau analysé : en supposant la décharge purement élastique et en traçant la tangente de la courbe à partir du point P_{max} , on obtient la valeur de la raideur S. Dans ce cas, il reste possible de relier cette décharge à l'aire projetée et au module d'Young E pour en déduire un module d'élasticité réduit E_r selon les équations II.9 et II.10 :

$$S = (2\beta/\sqrt{\pi}) * E_r * \sqrt{A}$$
 (II.9)

$$\frac{1}{E_{\rm r}} = \frac{1 - v^2}{E} + \frac{1 - v_i^2}{E_i} \tag{II.10}$$

 β est égal à 1,0226 pour un indenteur de type Berkovich. Le module d'élasticité réduit E_r est relié au coefficient de Poisson et au module d'Young du matériau (v, E), et à ceux de l'indenteur usiné en diamant (v_i =0,07 et E_i =1070 GPa). Le calcul du module élastique réduit prend en compte les déformations plastiques de l'échantillon ainsi que ceux de l'indenteur, même si celles-ci restent minimes. Les déformations plastiques de l'indenteur se traduisent par l'apparition de perturbations sur la surface indentée (empreinte) et sont, par conséquent, considérées lors de l'estimation de l'aire de contact.

Il est à noter que l'analyse d'Oliver et Pharr ne concerne au premier plan que les matériaux qui présentent une forte élasticité. Dans le cas contraire, l'aire de contact peut être sous/ou surestimée par la formation de bourrelets [(Delincé, 2006)], induisant ainsi une différence allant jusqu'à 30 % par rapport aux valeurs de dureté mesurées classiquement (mesure par empreinte). Cette remarque concerne notamment la phase molle contenue dans un acier

polyphasé, comme c'est le cas de la ferrite dans les aciers de l'étude : il est par conséquent nécessaire de prendre quelques précautions concernant les mesures effectuées.

Les travaux concernant l'application de la nanoindentation pour déterminer les propriétés locales de la cémentite ne sont pas nombreux. On note ceux de Fernandez-Vicente et al. [(Fernandez-Vicente, 2008)]. Les auteurs ont pu indenter des carbures présents dans une zone multiphasée bainite-martensite, obtenue dans un échantillon d'acier allié, suite à un traitement de surface par laser. Les inclusions présentaient des tailles conséquentes, de l'ordre de 150 à 250 µm et les charges appliquées lors des essais étaient de l'ordre de 2,5 à 3,5 N. Les auteurs annoncent ainsi une nanodureté et un module d'Young relatifs à la cémentite de l'ordre de 12 à 13 GPa et 258 à 274 GPa, respectivement.

II.4.2 Démarche utilisée

Les profondeurs affectées par l'essai de nanoindentation étant très faibles (de l'ordre de quelques nanomètres), il est nécessaire de procéder à une préparation minutieuse des surfaces des matériaux analysés afin d'en limiter la rugosité : il est montré que cette dernière influence les valeurs de nanodureté [(Oliver, 2004)]. Les échantillons sont polis mécaniquement avec papier abrasif, puis avec une suspension diamantée jusqu'à une granulométrie de $0,25~\mu m$. Un polissage électrolytique est enfin effectué afin d'éliminer les effets d'écrouissage survenus lors du polissage mécanique. Nous avons utilisé un indenteur de type Berkovich avec un diamètre D=250~nm. Sa calibration est réalisée sur trois matériaux différents (Si, SiO₂ et Al) comme expliqué dans Breuils et al. [(Breuils, 2011)].

La campagne d'essais comprend deux étapes. La première visait à déterminer les charges de travail minimales et maximales adaptées au type de matériaux analysés. C'est une phase d'exploration menée sur l'acier 16MND5. Des indentations ont été effectuées à différentes charges comprises entre 5 mN et 100 mN, nous avons utilisé pour cela un nanoindenteur CSM (figure II-16).

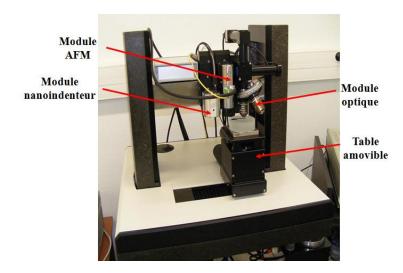


Figure II-16. Nanoindenteur CSM, instrumenté de module optique et de module AFM

Les principales difficultés rencontrées au cours de cette étude sont les suivantes :

- → difficulté à distinguer les empreintes au sein de la microstructure
- → irrégularité des courbes charge-déplacement
- → volume sondé par l'indenteur plus grand que la taille du carbure

De plus, les premiers résultats obtenus ont souligné la nécessité d'appliquer des charge beaucoup plus faibles pour pouvoir analyser localement le comportement de chacune des phases et notamment les inclusions de cémentite.

Nous avons donc réalisé une deuxième étape d'analyse avec une charge maximale de $300~\mu N$. Selon nos estimations, cela donne lieux à des déplacements dans la matière qui varient entre 40~nm et 130~nm, soit de l'ordre de la taille des carbures. Ces essais ont été réalisés en collaboration avec une équipe de recherche de l'INSA de Strasbourg : leur équipement (nanoindenteur type MTS) est mieux adaptés à l'application des faibles charges visées.

Le nanoindenteur ne permet pas de définir préalablement la zone à prospecter : on ne peut donc pas cibler en avance les carbures/clusters. Les indentations sont donc effectuées suivant des matrices (4x4, 5x5,...). Pour chaque indentation, la charge est appliquée en trois étapes : 75 μ N suivi d'une décharge, 150 μ N suivi d'une décharge puis 300 μ N pour une bonne estimation de l'aire de contact. Les zones indentées sont cartographiées par Microscope à

Force Atomique (AFM) après indentation dans le but de relier la microstructure (grain ferritique/carbure/joint de grains) à chaque mesure effectuée. Les résultats de la campagne d'essais sont présentés dans le chapitre V.

Conclusion

Les différentes techniques expérimentales utilisées dans nos travaux ont été choisies pour leur complémentarité : elles ont permis de caractériser les aciers de l'étude à l'échelle macroscopique et pseudo macroscopique (échelle de la phase).

Les essais quasi-statiques et dynamiques réalisés à différentes températures ont été réalisés afin de déterminer le comportement global des aciers de l'étude (échelle macroscopique).

A l'échelle de la phase, l'intérêt de combiner des essais de traction « in situ » à la diffraction des rayons X, des neutrons et au rayonnement synchrotron pour déterminer l'évolution des déformations/contraintes au cours du chargement, a été montré tout en mettant en évidence l'apport de chaque type de rayonnement : rayons X de laboratoire pour la phase ferritique ; neutrons et rayonnement synchrotron pour la cémentite.

La dernière partie du chapitre concerne la nanoindentation instrumentée. Dans une démarche d'exploration, nous avons réalisé des essais de nanoindentation à une faible charge (300 μ N) dans le but de déterminer les propriétés mécaniques de chacune des phases des aciers bainitiques.

Les différents résultats obtenus suite aux essais sont présentés dans les chapitres III, IV et V.

| Chapitre III : Comportement macroscopique des aciers bainitiques | | | | | | | |
|--|-----------|----------|----------|----------|-----------|----------|--|
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| III. Con | nportem (| ent macı | roscopiq | ue des a | ciers bai | nitiques | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |

Sommaire

| III. | Comportement macroscopique des aciers bainitiques | 73 |
|------|--|----|
| Iı | ntroduction | 75 |
| I | II.1. Matériaux de l'étude | 76 |
| | III.1.1 Acier 16MND5 | 76 |
| | III.1.2 Acier 2C40 | 80 |
| | III.1.3 Répartition des carbures | 81 |
| I | II.2. Comportement en traction quasi-statique et dynamique | 82 |
| | III.2.1 Comportement macroscopique de l'acier 16MND5 | 83 |
| | III.2.2 Comportement macroscopique de l'acier 2C40 | 86 |
| I | II.3. Distribution des contraintes par phase | 90 |
| | III.3.1 Contrainte dans la ferrite de l'acier 16MND5 | 90 |
| | III.3.2 Contrainte dans la ferrite de l'acier 2C40 | 93 |
| | III.3.3 Contrainte dans la cémentite (approche indirecte) | 94 |
| | III 3 4 Discussion | 97 |

Introduction

Dans nos travaux, deux aciers bainitiques sont étudiés dans le domaine de température [-196 °C, 22 °C]. Les différentes techniques expérimentales présentées précédemment dans le chapitre II, sont utilisées dans le but de caractériser ces aciers à différentes échelles.

Ce chapitre est consacré au comportement macroscopique des aciers de l'étude. On y trouve dans un premier lieu, la présentation de chacun (acier 16MND5 et acier 2C40), puis leurs caractéristiques mécaniques obtenues suite à des essais quasi-statiques, dynamiques et in situ en DRX sont présentées. Les effets de la microstructure sur le comportement mécanique sont ainsi soulignés, notamment le rôle de la cémentite : fraction volumique, taille et répartition des carbures. Il s'agit ici des principales différences entre les deux matériaux.

III.1. Matériaux de l'étude

La caractérisation expérimentale de l'acier 16MND5 a fait l'objet principal de nos recherches. Cependant, du fait des difficultés d'analyse de contrainte par phase, liées principalement à la faible fraction volumique de la cémentite contenue dans cet acier, un deuxième matériau a été étudié en parallèle des études menées sur l'acier de cuve : c'est l'acier 2C40. Ce dernier présente l'avantage d'une fraction volumique de cémentite trois fois plus importante que celle de l'acier 16MND5, aidant ainsi à l'acquisition des données relatives à cette phase.

III.1.1 Acier 16MND5

a) Matériau

L'acier 16MND5 fourni par le groupe EDF est le même acier, que celui étudié précédemment par Pesci [(Pesci, 2004)] et Mathieu [(Mathieu, 2006)]. Son traitement thermique a été présenté dans le chapitre I. Le matériau présente une microstructure bainitique supérieure et n'a reçu aucun traitement thermique après réception.

La fraction volumique de cémentite contenue dans l'acier 16MND5 a pu être déterminée en diffraction des neutrons sur la ligne G4.1 au CEA (Commissariat à l'Energie Atomique) de Saclay. La longueur d'onde λ utilisée est de 2,43 Å. Les spectres de diffraction obtenus sur un angle 20 allant de 0 ° à 90 ° ont été traités par raffinement de type Rietveld. Un des spectres issus de l'analyse est exposé sur la figure III-1 : compte tenu de la faible fraction volumique de la cémentite présente dans l'acier 16MND5, l'intensité des pics de cémentite est beaucoup plus faible que celle des pics de ferrite.

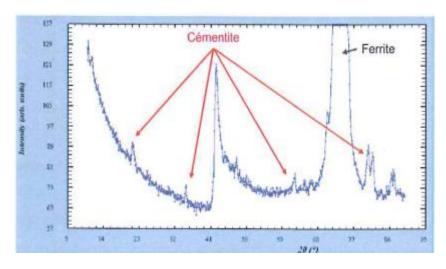


Figure III-1. Spectre utilisé pour le dosage de phase (fraction volumique de cémentite) ; analyse effectuée par le CEA de Saclay - acier 16MND5

Un dosage de phase a pu être effectué. La fraction volumique de cémentite a été estimée à 2,1 % avec une incertitude de mesure de $\pm 0,2$ %. Cette valeur est en accord avec les résultats de Dakhlaoui et al. [(Dakhlaoui, 2010)] et est prise en compte dans nos travaux pour la détermination des contraintes par DRX dans la cémentite.

b) Observations microstructurales

Pour permettre leurs observations, les échantillons sont polis mécaniquement avec du papier abrasif et de la pâte diamantée jusqu'à une granulométrie de 1 µm, puis subissent une attaque chimique au Nital 2 % afin de révéler leur microstructure. Pour les analyses EBSD, un polissage électrolytique supplémentaire est indispensable afin d'éliminer tous les effets d'écrouissage survenus lors du polissage mécanique.

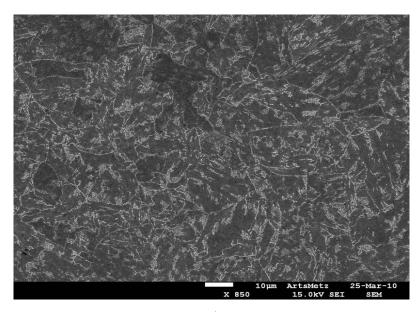
La microstructure de l'acier 16MND5 observée dans nos échantillons reste globalement conforme à celle évoquée dans de nombreuses références : Renevey [(Renevey, 1998)], Bugat [(Bugat, 2000)] et dernièrement Nguyen [(Nguyen, 2010)]. Quelques différences sont cependant à noter au niveau de la taille des grains (figure III-2-a) : on constate que la détermination de la taille des grains ferritiques est rendue délicate par la difficulté de distinguer les joints de grains des anciens grains austénitiques, des joints formés entre les paquets bainitiques. Nos observations montrent une taille moyenne de 40 µm, proche de

celles annoncées dans la littérature. Cette donnée est précisée à titre indicatif dans tableau III-1.

| <u>Référence</u> | Taille de l'ancien grain austénitique |
|---------------------|---------------------------------------|
| [(Tanguy, 2001)] | 20 - 30 μm |
| [(Pesci, 2004)] | ~50 µm |
| [(Sekfali, 2004)] | 50 - 100 μm |
| Nos travaux actuels | ~40 µm |

Tableau III-1. Taille de l'ancien grain austénitique - acier 16MND5

Le microscope électronique à balayage (MEB) permet d'accéder à une bonne résolution d'image. Avec un canon FEG (effet de champ), on arrive même à discerner clairement les différents carbures malgré leur taille submicrométrique (figures III-2-b et III-2-c).



a/

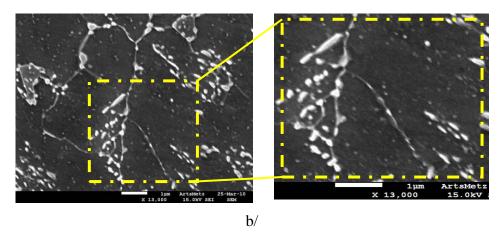


Figure III-2. a/ Micrographie MEB-FEG de l'acier 16MND5 - b/ Observations des précipités de cémentite par MEB-FEG

L'utilisation de l'EBSD permet de mieux mettre en évidence la complexité de la microstructure observée. Les cartographies réalisées montrent bien la présence de lattes de ferrite dont l'observation est difficile en microscopie. Leur taille varie en épaisseur et en largeur, entre 5 et 15 µm (figure III-3).

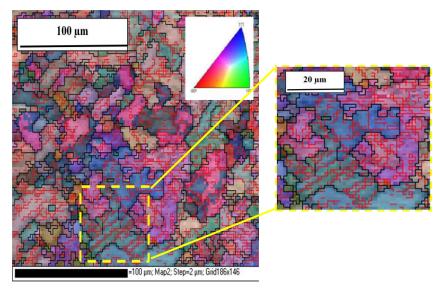


Figure III-3. Cartographie EBSD indiquant la morphologie des lattes de ferrite - acier 16MND5 (désorientation entre joints de grains 12 °, entre lattes 4 °)

Dans les échantillons examinés, les inclusions de manganèse MnS semblent être beaucoup moins fréquentes en comparaison avec d'autres études microstructurales de l'acier de cuve [(Mathieu, 2006), (Libert, 2007)] : quelques inclusions isolées, majoritairement de forme

longitudinale, ont tout de même pu être observées. Cela justifie que l'on néglige l'influence de ces inclusions dans la détermination indirecte de la contrainte dans la cémentite.

III.1.2 Acier 2C40

a) Matériau

L'acier 2C40 a été fourni par le groupe ArcelorMittal. Sa composition chimique est présentée dans le tableau III-2.

| С | Mn | Si | P et S |
|-----|-----|-------------|---------|
| 0,4 | 0,7 | 0,10 - 0,40 | < 0,035 |

Tableau III-2. Composition chimique de l'acier 2C40 (% massique - complément en fer)

Il s'agit d'un acier modèle utilisé dans le cadre de l'ANR CAT SIZE, projet de recherche mené au sein du laboratoire LEM3 en collaboration avec Arcelor-Research et axé sur l'effet de taille de carbures sur le comportement des polycristaux [(Taupin, 2010)]. Cet acier est également adapté pour servir de matériau modèle dans la présente étude car la taille des précipités de cémentite et leur fraction volumique sont plus importantes dans cet acier que dans la l'acier 16MND5.

b) Observations microstructurales

L'acier 2C40 a été traité thermiquement par son fournisseur (ArcelorMittal) de manière à contrôler les tailles de carbures qu'il contient : il s'agit d'une austénitisation à 900 °C pendant 5 heures, suivie d'une trempe et d'un revenu à 690 °C pendant 60 heures. Le traitement conduit à une microstructure bainitique avec des précipités de cémentite dont la taille est environ 10 fois plus grande que celle des précipités présents dans l'acier 16MND5.

Un dosage de phases a été effectué par le CEA de Saclay, dans les mêmes conditions que l'acier de cuve : il conduit à une fraction volumique de cémentite de $5,7\pm0,2$ %, soit pratiquement 3 fois plus importante que celle déterminée pour l'acier de cuve.

La microstructure de l'acier observée au MEB et une cartographie EBSD sont présentées dans la figure III-4. La taille des grains ferritiques est mieux définie, en comparaison avec l'acier de cuve. Elle varie entre 4,5 et 8,5 µm, avec une valeur moyenne de 6 µm : il n'y a pas de sous-structures ou sous-joints. Mises à part la ferrite et la cémentite, aucune autre population n'a pu être identifiée parmi les entités microstructurales de cet acier.

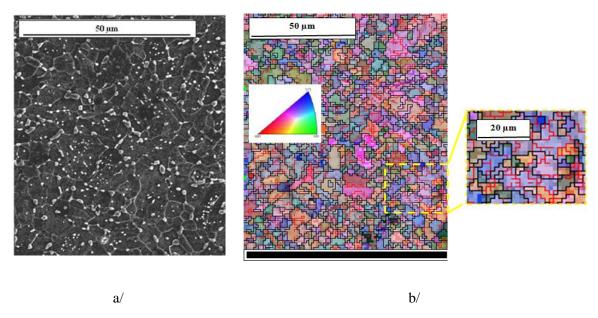


Figure III-4. a/ Microstructure de l'acier 2C40 observée au MEB - b/ Cartographie EBSD (désorientation entre joints de grains 12 °, entre lattes 4 °)

L'examen microstructural des deux aciers souligne les différences entre les deux bainites : la morphologie de la matrice ferritique est beaucoup plus complexe dans le cas de l'acier 16MND5, la fraction volumique de la cémentite est 2,1 % pour l'acier 16MND5 et 5,7 % pour l'acier 2C40 et la taille/distribution des carbures au sein de la matrice est différente également.

III.1.3 Répartition des carbures

La répartition de la taille des carbures a été déterminée par analyse d'images pour les deux matériaux. Pour l'acier 16MND5, l'étude statistique montre que les carbures sont majoritairement intragranulaires, à hauteur de 93 %, et se présentent groupés en amas/cluster. Leur taille moyenne est de $0.14 \pm 0.04 \, \mu m$, mais ils peuvent toutefois atteindre jusqu'à $0.90 \pm 0.04 \, \mu m$ lorsqu'ils sont isolés, intergranulaires et de forme longitudinale. Les carbures

de l'acier 2C40 sont dans la plupart des cas isolés : leur taille moyenne est de $0.7 \pm 0.1~\mu m$. Les carbures intergranulaires sont les plus gros, avec une taille maximale de $3.8 \pm 0.1~\mu m$: ils représentent 40 % de la totalité des carbures présents dans cet acier. Les carbures les plus petits sont majoritairement intragranulaires (60 %) : leur taille moyenne est $0.2 \pm 0.1~\mu m$. La figure III-5 résume les principales caractéristiques spécifiques à la taille et la répartition des carbures présents dans les deux aciers de l'étude. Les principales différences entre les deux microstructures étudiées sont ainsi mises en évidence.

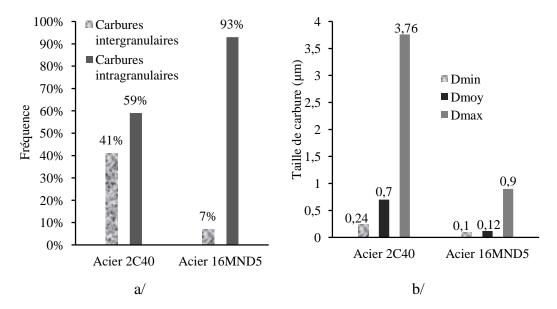


Figure III-5. Caractéristiques microstructurales des carbures présents dans les aciers de l'étude - a/ Répartition des carbures - b/ Distribution des tailles de carbures

Dans les travaux présentés par la suite, nous caractériserons les deux aciers de la même façon, afin de pouvoir les comparer. Cette démarche a pour but de mieux comprendre le rôle joué par la morphologie et la fraction volumique des carbures sur le comportement thermomécanique de ces deux matériaux.

III.2. Comportement en traction quasi-statique et dynamique

Dans l'objectif de déterminer les caractéristiques mécaniques des matériaux de l'étude (limite élastique R_e, résistance mécanique R_m et mode de rupture) et de mettre en évidence l'influence de la température et de la vitesse de chargement sur le comportement

mécanique de chacun, des essais de traction quasi-statique et dynamique ont été conduits à différentes températures.

III.2.1 Comportement macroscopique de l'acier 16MND5

a) Essais de traction quasi-statique

Les courbes rationnelles de l'acier 16MND5 obtenues à différentes températures sont représentées dans la figure III-6. Conformément à ce qui est attendu, on remarque que la limite d'élasticité R_e et la résistance à la traction R_m augmentent lorsque la température diminue. La limite d'élasticité R_e est de 480 MPa à température ambiante, puis atteint respectivement 650 MPa, 700 MPa et 920 MPa à -130 °C, -150 °C et -196 °C. La résistance mécanique R_m qui est de 670 MPa à température ambiante, atteint successivement 920 MPa à -130 °C, 950 MPa à -150 °C et 1090 MPa à -196 °C. Tous les essais n'ayant pas pu être réalisés avec extensomètre, nous nous limiterons à commenter l'influence de la température sur la limite d'élasticité et la résistance mécanique.

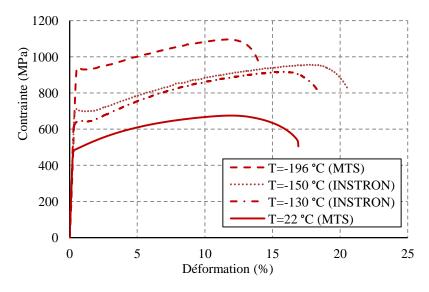


Figure III-6. Courbes rationnelles contrainte-déformation obtenues à différentes températures - acier 16MND5

Comme le montre la figure III-7, ces valeurs de R_e et R_m sont en accord avec les caractéristiques mécaniques de l'acier de cuve que l'on peut trouver dans la littérature :

Renevey [(Renevey, 1998)], Tanguy [(Tanguy, 2001)], Pesci [(Pesci, 2004)], Sekfali [(Sekfali, 2004)], Mathieu [(Mathieu, 2006)] et Libert [(Libert, 2007)].

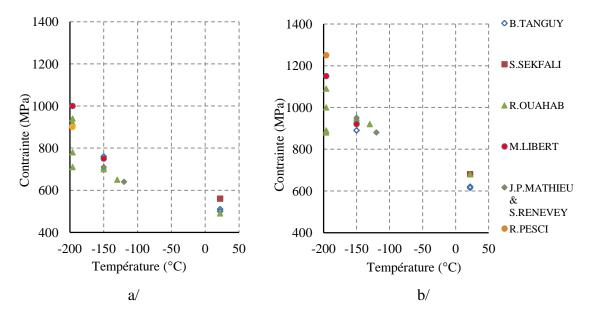


Figure III-7. Comparaison des caractéristiques mécaniques de l'acier 16MND5 obtenues à $22\,^{\circ}\text{C}$, $-130\,^{\circ}\text{C}$, $-150\,^{\circ}\text{C}$ et $-196\,^{\circ}\text{C}$ - a/ Limite élastique R_e - b/ Résistance mécanique R_m

Cette campagne d'essais a non seulement confirmé la répétabilité des résultats énoncés dans les différents travaux dédiés à l'acier de cuve pour des températures comprises entre -150 °C et 22 °C, mais a aussi souligné la dispersion des résultats pour les essais réalisés à -196 °C. Cette dispersion peut être liée au mode de refroidissement. En effet, l'azote liquide a tendance à s'évaporer très vite à température ambiante. Il faut donc bien vérifier l'immersion de l'intégralité du montage (mors de serrage + éprouvette) dans l'azote et maintenir le bain jusqu'à ce que le liquide se stabilise. Cela montre ainsi que la température est homogène dans tout le montage et nécessite un apport continu d'azote liquide pendant les essais. La dispersion peut aussi être liée aux instabilités induites par les mécanismes de clivage et les hétérogénéités présentes dans l'acier de cuve comme évoqué par Hausild [(Hausild, 2002)] et Libert [(Libert, 2007)] dans leurs travaux.

Les faciès de rupture obtenus aux différentes températures ont été observés en utilisant un MEB : ils sont présentés à la figure III-8.

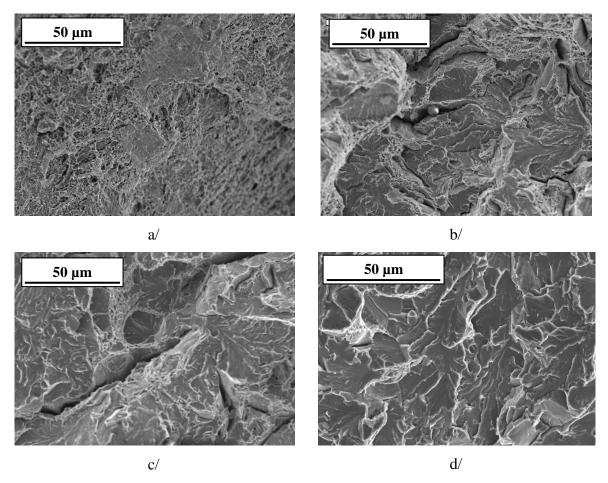


Figure III-8. Faciès de rupture obtenus, suite aux essais de traction quasi-statique, à différentes températures - acier 16MND5 -

a/ T=22 °C - b/ T=-130 °C - c/ T=-150 °C - d/ T=-196 °C

A température ambiante (figure III-8-a), on observe de nombreuses cupules sur le faciès : la rupture est ductile à 100 %. Après déformation, à -130 °C et -150 °C (figure III-8-b et figure III-8-c, respectivement), bien que des zones de rupture ductile soient encore visibles, le principal mode de rupture mis en jeu semble bien être le clivage. A -196 °C, le faciès ne présente que des zones de rupture fragile par clivage (figure III-8-d). Les résultats de l'étude fractographique réalisée sont conformes à ceux présentés par Pesci [(Pesci, 2004)] et Libert [(Libert, 2007)] : dans l'acier de cuve, la rupture n'est purement fragile qu'à -196 °C.

b) Essais de traction dynamique

Les courbes enregistrées lors des essais de traction dynamique présentent de fortes oscillations caractéristiques de ce type de chargement : les hautes vitesses de sollicitation entraînent une instabilité liée à l'augmentation des vibrations dans le montage expérimental. Ces vibrations finissent par introduire une onde de choc qui se déplace le long du montage et se transmet à l'éprouvette. L'acquisition précise des caractéristiques mécaniques est ainsi rendue difficile. Par conséquent, les courbes ne seront pas exposées et seuls les modes de rupture obtenus avec ce type de chargement seront discutés. Il est toutefois à noter que les niveaux de contrainte atteints avec ce mode de sollicitation sont plus élevés que ceux obtenus en traction quasi-statique : à température ambiante, la limite élastique est de 580 MPa et la résistance mécanique est de 760 MPa. A -196 °C, R_e atteint un pic à 1200 MPa qui engendre la rupture instantanée de l'échantillon.

L'examen fractographique montre que l'augmentation de la vitesse de chargement de 3,5.10⁻⁴ s⁻¹ (essais de traction quasi-statique) à 25 s⁻¹ (essais de traction dynamique) n'influence pas le mode de rupture de l'acier 16MND5. A température ambiante, les faciès obtenus présentent également de nombreuses cupules caractéristiques de la déchirure ductile. A -196 °C, la rupture est purement fragile.

III.2.2 Comportement macroscopique de l'acier 2C40

a) Essais de traction quasi-statique

Comme pour l'acier 16MND5, des essais de traction quasi-statique ont été réalisés sur l'acier 2C40, mais uniquement aux deux températures extrêmes. Les courbes contrainte-déformation obtenues sont présentées dans la figure III-9.

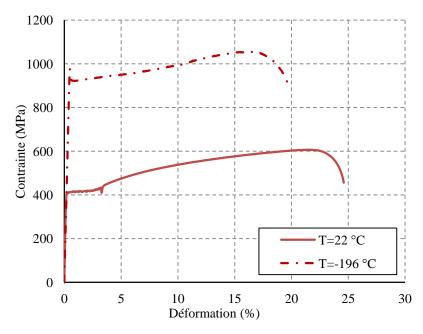


Figure III-9. Courbes contrainte-déformation à T=22 °C et T=-196 °C - acier 2C40

| | Acier 16MND5 | | | <u>Acier</u> | · 2C40 |
|------------------|----------------------|----------------------|--|----------------------|----------------------|
| | R _e (MPa) | R _m (MPa) | | R _e (MPa) | R _m (MPa) |
| <u>T=22 °C</u> | 480 | 670 | | 420 | 600 |
| <u>T=-130 °C</u> | 620 | 920 | | ** | ** |
| <u>T=-150 °C</u> | 700 | 950 | | ** | ** |
| <u>T=-196 °C</u> | 920 | 1090 | | 920 | 1050 |

Tableau III-3 Comparaison des limites élastiques et des résistances mécaniques des aciers étudiés à différentes températures

A température ambiante, bien que l'acier 2C40 contienne 3 fois plus de cémentite, il présente des caractéristiques mécaniques (R_e et R_m) plus faibles que celles de l'acier de cuve (tableau III-3). A basse température, leurs caractéristiques (R_e et R_m) se rejoignent.

Cette tendance peut être expliquée en partie (à 22 °C) par l'influence de la taille des carbures dans la réponse macroscopique du matériau : la limite élastique des aciers faiblement alliés est inversement propositionnelle à l'augmentation de la taille des carbures [(Norris(1), 1996), (Norris(2), 1996)]. Les auteurs ont étudié des échantillons d'acier 2.25Cr1Mo utilisé pour certaines cuves de réacteur REP : les échantillons sont traités thermiquement de manière

à obtenir des tailles de carbure différentes qui varient entre 0,5 et 1 µm d'un échantillon à un autre. A travers des essais de traction, les auteurs concluent qu'une taille de carbure importante a tendance à baisser les caractéristiques critiques de l'acier.

Les faciès de rupture de l'acier 2C40 obtenus aux deux températures extrêmes (T=22 °C et T=-196 °C) sont présentés sur la figure III-10 :

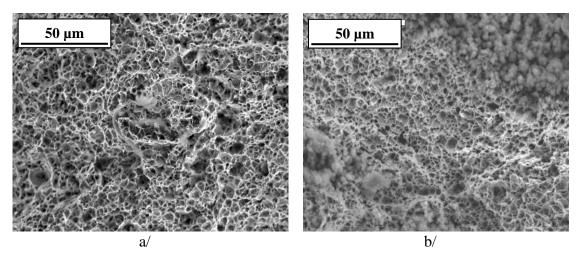


Figure III-10. Faciès de rupture de l'acier 2C40 obtenus lors d'essais de traction quasistatiques - a/ T=22 °C - b/ T=-196 °C

Les observations fractographiques montrent de nombreuses cupules et cavités, mais aucune trace de rupture fragile. Le mode de rupture de l'acier 2C40 est par conséquent toujours ductile, même dans un bain d'azote liquide (-196 °C). Ce comportement peut s'expliquer par le fait que la contrainte critique susceptible de provoquer le clivage dans l'acier 2C40 est supérieure à la limite élastique ainsi qu'à la résistance mécanique atteintes pendant l'essai effectué à -196 °C (920 MPa et 1050 MPa respectivement). Nous n'avons cependant pas estimé la contrainte critique de clivage relative à chaque acier pour confirmer cette explication. Toutefois, pour un acier proche de l'acier de cuve (acier 18MND5), traité thermiquement de manière à obtenir deux microstructures, l'une martensitique et l'autre bainitique, Echeverria et al. [(Echeverria, 1999)] ont montré expérimentalement que la contrainte critique de clivage relative à une microstructure martensitique est deux fois plus importante que celle estimée pour une microstructure bainitique. Ils mettent ainsi en évidence le rôle de la microstructure dans le déclenchement des mécanismes de clivage. Dans notre cas, les deux aciers présentent une microstructure bainitique, avec toutefois des morphologies

différentes. L'acier 16MND5 présente des amas/cluster de carbures et un comportement fragile à basse température (-196 °C) alors que l'acier 2C40 contient des carbures isolés.

b) Essais de traction dynamique

Afin de favoriser une rupture fragile dans l'acier 2C40, nous avons augmenté la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ de manière à atteindre des valeurs de contrainte critiques pouvant provoquer du clivage. Une campagne d'essais de traction dynamique (25 s⁻¹) a ainsi été réalisée à -196 °C. La limite élastique atteinte dans ce cas est de 1100 MPa et la rupture de l'échantillon survient instantanément après ce pic de contrainte. Toutefois, l'examen fractographique (figure III-11) a montré que le mode de rupture reste le déchirement ductile (présence de cupules et de lignes de glissement).

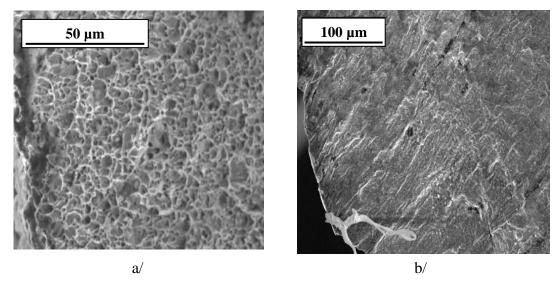


Figure III-11. Ductilité da l'acier 2C40 à -196 °C - a/ Faciès de rupture - b/ Surface de l'échantillon au voisinage de la rupture

La campagne d'essais a montré ainsi qu'il n'est pas possible de provoquer du clivage dans l'acier 2C40 avec des essais de traction (tableau III-4). Il faudrait peut-être tester d'autres conditions plus sévères en termes de basse température et de vitesse de sollicitation ou bien changer le mode de chargement.

| | <u>T=22 °C</u> | | | <u>T=-19</u> | <u>96 °C</u> |
|--------------|------------------------------|--------------------|--|------------------------------|--------------------|
| Ė | $3.5.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ | 25 s ⁻¹ | | $3,5.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ | 25 s ⁻¹ |
| Acier 16MND5 | ductile | ductile | | fragile | fragile |
| Acier 2C40 | ductile | ductile | | ductile | ductile |

Tableau III-4. Récapitulatif des modes de ruptures observés dans les aciers de l'étude

A -196 °C, les essais de traction effectués sur les deux aciers bainitiques soulignent des différences dans le mode de rupture ; les caractéristiques mécaniques (R_e et R_m) de chacun sous différentes conditions de sollicitations thermomécaniques sont aussi mises en évidence. Ces tendances peuvent être liées au comportement intrinsèque des deux phases présentes dans ces aciers (déformations et contraintes), ainsi qu'à la fraction volumique, la taille et la répartition des carbures relatives à chaque acier. Une étude par phase a donc été menée lors d'essais de traction in situ à différentes températures, afin de mieux comprendre l'influence de chaque phase. Nous commencerons dans un premier temps par étudier la phase ferritique par diffraction des rayons X de laboratoire en mettant en évidence son influence sur le comportement global des deux aciers bainitiques. Les contraintes dans la cémentite seront ensuite estimées en utilisant la loi des mélanges.

III.3. Distribution des contraintes par phase

Dans la présente étude, la diffraction des rayons X est combinée à des essais de traction in situ permettant d'analyser directement l'évolution de la contrainte dans la phase ferritique au cours du chargement. Les conditions de réalisation des essais ont été détaillées dans le chapitre II. Rappelons aussi que cette technique a déjà été utilisée par Pesci [(Pesci, 2004)] et Mathieu [(Mathieu, 2006)] dans leurs travaux de thèse.

III.3.1 Contrainte dans la ferrite de l'acier 16MND5

Les résultats de l'analyse de contrainte in situ obtenus sur l'acier 16MND5 à température ambiante sont présentés dans la figure III-12. La courbe montre l'évolution de la contrainte

interne dans la phase ferritique (points isolés) pendant le chargement macroscopique (pointillés); l'incertitude de mesure est de l'ordre de \pm 20 MPa.

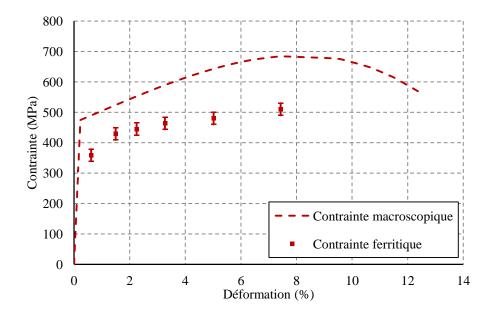
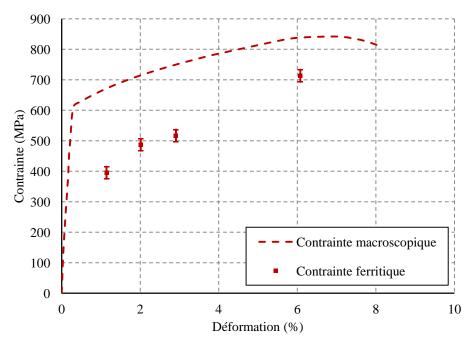


Figure III-12. Evolution des contraintes macroscopique et ferritique à T=22 $^{\circ}$ C - acier 16MND5

A température ambiante, la limite d'élasticité de l'acier 16MND5 est de l'ordre de 480 MPa et sa résistance mécanique est de 680 MPa. On observe que l'état de contrainte dans la ferrite est en-dessous de la contrainte bainitique. L'écart de contrainte entre les deux augmente légèrement avec la déformation plastique : il est en moyenne de 130 MPa et d'environ 170 MPa à la charge maximale.

La courbe contrainte-déformation obtenue à -150 °C est présentée dans la figure III-13, avec la même incertitude de mesure. A cette température, on note que la limite d'élasticité macroscopique est d'environ 620 MPa et la résistance mécanique est de 840 MPa. Ces valeurs sont légèrement plus faibles que celles obtenues lors des essais effectués sur des machines de plus forte capacité (paragraphe $\S.III.2.: R_e=700$ MPa et $R_m=950$ MPa).



III-13. Evolution des contraintes macroscopiques et ferritiques à T=-150 $^{\circ}$ C - acier 16MND5

Ces différences dans les niveaux de contraintes atteints peuvent s'expliquer par les différents modes de refroidissement utilisés, refroidissement par contact pour les essais in situ et refroidissement par brouillard d'azote pour les essais statiques. Cela introduit une variation dans la température et par conséquent influence les contraintes atteintes lors des essais de traction.

Si on compare les contraintes bainitiques et ferritiques, l'écart obtenu est plus grand qu'à température ambiante : il atteint en moyenne 210 MPa alors qu'il est de 130 MPa à 22 °C. Ces résultats sont en accord avec les travaux de Mathieu [(Mathieu, 2006)]. Toutefois, l'écart ne semble pas augmenter avec l'augmentation de la déformation appliquée comme c'est le cas à température ambiante. Il est de l'ordre de 150 MPa à charge maximale.

III.3.2 Contrainte dans la ferrite de l'acier 2C40

Comme pour l'acier de cuve, des essais de traction in situ combinés à la DRX ont été réalisés sur l'acier 2C40. Les figures III-14-a et III-14-b montrent les résultats obtenus à 22 °C et -150 °C. Les points isolés correspondent aux mesures effectuées dans la ferrite alors que la courbe tracée en ligne discontinue représente la contrainte bainitique (macroscopique).

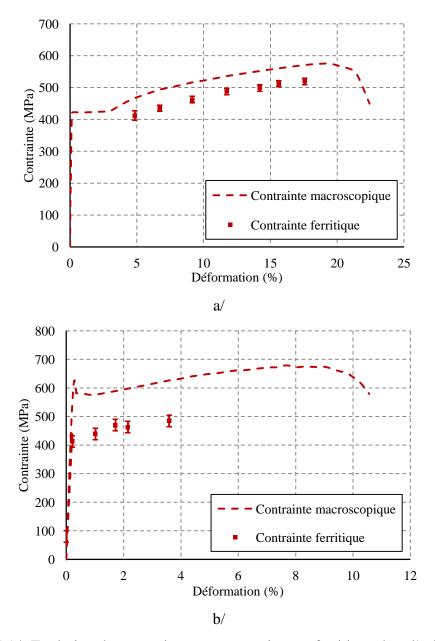


Figure III-14. Evolution des contraintes macroscopique et ferritique dans l'acier 2C40 - a/ T=22 °C - b/ T=-150 °C

A température ambiante, la limite élastique de l'acier 2C40 est de 420 MPa et sa résistance mécanique est de 580 MPa ; ces valeurs restent en accord avec les résultats de la campagne expérimentale présentées au paragraphe §.III.2.2. L'écart ferrite-bainite atteint une valeur moyenne de 60 MPa, soit un écart inférieur à l'écart moyen obtenu pour l'acier 16MND5 à même température. Les valeurs de R_e et R_m obtenues à -150 °C sont données dans le tableau III-5. L'écart ferrite-bainite augmente toujours, comme c'est le cas pour l'acier 16MND5 : la valeur moyenne relevée est de 120 MPa. On trouve également dans le tableau III-5 une synthèse comparative des caractéristiques mécaniques des deux aciers.

Acier 16MND5 (MPa)

| | R _e | R _m | Ecart ferrite-bainite |
|------------------|----------------|----------------|-----------------------|
| <u>T=22 °C</u> | 480 | 700 | 130 |
| <u>T=-150 °C</u> | 620 | 840 | 210 |

Acier 2C40 (MPa)

| R _e | R _m | Ecart ferrite-bainite |
|----------------|----------------|-----------------------|
| 420 | 600 | 60 |
| 620 | 680 | 120 |

Tableau III-5. Comparaison des valeurs R_e , R_m et l'écart moyen ferrite-bainite obtenues pour les deux aciers de l'étude - essais de traction in situ à T=22 °C et T=-150 °C

La contrainte dans la cémentite a été estimée indirectement à partir des contraintes macroscopiques et ferritiques à l'aide d'une loi des mélanges.

III.3.3 Contrainte dans la cémentite (approche indirecte)

L'application de la loi des mélanges est présentée le chapitre I. Nous l'avons utilisée pour déterminer l'évolution de la contrainte dans la cémentite pour chaque acier. Les fractions volumiques de cémentite prises en compte dans nos calculs sont respectivement de 2,1 % et 5,7 %, pour l'acier 16MND5 et l'acier 2C40 avec une incertitude de 0,2 %. Les valeurs obtenues sur l'acier 16MND5 à température ambiante sont tracées sur la figure III-15 et présentées dans le tableau III-6. Les résultats de la répartition des contraintes obtenus à -150 °C y sont aussi présentés. L'incertitude de mesure est de l'ordre de ± 930 MPa pour la cémentite.

Du fait de l'approche utilisée, les contraintes déterminées pour la cémentite sont supérieures à celles déterminées pour la ferrite et la bainite.

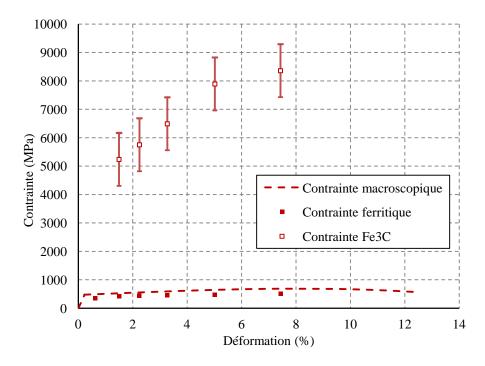


Figure III-15. Distribution des contraintes par phase à T=22 °C - acier 16MND5

Théoriquement, la courbe contrainte-déformation qui décrit le comportement purement élastique de la cémentite est linéaire [(François, 1992)]. En pratique, la linéarité de la courbe est rendue évidente seulement si elle est tracée en fonction des paramètres relatifs à cette phase. Dans nos travaux les courbes sont tracées en fonction de la déformation moyenne qui prend en compte la déformation de la ferrite et celle de la cémentite. Cela explique la non linéarité des courbes relatives à la cémentite.

| | | <u>T=22 °C</u> | |
|------|--------------------|--------------------|------------------|
| ε% | $\sigma_{bainite}$ | $\sigma_{ferrite}$ | σ_{Fe_3C} |
| ~1,5 | 530 | 430 | 5200 |
| ~2,3 | 560 | 445 | 5920 |
| ~3,3 | 590 | 465 | 6420 |
| ~5,0 | 635 | 480 | 7860 |
| ~7,4 | 675 | 510 | 8370 |

| | <u>T=-150 °C</u> | | | | | | |
|------|--------------------|--------------------|------------------|--|--|--|--|
| ε % | $\sigma_{bainite}$ | $\sigma_{ferrite}$ | σ_{Fe_3C} | | | | |
| ~1,2 | 670 | 400 | 13260 | | | | |
| ~2,0 | 715 | 490 | 11200 | | | | |
| ~3,0 | 750 | 520 | 11480 | | | | |
| ~6,1 | 840 | 715 | 6670 | | | | |
| ** | ** | ** | ** | | | | |

Tableau III-6. Répartition des contraintes par phase - acier 16MND5

Le tableau III-7 présente la répartition des contraintes par phase obtenue dans l'acier 2C40 à température ambiante et à -150 °C. L'incertitude est de l'ordre de \pm 340 MPa pour la cémentite.

T=22 °C

| ε% | $\sigma_{bainite}$ | σ_{ferrite} | σ_{Fe_3C} |
|-------|--------------------|---------------------------|------------------|
| ~4,9 | 470 | 410 | 1460 |
| ~6,7 | 500 | 435 | 1575 |
| ~9,2 | 520 | 460 | 1510 |
| ~17,6 | 570 | 520 | 1400 |

T=-150 °C

| ε% | $\sigma_{bainite}$ | $\sigma_{ferrite}$ | σ_{Fe_3C} |
|------|--------------------|--------------------|------------------|
| ~1,0 | 580 | 440 | 2900 |
| ~1,7 | 590 | 450 | 2910 |
| ~2,2 | 600 | 465 | 2840 |
| ~3,6 | 630 | 485 | 3030 |

III-7. Répartition des contraintes par phase - acier 2C40

Ces résultats mettent en évidence une très forte hétérogénéité de contrainte entre la ferrite et la cémentite. Pour l'acier 16MND5 à température ambiante, la contrainte dans la cémentite augmente avec la déformation appliquée : elle dépasse 8000 MPa. La contrainte dans la cémentite augmente lorsque la température diminue (-150 °C) : les contraintes peuvent dépasser 11000 MPa. Mais, ces valeurs ne sont qu'une estimation obtenue à partir de la loi des mélanges. Cette dernière est très sensible à la fraction volumique de la cémentite : une incertitude de \pm 0,2 % induit jusqu'à \pm 1000 MPa d'écart sur les valeurs calculées (cas de l'acier 16MND5).

Les valeurs obtenues pour la cémentite avec cette approche indirecte sont supérieures à celles données dans les travaux de modélisation effectués par Mathieu [(Mathieu, 2006)] : à -150 °C, la contrainte dans la cémentite atteint une valeur maximale de l'ordre de 5000 MPa pour une fraction volumique de 2 %. Pesci et al. [(Pesci, 2010)] annoncent une contrainte maximale dans la cémentite de l'ordre de 2200 MPa pour une fraction volumique de 5 % et une température de -60 °C.

Pour l'acier 2C40, les valeurs de contrainte dans la cémentite sont moins importantes que celles obtenues dans la cémentite de l'acier 16MND5 : elles sont de l'ordre de 1400 MPa à température ambiante et atteignent 3000 MPa à basse température.

III.3.4 Discussion

a) Comportement macroscopique

Pour les aciers faiblement alliés, la limite élastique et la résistance mécanique augmentent avec l'augmentation de la fraction volumique de la cémentite. Zhao et al. [(Zhao, 2006)] ont étudié des échantillons d'acier faiblement alliés contenant des tailles de grains et de carbures relativement comparables mais des fractions volumiques de cémentite différentes qui varient entre 0,25 % à 8 %. Ils confirment ainsi la proportionnalité des caractéristiques R_e et R_m à la quantité de cémentite présente dans l'acier. Cet effet n'est pas observé dans nos résultats. L'acier 16MND5 contient 2,1 % de cémentite et présente des propriétés mécaniques (Re et R_m) plus élevées que celles observées dans l'acier 2C40 (5,7 % de cémentite). Cette remarque reste valable aux différentes températures quoiqu'elle soit plus marquée à température ambiante. Les deux aciers présentent des différences microstructurales. La morphologie de la matrice ferritique, la taille et la répartition des précipités de cémentite ont sûrement tenu un rôle important dans la réponse macroscopique de chaque acier : plus la seconde phase est fine, plus les contraintes dans l'acier sont élevées. La diminution/réduction de l'espacement moyen entre les carbures avoisinants engendre le même effet [(Clavel, 1982), (Orowan, 1970)]. Ces paramètres caractérisent l'acier 16MND5 et peuvent expliquer, en termes de R_e et R_m, son comportement par rapport à l'acier 2C40.

b) Absence de clivage dans l'acier 2C40

Lee et al. [(Lee, 2002)] et plus récemment Tanguy et al. [(Tanguy, 2003)] commentent les conséquences de la taille des carbures et leur répartition sur la probabilité de rupture dans l'acier de cuve : ils confirment ainsi leur importance au niveau de la rupture de type clivage. Libert [(Libert, 2007)] a étudié la relation entre l'amorçage de la rupture par clivage et la distribution des tailles de carbure dans un acier faiblement allié. Il confirme ainsi qu'à basse température (-196 °C), une taille de carbure comprise entre 0,1 et 0,2 µm augmente la probabilité d'amorçage du clivage. Sachant que ce domaine inclue la taille des carbures prédominants dans l'acier 16MND5 et écarte celles des carbures présents dans l'acier 2C40, cette hypothèse peut expliquer l'absence de clivage au niveau de l'étude fractographique effectuée sur les faciès obtenus à -196 °C pour l'acier 2C40.

c) Hétérogénéités des contraintes

Le comportement macroscopique (bainitique) des deux aciers étudiés résulte de la combinaison du comportement des deux phases ferrite et cémentite, d'où l'écart observé entre les contraintes bainitiques et celles de la ferrite lors des essais de traction in situ. Toutefois, le comportement global de ces aciers reste principalement décrit par le comportement de la ferrite, car elle représente la phase prépondérante : 97,9 % pour l'acier de cuve et 94,3 % pour l'acier 2C40.

Les résultats de DRX mettent en évidence une forte hétérogénéité de contrainte par phase pour les deux aciers et à toutes les températures testées (22 °C, -150 °C). Elle est toutefois plus marquée pour l'acier de cuve. L'écart de contrainte entre la ferrite et la bainite y est plus grand que dans l'acier 2C40. La distribution des contraintes par phase montre aussi que la cémentite est beaucoup plus chargée que la ferrite et la bainite.

d) Influence de la morphologie de la cémentite

Les valeurs de contrainte dans la cémentite estimées pour l'acier 2C40 sont plus faibles que celles observées dans l'acier 16MND5. Ce résultat est lié à la morphologie de la cémentite contenue dans les aciers de l'étude (tableau III-8)

| Carbures | Acier 16MND5 | Acier 2C40 | Conséquences/Effets | | |
|------------------|----------------|---------------|--|--|--|
| Fraction | | | $R_{e \text{ (acier 16MND5)}} > R_{e \text{ (acier 2C40)}}$ | | |
| volumique | 2,1 % | 5,7 % | $R_{m \text{ (acier 16MND5)}} > R_{m \text{ (acier 2C40)}}$ | | |
| Taille moyenne | 0,14 μm | 0,73 μm | | | |
| Carbures | | | $\sigma_{Fe_3C(acier\ 16MND5)}>>\sigma_{Fe_3C(acier\ 2C40)}$ | | |
| intergranulaires | 7 % | 41 % | | | |
| Carbures | | | Absence de clivage dans l'acier | | |
| intragranulaires | 93 % (cluster) | 59 % (isolés) | 2C40 | | |

Tableau III-8. Principales différences observées dans les aciers de l'étude

L'acier 16MND5 contient des carbures de taille réduite (D_{moy} =0,14 µm), beaucoup plus petits que ceux présents dans l'acier 2C40 (D_{moy} =0,75 µm). Cela peut expliquer les niveaux

de contrainte plus élevés déterminées pour la cémentite de l'acier 16MND5. C'est ainsi que Pluvinage et al. [(Pluvinage, 1999)] expliquent la différence de comportement entre deux aciers bainitiques contenant la même fraction volumique de cémentite et présentant des tailles de carbure différentes.

La présence d'amas/cluster dans l'acier 16MND5 peut augmenter la difficulté de mobilité des dislocations lors de la déformation plastique [(Bacon, 2004)]. De plus, il est observé que les inclusions intergranulaires (cas de 40 % des inclusions de l'acier 2C40) ont tendance à diminuer les propriétés R_e et R_m des aciers biphasés [(Chen, 1986), (Chen, 1990)]. En effet, si on trouve des carbures intergranulaires dans les deux aciers étudiés, 93 % des inclusions présentes dans l'acier 16MND5 sont intragranulaires et sont principalement groupés en amas/clusters dans les paquets bainitiques. Au contraire, pour l'acier 2C40, les carbures intergranulaires représentent 40 % des carbures et se présentent généralement sous forme d'inclusions isolées.

e) Tendance de nos résultats

Finalement, dans la compétition des phénomènes « morphologie de la matrice ferritique », « fraction volumique de la cémentite », « taille et répartition des carbures », nos résultats semblent montrer que ces deux derniers sont prépondérants, d'où les caractéristiques R_e et R_m plus élevées dans l'acier 16MND5 et les fortes contraintes dans la cémentite qu'il contient.

L'hypothèse que les carbures de l'acier 2C40 ont pu subir un endommagement a aussi été posée dans le but d'expliquer les valeurs de contrainte plus faibles dans la cémentite de cet acier. Toutefois les observations post-mortem effectuées en surface des échantillons rompus ont écarté cette dernière : aucun carbure endommagé ou décollé n'a pu être observé.

Afin de valider les niveaux de contrainte obtenus dans la cémentite avec la loi des mélanges et définir au mieux leur impact sur le comportement global des deux aciers étudiés, il est nécessaire à ce stade de réaliser des mesures directes dans cette phase. Cette démarche donnera des informations essentielles sur la répartition du chargement entre la phase molle (ferrite) et la phase dure (cémentite).

Le chapitre suivant a pour objectif la détermination directe des déformations et des contraintes dans la cémentite lors d'essais de traction réalisés à température ambiante et à -150 °C. Nous avons pour cela utilisé un outil adapté à la faible fraction volumique de cémentite présente dans les aciers étudiés : la diffraction des rayons X de haute énergie (rayonnement synchrotron). Grâce à un flux de rayonnement plus important que celui offert par la DRX de laboratoire, les pics de diffraction obtenus pour la cémentite sont alors exploitables et permettent une analyse de contrainte fiable [(Daymond, 2002)].

| Chapitre IV : Evolution des déformations/contraintes dans la cémentite - approche directe |
|---|
| |
| |
| |
| |
| IV. Evolution des déformations/contraintes dans la cémentite - |
| approche directe |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |
| |

Sommaire

| IV. | Evolution des déformations/contraintes dans la cémentite - approche directe | 103 |
|-----|---|-----|
| Iı | ntroduction | 105 |
| Γ | V.1. Analyse par diffraction des neutrons | 106 |
| Γ | V.2. Mesure des déformations élastiques par rayonnement synchrotron | 108 |
| | IV.2.1 Acier 2C40 | 110 |
| | IV.2.2 Acier 16MND5 | 115 |
| | IV.2.3 Détermination des coefficients de Poisson | 119 |
| Γ | V.3. Distribution des contraintes par phase | 121 |
| | IV.3.1 Estimation du module d'Young relatif à chaque phase | 122 |
| | IV.3.2 Evolution des contraintes dans la cémentite | 123 |
| | IV.3.3 Approche numérique | 127 |
| Г | V 4 Discussion | 132 |

Introduction

Les essais de traction in situ effectués par DRX de laboratoire ont permis de déterminer indirectement les contraintes dans la cémentite. Ces estimations présentées au chapitre précédent ont souligné la nécessité d'analyser directement ces contraintes dans la phase dure.

L'utilisation de la loi des mélanges revient à considérer la fraction volumique comme seul paramètre microstructural pertinent. L'analyse présentée dans le chapitre précédent a montré que la taille et la répartition des précipités de cémentite jouent également un rôle primordial. Une détermination directe de l'état de contrainte dans cette phase est donc nécessaire. La fraction volumique de cémentite étant très faible, les mesures ont été réalisées en ayant recours aux grands instruments.

Ce chapitre est consacré à la détermination de la distribution des contraintes internes dans les deux phases présentes dans les aciers bainitiques étudiés. Nous nous sommes intéressés tout particulièrement au comportement de la cémentite. Les résultats des analyses de déformations/contraintes réalisées « in situ », soit directement sous charge, sont ici effectués par diffraction des neutrons et en utilisant le rayonnement synchrotron.

IV.1. Analyse par diffraction des neutrons

Les différents travaux effectués afin d'étudier directement les propriétés de la cémentite présente dans les aciers faiblement alliés recommandent d'utiliser la diffraction des neutrons [(Bonner, 1997)] ou le rayonnement synchrotron [(Belassel, 1994)]: ces instruments permettent d'augmenter le volume diffractant de la cémentite, comme expliqué dans le chapitre II, et par conséquent offrent la possibilité d'analyser les contraintes de manière directe et avec précision dans la cémentite, contrairement à la DRX de laboratoire où le volume diffractant est trop faible.

Nous avons utilisé la diffraction des neutrons dans nos travaux afin de déterminer le profil des contraintes dans la cémentite pour les deux aciers étudiés. Les analyses ont été effectuées sur la ligne D20. Cette ligne, située à la sortie du réacteur, dispose d'un flux de neutrons très intense adapté à l'étude des phases de faible fraction volumique. De plus, afin d'optimiser nos chances de réussite, nous avons décidé de travailler sur l'acier 2C40, car il contient une fraction volumique de cémentite trois fois plus importante que celle contenue dans l'acier de cuve.

Etant donné le temps de faisceau accordé pour cette expérience (24 heures) et le temps nécessaire pour chaque mesure (8 heures/mesure), l'accent a été mis sur l'état initial et seulement deux charges (2 % et 8 %), l'objectif étant d'avoir au moins deux valeurs de contrainte dans la cémentite au cours d'un essai de traction. Un exemple de diffractogramme obtenu à l'état initial est présenté sur la figure IV-1; la longueur d'onde utilisée est 1,86739 Å. Bien que certaines familles de plans de cémentite diffractent à des positions 2θ très proches, on arrive tout de même à isoler un certain nombre de pics. A l'état initial (sans chargement), le spectre montre qu'il est possible d'effectuer des analyses pour chaque phase (ferrite et cémentite), sur plusieurs plans {hkl} (tableau IV-1).

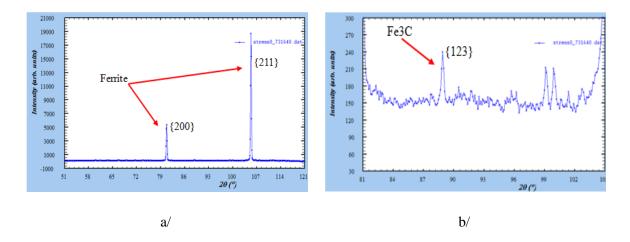


Figure IV-1. Diffractogramme obtenu sur l'acier 2C40 à l'état non chargé (ligne D20) - a/ Ferrite - b/ Cémentite

| Plans {hkl} - ferrite | Position 2θ ° | Plans {hkl} - cémentite | Position 2θ ° |
|-----------------------|---------------|-------------------------|---------------|
| {200} | 81,44 | {122} | 63,96 |
| {211} | 106,07 | {123} | 89,23 |
| {220} | 134,24 | {401} | 89,29 |
| | | {133} | 100,27 |
| | | {332} | 106,91 |
| | | {341} | 107,70 |
| | | | |

Tableau IV-1. Familles de plans {hkl} sélectionnées pour les deux phases - acier 2C40

Après l'acquisition des données, lorsqu'on superpose l'état initial et les deux niveaux de chargement (0 %, 2 % et 8 %) comme le montre la figure IV-2, on peut observer le déplacement des pics sous l'effet de la contrainte pour les déformations appliquées ϵ_0 , ϵ_1 , et ϵ_2 . Même si ce déplacement est visible, la définition de chaque pic de cémentite n'est pas « optimale ». La résolution instrumentale de la ligne D20 ne permet pas en effet d'avoir plus de 3 ou 4 points de mesure pour chaque pic ; le traitement de chaque pic est ainsi rendu délicat. De plus, pour la déformation appliquée ϵ_2 , le pic est totalement atténué.

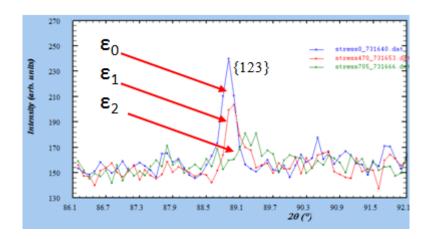


Figure IV-2. Diffractogrammes obtenus pour l'état initial et deux déformations appliquées - acier 2C40

La campagne d'essais réalisée sur la ligne D20 ne nous a pas permis d'estimer un niveau de contrainte dans la cémentite. A ce stade, la nécessité d'utiliser un autre type de rayonnement présentant un flux plus important est mise en évidence.

IV.2. Mesure des déformations élastiques par rayonnement synchrotron

Les rayons X de haute résolution délivrés par la ligne ID11 du synchrotron (ESRF de Grenoble) nous ont permis de déterminer l'évolution des déformations/contraintes sous chargement mécanique dans les deux phases présentes dans les aciers étudiés et notamment dans la cémentite, malgré sa faible fraction volumique : les pics obtenus sont suffisamment intenses.

Afin de mettre en évidence le niveau maximal de contrainte atteint par la cémentite lors du chargement, les points de mesure ont été choisis dans le domaine plastique et les points audelà de la résistance mécanique $R_{\rm m}$, pendant la striction, ne sont pas pris en considération. Les mesures des déformations élastiques ont été réalisées in situ (pendant le chargement) à température ambiante et à -150 °C. La figure IV-3 et le tableau IV-2 mettent en évidence les points de mesure relatifs à chaque acier : les déformations appliquées maximales (charge maximale) sont différentes pour chaque cas de chargement.

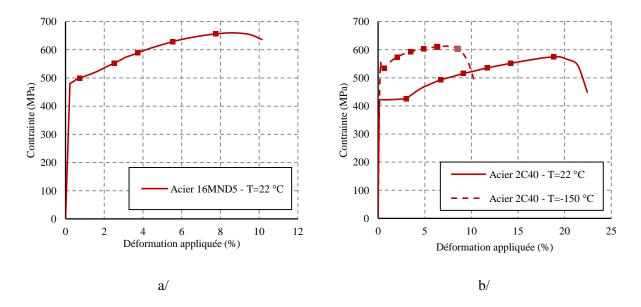


Figure IV-3. Points de mesure relatifs à chaque acier - a/ Acier 16MND5 - b/ Acier 2C40

| | Acier 16MND5 | Acier 2C40 | Acier 2C40 |
|-----|----------------|----------------|------------------|
| | <u>T=22 °C</u> | <u>T=22 °C</u> | <u>T=-150 °C</u> |
| | 0,75 | 3 | 0,6 |
| 0.4 | 2,5 | 5,7 | 2 |
| ε % | 3,75 | 8,1 | 3,5 |
| | 5,5 | 10,4 | 5 |
| | 7,75 | 14,3 | 6,3 |
| | ** | 18,1 | 7,7 |
| | | | |

Tableau IV-2. Déformations appliquées pour les différents points analysés au rayonnement synchrotron - aciers 16MND5 et 2C40

Les conditions expérimentales appliquées pour la réalisation de ce travail ainsi que la méthode adoptée pour l'exploitation des clichés de diffraction ont été détaillées dans le chapitre II. Les résultats obtenus sont présentés dans les paragraphes suivants.

IV.2.1 Acier 2C40

L'acquisition des clichés de diffraction a été réalisée par la méthode des anneaux (anneaux de Debye Scherrer). Le traitement des anneaux permet d'obtenir l'évolution des déformations élastiques dans le sens de la traction $\epsilon_{11}^{\{hkl\}}$ et le sens transverse $\epsilon_{22}^{\{hkl\}}$ pour les deux phases en utilisant la loi de Bragg (voir chapitre II). Les familles de plans considérées sont les suivantes : {110} pour la ferrite et {122} pour la cémentite.

a) T=22 °C

La superposition des profils des pics de diffraction enregistrés pour les différentes déformations macroscopiques appliquées montre un déplacement des pics sous chargement mécanique pour les deux phases. L'accent est mis sur les pics de la cémentite car il s'agit de la phase visée par ces travaux (figure IV-4).

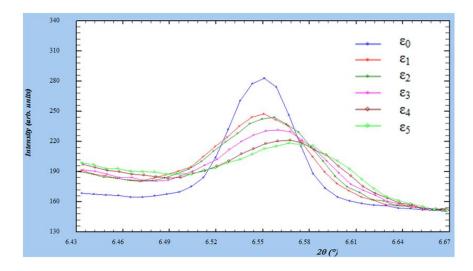


Figure IV-4. Déplacement et élargissement des pics {122} de la cémentite à T=22 °C sous chargement - acier 2C40

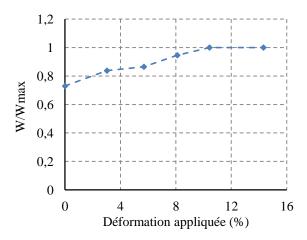


Figure IV-5. Elargissement des pics de diffraction de la cémentite au cours du chargement à T=22 $^{\circ}$ C

Sur la Figure IV-5, la variation de la largeur W des pics est représentée. Un élargissement de ces derniers est observé. Il peut traduire la présence d'une densité de dislocations et/ou une hétérogénéité des déformations au sein de cette phase [(Weisser, 2011)] : différentes déformations pour les particules présentes dans le volume diffractant.

Considérons à présent les courbes des déformations calculées $\epsilon_{11}^{\{hkl\}}$ et $\epsilon_{22}^{\{hkl\}}$ relatives à chaque phase, tracées en fonction des déformations macroscopiques appliquées (Figure IV-6). L'incertitude de mesure est directement liée à la qualité des pics obtenus : elle est de l'ordre de \pm 0,05.10⁻³ pour la ferrite et \pm 0,4.10⁻³ pour la cémentite.

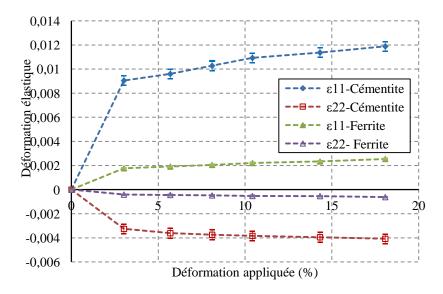


Figure IV-6. Evolution des déformations $\epsilon_{11}^{\{hkl\}}$ et $\epsilon_{22}^{\{hkl\}}$ dans la ferrite et la cémentite à 22 °C sous chargement de traction - acier 2C40

Les résultats montrent que les déformations $\epsilon_{11}^{\{hkl\}}$ et $\epsilon_{22}^{\{hkl\}}$ du réseau cristallin augmentent avec la déformation appliquée dans les deux directions et pour les deux phases. Pour les plans $\{110\}$ de la ferrite, l'augmentation des déformations est régulière jusqu'à la fin du chargement. L'allure de la courbe dans le sens transverse est comparable au sens de traction. Toutefois, les déformations mesurées sont moins importantes, un rapport de l'ordre de 0,25 est relevé. Pour la cémentite, on constate que les déformations élastiques calculées sont beaucoup plus élevées que celles de la ferrite : un facteur de l'ordre de 4 est relevé quand la charge est maximale.

En observant l'allure des courbes, on remarque qu'une fois de plus, le comportement purement élastique de la cémentite est difficilement mis en évidence à partir du moment où c'est la déformation macroscopique appliquée qui est tracée en abscisses. Si les déformations des plans réticulaires représentées dans la figure IV-6 sont relatives à chacune des deux phases considérées séparément, les déformations macroscopiques appliquées sont une moyenne des déformations appliquées aux deux phases et mettent en évidence une accommodation plastique de la déformation par la ferrite dès l'entrée en plasticité.

Le tableau IV-3 résume les valeurs des déformations élastiques minimales et maximales dans les sens axial et transverse et pour les deux phases.

| Ferrite | $\epsilon_{11}^{\{110\}}$ min | $\varepsilon_{11}^{\{110\}}$ max | $\epsilon_{22}^{\{110\}}$ min | $\epsilon_{22}^{\{110\}}$ max |
|-------------------------------|-------------------------------|----------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| $(\pm 0.05.10^{-3})$ | 1,75.10 ⁻³ | 2,55.10 ⁻³ | -0,45.10 ⁻³ | -0,65.10 ⁻³ |
| Cémentite $(\pm 0.4.10^{-3})$ | $\epsilon_{11}^{\{122\}}$ min | $\epsilon_{11}^{\{122\}}$ max | $\epsilon_{22}^{\{122\}}$ min | $\epsilon_{22}^{\{122\}}$ max |
| , , , , , , | 9,0.10 ⁻³ | 11,2.10 ⁻³ | -3,5.10 ⁻³ | -4,0.10 ⁻³ |

Tableau IV-3. Déformations élastiques minimales et maximales atteintes à T=22 °C - acier 2C40

En comparaison avec les travaux de Young et al. [(Young, 2007)] et ceux de Weisser et al. [(Weisser, 2011)], les valeurs des déformations élastiques mesurées lors de notre campagne d'essais s'avèrent du même ordre de grandeur que celles annoncées dans la littérature. Cela confirme le choix judicieux des conditions expérimentales appliquées.

b) T=-150 °C

Pour la campagne d'essais effectuée sur l'acier 2C40 à basse température (-150 °C), la formation des cristaux de glace sur les éprouvettes pendant le refroidissement a rendu le traitement des clichés de diffraction encore plus difficile en comparaison avec les clichés obtenus à température ambiante. Les résultats obtenus sont présentés ci-dessous (figure IV-7).

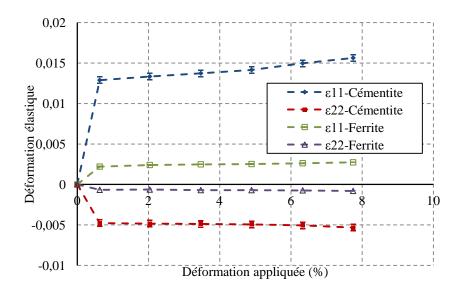


Figure IV-7. Evolution des composantes $\epsilon_{11}^{\{hkl\}}$ et $\epsilon_{22}^{\{hkl\}}$ dans la ferrite et la cémentite sous chargement à -150 °C - acier 2C40

L'allure des courbes obtenues dans le sens de traction et le sens transverse reste comparable à celle obtenue à 22 °C. L'effet de la baisse de la température se traduit par des valeurs de déformations élastiques $\epsilon_{11}^{\{hkl\}}$ et $\epsilon_{22}^{\{hkl\}}$ plus importantes. Les valeurs minimales et maximales atteintes dans les deux phases de l'acier sont récapitulées dans le tableau IV-4.

| Ferrite | $\epsilon_{11}^{\{110\}}$ min | $\epsilon_{11}^{\{110\}}$ max | $\epsilon_{22}^{\{110\}}$ min | $\epsilon_{22}^{\{110\}}$ max |
|----------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| $(\pm 0.05.10^{-3})$ | 2,20.10 ⁻³ | $2,75.10^{-3}$ | -0,65.10 ⁻³ | -0,80.10 ⁻³ |
| Cémentite | $\epsilon_{11}^{\{122\}}$ min | $\epsilon_{11}^{\{122\}}$ max | $\epsilon_{22}^{\{122\}} min$ | $\epsilon_{22}^{\{122\}}$ max |
| $(\pm 0,4.10^{-3})$ | 13,0.10 ⁻³ | 15,5.10 ⁻³ | -5,0.10 ⁻³ | $-5,5.10^{-3}$ |

Tableau IV-4. Déformations élastiques minimales et maximales atteintes à T=-150 °C - acier 2C40

Les déformations élastiques obtenues dans le sens de traction pour chacune des phases ont été tracées dans la figure IV-8 en fonction de la déformation appliquée. Il est ainsi possible de comparer l'évolution du comportement des deux phases de l'acier 2C40 quand la température passe de 22 °C à -150 °C.

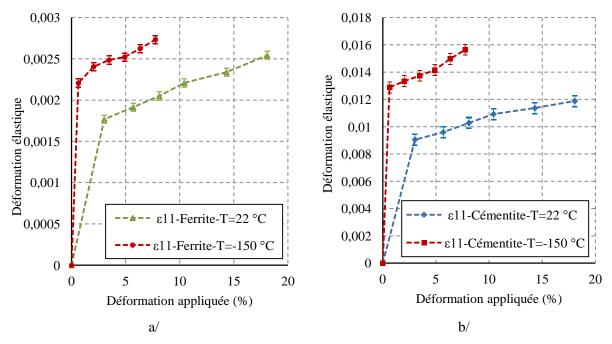


Figure IV-8. Evolution des déformations $\epsilon_{11}^{\{hkl\}}$ dans l'acier 2C40 - a/ Ferrite - b/ Cémentite

Dans le sens de traction, une augmentation de l'ordre de 10 % est enregistrée au niveau des déformations élastiques $\epsilon_{11}^{\{hkl\}}$ dans la phase ferritique, à déformation appliquée maximale. Pour la cémentite, l'augmentation est plus importante : elle est d'environ 30 %. Dans le sens transverse, l'augmentation est de l'ordre de 20 % et 45 % pour la ferrite et la cémentite, respectivement. Le tableau IV-5 résume les déformations élastiques $\epsilon_{11}^{\{hkl\}}$ et $\epsilon_{22}^{\{hkl\}}$ mesurées à déformation appliquée proche et/ou identique et à différentes températures : le durcissement de la ferrite et de la cémentite à basse température est ainsi mis en évidence.

| | Aci | er 2C40 - T | =22 °C | • | Acier 2C40 - T=-150 °C | | |
|----------------------|-------|---------------------------|---------------------------|---|------------------------|---------------------------|---------------------------|
| | ε% | $\epsilon_{11}^{\{110\}}$ | $\epsilon_{22}^{\{110\}}$ | | ε % | $\epsilon_{11}^{\{110\}}$ | $\epsilon_{22}^{\{110\}}$ |
| Ferrite | 3 % | 1,75.10 ⁻³ | -0,40.10 ⁻³ | | 3,5 % | 2,50.10 ⁻³ | -0,70.10 ⁻³ |
| $(\pm 0,05.10^{-3})$ | 5,7 % | 1,95.10 ⁻³ | $-0,45.10^{-3}$ | | 5 % | 2,55.10-3 | $-0,72.10^{-3}$ |
| | 8,1 % | 2,05.10 ⁻³ | -0,50.10 ⁻³ | | 7,7 % | 2,75.10 ⁻³ | -0,80.10 ⁻³ |
| | ε % | $\epsilon_{11}^{\{122\}}$ | $\epsilon_{22}^{\{122\}}$ | | ε % | $\epsilon_{11}^{\{122\}}$ | $\epsilon_{22}^{\{122\}}$ |
| Cémentite | 3 % | 9,0.10 ⁻³ | -3,5.10 ⁻³ | | 3,5 % | 13,2.10 ⁻³ | -5,0.10 ⁻³ |
| $(\pm 0,4.10^{-3})$ | 5,7 % | 9,6.10 ⁻³ | -3,6.10 ⁻³ | | 5 % | 14,0.10 ⁻³ | -5,2.10 ⁻³ |
| | 8,1 % | 10,5.10 ⁻³ | -4,1.10 ⁻³ | | 7,7 % | 15,5.10 ⁻³ | -5,5.10 ⁻³ |

Tableau IV-5. Evolution des déformations $\epsilon_{11}^{\{hkl\}}$ et $\epsilon_{22}^{\{hkl\}}$ dans les deux phases de l'acier 2C40

A charge identique, les deux phases de l'acier 2C40 présentent des déformations élastiques plus importantes à basse température qu'à température ambiante : un rapport de l'ordre de 1,5 est relevé en moyenne.

IV.2.2 Acier 16MND5

Des essais similaires ont été réalisés sur l'acier 16MND5. Compte tenu des difficultés rencontrées lors des traitements des clichés obtenus à -150 °C (cristaux de glace diffractant aux mêmes positions que la cémentite), nous n'avons pas pu aboutir à un résultat concluant sur l'acier de cuve à basse température. Par conséquent, nous présentons ci-dessous seulement les résultats obtenus à température ambiante.

La superposition des profils des pics de cémentite obtenus à différents chargements est montrée dans la figure IV-9. Leurs largeurs W restent identiques (figure IV-10) contrairement aux pics de cémentite de l'acier 2C40, pour lesquels un élargissement a été observé.

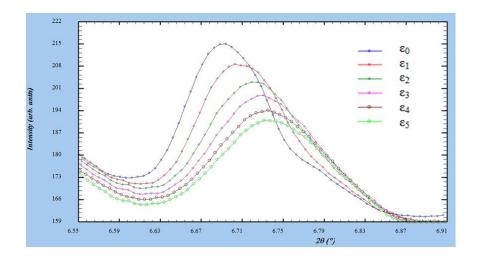


Figure IV-9. Déplacement des pics {122} de cémentite à T=22 °C sous chargement - acier 16MND5

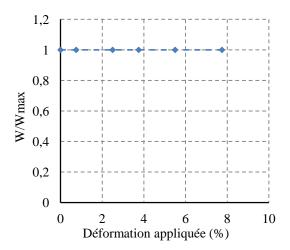


Figure IV-10. Elargissement des pics de diffraction de la cémentite sous chargement à $T=22~^{\circ}C$ - acier 16MND5

L'évolution des déformations élastiques est présentée sur la figure IV-11, pour différentes déformations appliquées à température ambiante.

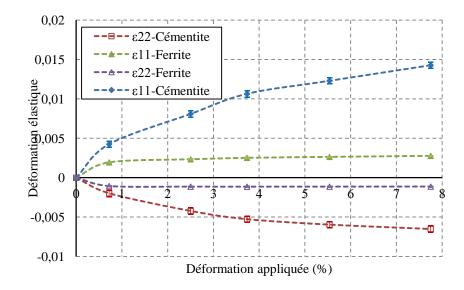


Figure IV-11. Evolution des déformations $\epsilon_{11}^{\{hkl\}}$ et $\epsilon_{22}^{\{hkl\}}$ au cours du chargement à T=22 °C - acier 16MND5

Pour la ferrite, l'allure de la courbe dans le sens transverse est comparable à celle observée dans le sens de traction. Toutefois, les déformations mesurées sont deux fois moins importantes que dans le sens de traction, un facteur de l'ordre de 2,5 est relevé. Comme attendu, le comportement de la cémentite est très différent de celui de la ferrite : les déformations élastiques de la cémentite sont 2 à 5 fois plus grandes que les déformations de la ferrite. De la même façon, l'augmentation des déformations élastiques dans la cémentite semble régulier jusqu'à la rupture. Les valeurs minimale et maximale relevées dans les sens axial et transverse pour les deux phases sont présentées dans le tableau IV-6.

| Ferrite | $\epsilon_{11}^{\{110\}}$ min | $\epsilon_{11}^{\{110\}}$ max | $\epsilon_{22}^{\{110\}}$ min | $\epsilon_{22}^{\{110\}}$ max |
|-------------------------------|---|--|--|---|
| $(\pm 0,05.10^{-3})$ | 1,95.10 ⁻³ | 2,80.10 ⁻³ | -1,05. 10 ⁻³ | -1,15. 10 ⁻³ |
| Cémentite $(\pm 0,4.10^{-3})$ | $\varepsilon_{11}^{\{122\}}$ min 4,2.10 ⁻³ | $\varepsilon_{11}^{\{122\}}$ max 14,2.10 ⁻³ | $\varepsilon_{22}^{\{122\}}$ min -2,0.10 ⁻³ | $\varepsilon_{22}^{\{122\}}$ max $-6,5.10^{-3}$ |

Tableau IV-6. Déformations élastiques minimales et maximales atteintes à $T=22~^{\circ}C$ - acier 16MND5

Afin de mieux cerner le comportement de chaque phase dans les deux matériaux étudiés, la figure IV-12 montre une comparaison des courbes obtenues pour les aciers 16MND5 et 2C40 à température ambiante, dans le sens de traction.

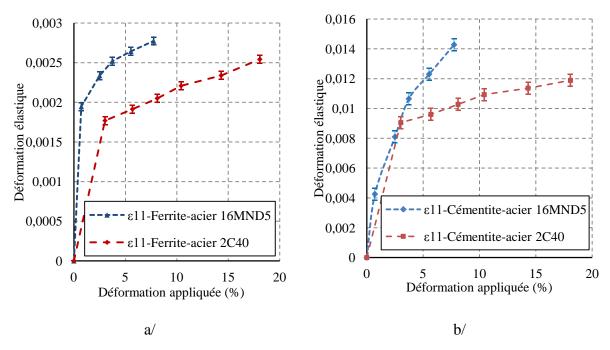


Figure IV-12. Evolution des déformations $\epsilon_{11}^{\{hkl\}}$ dans les aciers 16MND5 et 2C40 à T=22 °C - a/ Ferrite - b/ Cémentite

Les plans ferritiques de l'acier 16MND5 présentent des déformations élastiques légèrement plus importantes que celles de l'acier 2C40 : un rapport de l'ordre de 10 % est relevé. Les déformations à rupture (déformation élastique enregistrée à déformation appliquée maximale) relevées respectivement pour les aciers 16MND5 et 2C40 sont $2,80.10^{-3} \pm 0,05.10^{-3}$ et $2,55.10^{-3} \pm 0,05.10^{-3}$.

Pour la cémentite, les déformations élastiques du plan {122} n'évoluent pas avec la même allure dans les deux aciers : elles sont légèrement plus faibles dans l'acier 2C40. Pour l'acier 16MND5, un rapport de 3,3 est relevé entre le premier et le dernier point de mesure alors que ce rapport est seulement de 1,3 pour la cémentite de l'acier 2C40 ; cette remarque est valable dans les sens axial et transverse.

Le tableau IV-7 montre l'évolution des déformations élastiques dans les deux aciers pour des déformations macroscopiques identiques et/ou proches. La ferrite de l'acier de cuve est 30 % à 40 % plus chargée que la ferrite de l'acier 2C40.

| | Acier 16MND5 | | | Acier 2C40 | | | |
|----------------------|--------------|---------------------------|---------------------------|------------|---------------------------|---------------------------|--|
| | ε% | $\epsilon_{11}^{\{110\}}$ | $\epsilon_{22}^{\{110\}}$ | ε % | $\epsilon_{11}^{\{110\}}$ | $\epsilon_{22}^{\{110\}}$ | |
| Ferrite | 2,5 % | 2,35.10 ⁻³ | -1,13.10 ⁻³ | 3,0 % | 1,75.10 ⁻³ | -0,40.10 ⁻³ | |
| $(\pm 0.05.10^{-3})$ | 5,5 % | $2,65.10^{-3}$ | -1,14.10 ⁻³ | 5,7 % | 1,95.10 ⁻³ | -0,45.10 ⁻³ | |
| | 7,7 % | 2,80.10 ⁻³ | -1,15.10 ⁻³ | 8,1 % | $2,05.10^{-3}$ | -0,50.10 ⁻³ | |
| | ε % | $\epsilon_{11}^{\{122\}}$ | $\epsilon_{22}^{\{122\}}$ | ε % | $\epsilon_{11}^{\{122\}}$ | $\epsilon_{22}^{\{122\}}$ | |
| <u>Cémentite</u> | 2,5 % | 8,0.10 ⁻³ | -4,2.10 ⁻³ | 3 % | 9,0.10 ⁻³ | -3,3.10 ⁻³ | |
| $(\pm 0,4.10^{-3})$ | 5,5 % | 12,5.10 ⁻³ | -6,0.10 ⁻³ | 5,7 % | 9,6.10 ⁻³ | -3,6.10 ⁻³ | |
| | 7,7 % | 14,2.10 ⁻³ | -6,5.10 ⁻³ | 8,1 % | 10,5.10 ⁻³ | -4,0.10 ⁻³ | |

Tableau IV-7. Evolution des déformations $\epsilon_{11}^{\{hkl\}}$ et $\epsilon_{22}^{\{hkl\}}$ dans les deux aciers de l'étude à T=22 °C

A 3 % de déformation appliquée, les déformations élastiques de la cémentite sont similaires dans les deux aciers (figure IV-12-b). Avec l'augmentation des sollicitations, à 6 % et 8 % de déformation appliquée, la cémentite de l'acier 16MND5 montre des déformations élastiques nettement plus importantes que celle de l'acier 2C40 : une différence de 30 % à 40 % est enregistrée.

L'interprétation de ces résultats est liée d'une part à la différence de fraction volumique de cémentite présente dans les deux aciers (2,1 % pour l'acier de cuve 16MND5 et 5,7 % pour l'acier 2C40) et d'autre part à la taille et la distribution des carbures contenus dans chaque acier : les carbures présents dans l'acier 2C40 sont 10 fois plus gros et sont intragranulaires à 60 % alors que ceux de l'acier 16MND5 sont majoritairement intragranulaires (93 %) et se présentent groupés en amas/cluster au niveau des paquets bainitiques. L'influence de ces paramètres est discutée dans le §.IV.4.

IV.2.3 Détermination des coefficients de Poisson

A partir des déformations mesurées, le coefficient de Poisson v relatif à chaque phase a été déterminé en considérant le rapport entre les déformations transverses et axiales à chaque point de mesure (équation IV.1). Le tableau IV-8 en donne un bilan récapitulatif.

$$v = -\frac{\varepsilon_{22}}{\varepsilon_{11}} \tag{IV.1}$$

| | Acier 2 | C40 | Acier 2 | 2C40 | | Acier 16 | MND5 |
|------------------|---------|------|-----------|------|--|----------|------|
| | T=22 | °C | T=-150 °C | | | T=22 °C | |
| | ε% | ν | ε % | ν | | ε% | ν |
| <u>Ferrite</u> | 3 % | 0,22 | 2 % | 0,26 | | 0,75 % | 0,54 |
| | 5,7 % | 0,23 | 3,5 % | 0,28 | | 2,5 % | 0,52 |
| | 8,1 % | 0,24 | 5 % | 0,27 | | 3,75 % | 0,45 |
| | 10,4 % | 0,23 | 6,3 % | 0,28 | | 5,5 % | 0,48 |
| | 14,3 % | 0,22 | 7,7 % | 0,29 | | 7,75 % | 0,45 |
| | ε% | ν | ε% | ν | | ε% | ν |
| <u>Cémentite</u> | 3 % | 0,38 | 2 % | 0,36 | | 0,75 % | 0,46 |
| | 5,7 % | 0,37 | 3,5 % | 0,37 | | 2,5 % | 0,48 |
| | 8,1 % | 0,39 | 5 % | 0,37 | | 3,75 % | 0,49 |
| | 10,4 % | 0,35 | 6,3 % | 0,33 | | 5,5 % | 0,43 |
| | 14,3 % | 0,34 | 7,7 % | 0,35 | | 7,75 % | 0,41 |

Tableau IV-8. Coefficients de Poisson v calculés à chaque point de mesure pour les aciers de l'étude

Classiquement, le coefficient de Poisson macroscopique annoncé pour les deux aciers est proche de celui de la ferrite (v=0,29). A l'échelle de la phase, le coefficient de Poisson varie d'une famille de plans à une autre traduisant l'anisotropie de la ferrite [(Dakhlaoui, 2010)] ainsi que celle de la cémentite [(Nikolussi, 2008)]. Le coefficient de Poisson annoncé dans la littérature pour les plans {110} de la ferrite est de l'ordre de 0,28 [(Bonner, 1997)]. Pour les plans {122} de la cémentite, Hassel et al. [(Hassel, 2010)] estiment que le coefficient de Poison varie classiquement entre 0,29 et 0,35 alors que Weisser et al. [(Weisser, 2011)] l'estime à 0,33.

Selon nos résultats, les valeurs de v restent sensiblement constantes et proches des valeurs de la littérature pour l'acier 2C40. Les résultats relatifs à chacune des phases sont en moyenne

v=0,23 pour la ferrite et v=0,36 pour la cémentite, à température ambiante. Une faible variation est relevée à basse température (-150 °C) pour la ferrite : v=0,28.

Pour l'acier 16MND5, les coefficients v déterminés à température ambiante paraissent plus sensibles la déformation macroscopique appliquée. La valeur moyenne de v est de 0,48 pour la cémentite et 0,47 pour la ferrite.

IV.3. Distribution des contraintes par phase

En diffraction, les techniques de détermination de contrainte sont toutes basées sur la mesure des déformations élastiques à partir des distances interréticulaires. La méthode des sin²ψ reste la plus utilisée pour l'analyse de contrainte. Quand la configuration de l'outil de mesure ne le permet pas, ce qui est le cas des analyses menées au synchrotron, il reste toujours possible de relier les déformations élastiques aux contraintes en se basant sur les lois de l'élasticité linéaire homogène et isotrope « loi de Hooke » [(Hauk, 1997)]. Pour un état de traction uniaxiale, les contraintes relatives à chaque phase sont estimées selon les équations I.2 et I.3 présentées dans le chapitre I.

| Cémentite | [(Weisser, 2011)] | E=160 GPa v=0,33 |
|-----------|--------------------------|------------------|
| Ferrite | [(Martinez-Perez, 2005)] | E=205 GPa v=0,29 |
| | [(Weisser, 2011)] | E=220 GPa v=0,29 |

Tableau IV-9. Caractéristiques E et v relatives au plan (122) de la cémentite et au plan (110) de la ferrite

Contrairement à la ferrite qui a fait l'objet de nombreuses analyses (tableau IV-9), les travaux qui concernent la cémentite sont rares dans la littérature, d'autant plus quand il s'agit du plan (122): à notre connaissance, il n'y a que les récents travaux de Weisser et al. [(Weisser, 2011)] qui les abordent. Par conséquent, nous avons proposé une méthode inverse pour la détermination du module d'Young.

IV.3.1 Estimation du module d'Young relatif à chaque phase

La démarche utilisée combine les essais réalisés par DRX et par rayonnement synchrotron. A partir des essais de traction in situ effectués par DRX de laboratoire et la loi des mélanges mentionnée dans le chapitre I (équation I.1), nous avons pu établir la répartition des contraintes par phase avec une approche indirecte. Les résultats ont été présentés au chapitre III.

Pour l'approche directe, l'identification des modules d'Young relatifs à chacune des phases est réalisée à partir des résultats de l'acier 2C40 obtenus à température ambiante. La démarche proposée est résumée dans le diagramme suivant (figure IV-13) :

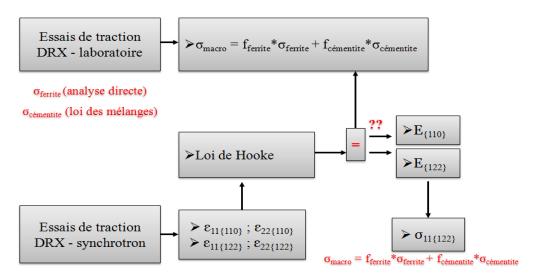


Figure IV-13. Identification inverse des modules d'Young relatif à la cémentite

Une régression linéaire est réalisée sur les analyses de contrainte effectuées directement dans la ferrite (DRX de laboratoire) : on obtient ainsi une fonction $\sigma = f(\epsilon)$ représentative de l'évolution des contraintes ferritiques.

Cette fonction est utilisée ensuite avec les essais de traction effectués par rayonnement synchrotron dans le but d'identifier les contraintes dans la ferrite. A ce stade, en appliquant la loi de Hooke pour un cas de traction uniaxiale (équations I.2 et I.3), pour que les valeurs de contraintes calculées soient en accord avec celles obtenues par DRX, on obtient alors un module d'Young relatif aux plans {110}.

Pour la cémentite, il suffit de résoudre le système d'équations formé par la loi des mélanges (équation I.1) et la loi de Hooke généralisée appliquée aux plans {122} (équations I.2 et I.3,

chapitre I), pour que les valeurs de contraintes macroscopiques soient identiques à celles données par la micromachine de traction.

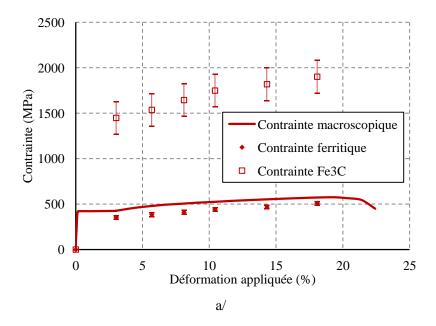
Pour cette démarche, nous considérons un coefficient de Poisson v=0,23 pour les plans $\{110\}$ de la ferrite et v=0,36 pour la cémentite. Les valeurs identifiées ainsi sont : $E^{110}=200 \pm 1$ GPa pour la ferrite et $E^{122}=160 \pm 3$ GPa pour la cémentite. Elles sont comparables aux modules d'Young annoncé dans les travaux de Weisser et al. [(Weisser, 2011)].

IV.3.2 Evolution des contraintes dans la cémentite

A partir des déformations élastiques et les équations I.2 et I.3, l'évolution des contraintes par phase a été déterminée pour les deux aciers de l'étude, à température ambiante et à -150 °C.

a) Acier 2C40

Les résultats obtenus à température ambiante ainsi qu'à -150 °C sont présentés ci-dessous (figure IV-14).



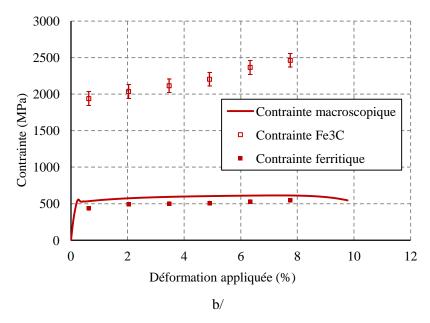


Figure IV-14. Répartition des contraintes par phase dans l'acier 2C40 -

$$a/T = 22 \, ^{\circ}C - b/T = -150 \, ^{\circ}C$$

A température ambiante, la ferrite présente une contrainte maximale de 510 ± 20 MPa. L'écart ferrite-bainite ne dépasse pas les 100 MPa : il est de 60 MPa en moyenne. Ces résultats confirment ceux obtenus par DRX de laboratoire sur l'acier 2C40, où un écart maxi de 60 MPa a été observé. Pour la cémentite, la contrainte maximale atteinte est de l'ordre de 1900 ± 170 MPa alors que la valeur maximale estimée indirectement, par la loi des mélanges lors des travaux effectués par DRX de laboratoire (chapitre III) était plus autour de 1500 ± 340 MPa.

A -150 °C, les contraintes maximales atteintes dans les deux phases augmentent en comparaison avec celles atteintes à température ambiante. L'écart ferrite-bainite est maintenu à une valeur inférieure à 100 MPa : il est aussi de l'ordre de 60 MPa. La contrainte maximale dans la ferrite est de 550 ± 20 MPa et celle de la cémentite est de 2500 ± 170 MPa. Cette dernière semble légèrement inférieure à la contrainte maximale estimée par la loi des mélanges (chapitre III) : 3000 ± 340 MPa.

b) Acier 16MND5

Considérons à présent l'acier 16MND5 à température ambiante (figure IV-15). La ferrite atteint une valeur de contrainte maximale de l'ordre de 650 ± 20 MPa ; l'écart ferrite-bainite est de 170 ± 20 MPa en moyenne, soit légèrement supérieur à l'écart observé par DRX de

laboratoire (130 \pm 20 MPa). La cémentite de l'acier 16MND5 atteint une valeur de contrainte maximale de l'ordre de 1900 \pm 170 MPa. Ces résultats restent bien inférieurs aux contraintes estimées par la loi des mélanges, qui sont de l'ordre 5000 \pm 930 MPa (chapitre III).

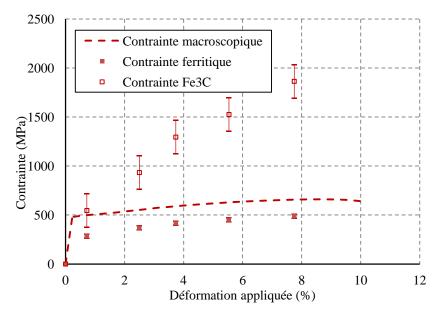


Figure IV-15. Répartition des contraintes par phase à température ambiante - acier 16MND5

Aussi, afin de mieux cerner le comportement de chaque phase des aciers étudiés, nous avons réalisé une étude comparative des contraintes atteintes pour des déformations appliquées proches (tableau IV-10).

| | ε% | $\sigma_{bainite} \pm 20 \; MPa$ | $\sigma_{ferrite} \pm 20 \; MPa$ | $\sigma_{Fe3C} \pm 170 \text{ MPa}$ |
|--------------|------|---------------------------------------|---------------------------------------|--|
| Acier 2C40 | 3 | 430 | 360 | 1450 |
| à T=22 °C | 5,7 | 480 | 390 | 1550 |
| | 8,1 | 500 | 410 | 1650 |
| | 18,1 | 570 | 510 | 1900 |
| | 1 | | | |
| | ε% | $\sigma_{bainite} \pm 20 \text{ MPa}$ | $\sigma_{ferrite} \pm 20 \text{ MPa}$ | $\sigma_{\text{Fe3C}} \pm 170 \text{ MPa}$ |
| Acier 2C40 | 3,5 | 590 | 500 | 2100 |
| à T=-150 °C | 5 | 600 | 510 | 2200 |
| | 7,7 | 610 | 550 | 2500 |
| | | | | |
| | ε% | $\sigma_{bainite} \pm 20 \text{ MPa}$ | $\sigma_{ferrite} \pm 20 \text{ MPa}$ | $\sigma_{\text{Fe3C}} \pm 170 \text{ MPa}$ |
| Acier 16MND5 | 2,5 | 540 | 350 | 950 |
| à T=22 °C | 5,5 | 620 | 450 | 1550 |
| | 7,75 | 650 | 490 | 1900 |

Tableau IV-10. Evolution des contraintes par phase dans les deux aciers de l'étude

T=22 °C

A déformation appliquée identique, la ferrite de l'acier 16MND5 est plus chargée que celle de l'acier 2C40. Toutefois, la contrainte de rupture pour la ferrite est identique pour les deux aciers : elle est de 510 MPa pour l'acier 2C40 et 500 MPa pour l'acier 16MND5.

L'évolution de la contrainte dans la cémentite présente une allure différente pour chaque acier. Dans l'acier 16MND5, les contraintes augmentent régulièrement jusqu'à la rupture. Dans l'acier 2C40, les contraintes augmentent moins rapidement : la courbe est moins raide : particulièrement au début du domaine plastique (à ε =3 % et ε =5,7 %). Par la suite, une augmentation régulière des contraintes a lieu avec la déformation appliquée. A charge maximale, les contraintes atteintes sont du même ordre de grandeur dans les deux aciers.

T=-150 °C

L'évolution des contraintes dans les deux phases de l'acier 2C40 présente des allures semblables quand la température passe de 22 °C à -150 °C. Le durcissement engendré par la baisse de température se traduit par l'augmentation des contraintes bainitiques, ferritiques

ainsi que celles de la cémentite. A charge maximale, les contraintes 510 MPa et 550 MPa sont relevées dans la ferrite respectivement, à 22 °C et -150 °C. Pour la cémentite, l'augmentation est beaucoup plus importante : elle passe de 1900 MPa à 2500 MPa quand la température passe de l'ambiante à -150 °C.

Globalement, l'influence de la taille et la répartition des carbures sur le comportement mécanique des deux aciers est ainsi mise en évidence par nos résultats. L'utilisation de la loi des mélanges pour l'estimation des contraintes dans le cas de la cémentite de l'acier 2C40 a donné des résultats relativement comparables à ceux obtenus par analyse directe. Cela reste valable aux deux températures testées. Par contre, dans le cas de la cémentite de l'acier 16MND5, l'utilisation de la loi des mélanges a engendré une surestimation des contraintes. A température ambiante, elles atteignent 5000 MPa alors que l'approche directe donne une contrainte maximale de l'ordre de 1900 MPa.

IV.3.3 Approche numérique

En parallèle de nos travaux expérimentaux, une approche numérique a été conduite en collaboration avec d'autres chercheurs du laboratoire LEM3. Son objectif principal était de déterminer la contrainte maximale que la cémentite peut atteindre à pleine charge. Deux approches ont été utilisées pour cela :

- → modèle micromécanique avec transition d'échelle (ANR SAKE)
- → modèle incrémental à trois phases (ANR CAT SIZE)

Seul l'acier 2C40 a été considéré pour les travaux numériques, car il représente un matériau modèle commun entre les deux projets de recherche (ANR CAT SIZE et ANR SAKE). Pour rappel, ses principales caractéristiques sont : 5,7 % de fraction volumique de cémentite et 0,73 µm pour le diamètre moyen des particules de cémentite. Les deux modèles utilisés ont été calibrés sur les résultats des essais de traction in situ combinés au rayonnement synchrotron présentés aux paragraphes §.IV.2.1 et §.IV.3.2. Nous présentons ici brièvement les principaux paramètres pris en compte pour chaque modèle ainsi que les résultats obtenus.

a) Modèle micromécanique avec transition d'échelle

Un modèle micromécanique avec transition d'échelle a été utilisé pour déterminer la répartition des déformations/contraintes entre la ferrite (comportement élastoplastique) et la cémentite (comportement purement élastique). Il s'agit du modèle développé lors des travaux de thèse de Pesci [(Pesci, 2004)] pour décrire le comportement de l'acier 16MND5 à différentes températures. Ce modèle considère que le matériau est constitué d'un assemblage de grains bainitiques dont la fraction volumique de cémentite peut varier.

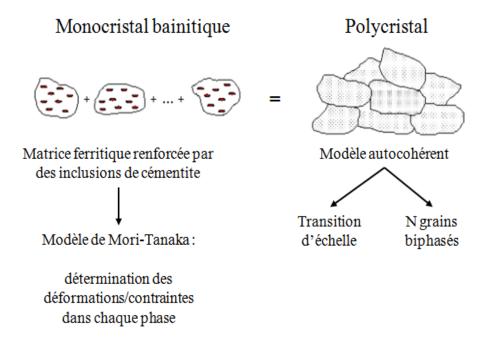


Figure IV-16. Schématisation du modèle micromécanique avec transition d'échelle - [(Pesci, 2009)]

Comme montré dans la figure ci-dessus (figure IV-16), le modèle utilisé prend en compte deux approches :

- → le modèle de Mori-Tanaka est utilisé pour décrire le comportement du monocristal bainitique (grain biphasé). Il considère que le grain est constitué de la matrice ferritique (phase a) renforcée par une seule famille d'inclusions sphériques de cémentite (phase b). L'élasticité des deux phases est supposée et le comportement de la cémentite est parfaitement élastique.
- → le modèle autocohérent a été utilisé, par la suite, pour décrire le comportement du polycristal, constitué d'un assemblage de N grains bainitiques.

| Constantes élastiques | | Cission critique | Coefficient d'écrouissage | | |
|-----------------------|-----------------|------------------|---------------------------|----------------|----------------|
| | (GPa) | (MPa) | | (MF | Pa) |
| C ₁₁ | C ₁₂ | C ₄₄ | $	au_{ m c}^{ m g}$ | h ₁ | h ₂ |
| 237,4 | 134,7 | 116,4 | 230 | 220 | 264 |

Tableau IV-11. Liste des paramètres utilisés dans le modèle micromécanique avec transition d'échelle

L'intégralité de cette approche (modèle micromécanique avec transition d'échelle) est détaillée dans les travaux de Pesci et al. [(Pesci, 2009)] et les différents paramètres utilisés dans la modélisation sont listés dans le tableau ci-dessus (tableau IV-11).

b) Résultats du modèle micromécanique avec transition d'échelle

La modélisation de la répartition des contraintes par phase obtenue dans l'acier 2C40 à température ambiante est montrée dans la figure IV-17.

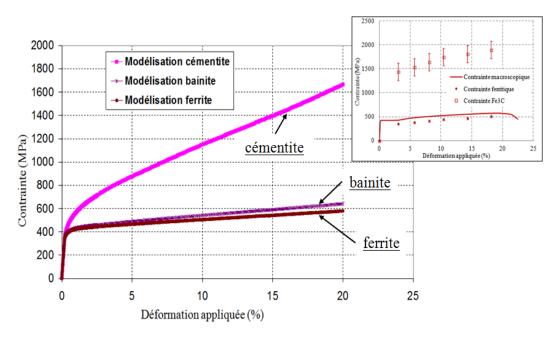


Figure IV-17. Répartition des contraintes par phase à température ambiante - acier 2C40

Le modèle décrit des niveaux des contraintes pour les deux phases semblables aux résultats expérimentaux présentés dans la figure IV-14 (§.IV.3.2). Les contraintes ferritiques sont inférieures aux contraintes macroscopiques et leurs courbes restent proches, avec un écart

ferrite-bainite qui augmente avec l'augmentation de la déformation appliquée : il ne dépasse pas 100 MPa à charge maximale. La cémentite est beaucoup plus chargée en comparaison avec la ferrite : elle atteint une contrainte de l'ordre de 1700 MPa à pleine charge. Cette valeur est légèrement inférieure à la valeur déterminée expérimentalement (1900 MPa), mais reste toutefois dans le même ordre de grandeur. Cela peut s'expliquer par le fait que l'acier 2C40 contient 2 populations de cémentite différentes (inter et intragranulaires) qui ne sont pas prises en compte dans le modèle.

c) Modèle à trois phases

Il s'agit d'un modèle utilisé pour décrire le comportement des aciers faiblement alliés, où la matrice ferritique présente un comportement élastoplastique et les inclusions de cémentite sont supposées purement élastiques. Puisque la taille des carbures est infiniment petite par rapport à la taille des grains, l'aspect polycristallin n'est pas pris en considération.

Le modèle considère trois phases (figure IV-18) : la matrice qui se déforme plastiquement et s'écrouit par la formation d'une densité de SSD (Dislocations Statiquement Stockées), représente la première phase et les inclusions, de forme sphérique, représentent la deuxième phase. L'accumulation des dislocations à l'interface matrice-inclusion est considérée comme une troisième phase qui est constituée d'une couche sphérique d'épaisseur λ et qui contient une densité de GND (Dislocations Géométriquement Nécessaires).

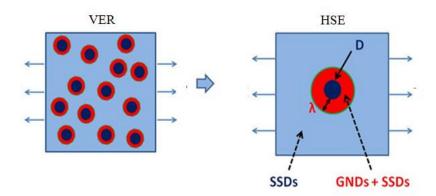


Figure IV-18. Schématisation du modèle à trois phases - [(Taupin, 2010)]

La densité initiale des GND dans la couche qui enrobe l'inclusion est équivalente à celle des SSD soit 1010 m⁻¹. Les détails de ce modèle sont précisés dans les travaux de Pipard et al.

[(Pipard, 2008)] ainsi que dans ceux de Taupin et al. [(Taupin, 2010)] et le tableau IV-12 résume les principaux paramètres utilisés dans la modélisation.

| Parar | nètres de la co | uche | Modules d'Young (GPa) | | |
|------------------|-----------------------|--------------------------|-----------------------|-------------------|--|
| α | b(Fea) (m) | λ (μm) | $E^{Fe\alpha}$ | E ^{Fe3C} | |
| 0,4 | 2,5.10 ⁻¹⁰ | 0,3 | 210 | 230 | |
| Coefficient | s de Poisson | Paramètres d'écrouissage | | Facteur de Taylor | |
| $\nu^{Fe\alpha}$ | v ^{Fe3C} | k | f | M | |
| | | | | | |

Tableau IV-12. Liste des paramètres utilisés dans le modèle à trois phases

d) Résultats du modèle à trois phases

La figure IV-19 montre une prédiction de la distribution de contrainte par phase dans l'acier 2C40 obtenue à température ambiante. La contrainte dans la phase ferritique prend en considération les contraintes ferritiques ainsi que les contraintes de la couche autour de l'inclusion.

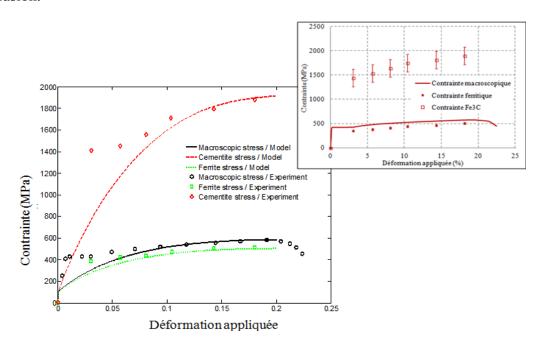


Figure IV-19. Répartition des contraintes par phase obtenue par le modèle à trois phases - acier 2C40

Les courbes obtenues par simulation montrent que le modèle reproduit des résultats proches de ceux des travaux expérimentaux : les contraintes ferritiques sont inférieures aux contraintes macroscopiques. L'écart relevé entre les deux contraintes est de l'ordre de 100 MPa à pleine charge. Les contraintes dans la cémentite ne dépassent pas 2000 MPa rejoignant ainsi les résultats expérimentaux présentés dans la figure IV-14 (§.IV.3.2).

Toutefois, ce résultat numérique a été obtenu en considérant l'épaisseur de la couche équivalente à la moitié de la taille moyenne des inclusions de cémentite (λ =0,3 μ m), ce qui reste d'un point de vue physique légèrement surestimé et à vérifier expérimentalement par EBSD. L'influence des longueurs internes (épaisseur de la couche) dans l'estimation des contraintes internes est discutée dans les travaux de Taupin et al. [(Taupin, 2010)].

IV.4. Discussion

Nous avons déterminé l'évolution des déformations élastiques et des contraintes lors d'essai de traction in situ, dans les deux phases, ferrite et cémentite, contenues dans les aciers bainitiques étudiés. Les plans {110} de la ferrite et les plans {122} de la cémentite ont été systématiquement analysés. L'acier de cuve a fait l'objet d'analyses réalisées à température ambiante alors que l'acier 2C40 a été analysé aux deux températures 22 °C et -150 °C.

a) Comportement de la ferrite

Les aciers étudiés se composent d'une matrice ferritique renforcée par des inclusions de cémentite. Dans le domaine élastique, les deux aciers sont supposés obéir à la loi de Hooke généralisée. En conséquence, le comportement élastique (E et v) des deux ferrites doit être identique, c'est pour cette raison que nous avons choisi de ne pas réaliser des mesures de déformation dans le domaine élastique [(Young, 2007)]. Toutefois, les travaux de Daymond et al. [(Daymond, 2002)] ont souligné le comportement anisotrope de la ferrite en mettant en évidence l'hétérogénéité des déformations mesurées pour différentes familles de plans cristallographiques. Même si cette anisotropie reste faible dans le domaine élastique, nous travaux auraient mérité quelques points de mesure dans ce domaine, surtout pour une identification précise des modules d'Young relatifs à chaque phase.

Dans le domaine plastique, les déformations élastiques de la ferrite augmentent avec la déformation appliquée. La ferrite de l'acier 16MND5 présente des contraintes légèrement plus

hautes que la ferrite de l'acier 2C40. Cela peut être lié à la morphologie de la matrice relative à chaque acier (notamment la localisation des carbures au sein des grains). La différence des compositions chimiques et traitements thermiques de chaque acier, a pu aussi influencer le comportement de chaque acier. Néanmoins, les résultats montrent que les contraintes dans les deux ferrites sont comparables à pleine charge (la différence est inférieure à 50 ± 20 MPa).

b) Comportement de la cémentite

Dans le domaine plastique, un transfert de charge a lieu de la matrice vers les inclusions de cémentite. C'est ainsi qu'on explique les hautes valeurs de contraintes relevées dans la phase dure [(Bonner, 1997)]. L'analyse de contrainte réalisée directement dans la cémentite montre que le comportement des inclusions n'est pas identique dans les deux aciers. A déformation appliquée proche, la cémentite de l'acier de cuve 16MND5 est ainsi plus chargée que celle de l'acier 2C40, mais on ne retrouve pas un facteur 3 entre les deux aciers, qui est le rapport entre leurs fractions volumiques. En effet, les valeurs de contraintes sont aussi impactées par l'effet de taille/répartition des carbures dans la matrice. Toutefois, à pleine charge, la cémentite des deux aciers présente des contraintes du même ordre de grandeur.

On remarque également que l'évolution de la déformation dans la cémentite dans l'acier 16MND5 ne semble pas autant « freinée » lorsque la ferrite entre en plasticité comme c'est le cas pour l'acier 2C40 : les allures des deux courbes associées à chaque acier ne sont pas les mêmes. La taille/répartition des particules de cémentite semble donc également jouer un rôle très important, avec un effet durcissant différent pour chaque acier : les mécanismes mis en jeu sont différents, avec éventuellement une déformation élastoplastique et/ou un endommagement de la cémentite de l'acier 2C40. Toutefois, et comme précisé dans le chapitre III, les observations effectuées en surface des échantillons issus des essais, n'ont montré aucun carbure déformé, endommagé ou décollé.

c) Elargissement des pics de cémentite

Contrairement aux pics de cémentite de l'acier de cuve, on remarque que les pics de cémentite de l'acier 2C40 présentent un élargissement qui traduit soit une densité de dislocations engendrée par une activité plastique soit des champs de déformations hétérogènes dans les différentes particules de cémentite contenues dans le volume diffractant. La

cémentite a pu contribuer à l'accommodation plastique : Van-Acker et al. [(Van-Acker, 1996)] ont avancé cette hypothèse pour expliquer l'élargissement des pics de diffraction obtenus sur de la cémentite lamellaire. Bonner et al. [(Bonner, 1997)] ont annoncé dans leurs travaux sur des aciers perlitiques que les deux phases, ferrite et cémentite, présentent un comportement élastoplastique et contribuent à l'accommodation plastique en ce déformant.

L'élargissement des pics peut être attribué aux hétérogénéités de déformations qui existent entre les différents carbures présents dans le volume diffractant avec une localisation au niveau de certains carbures. Cette localisation peut être associée à la forme, la taille et/ou la répartition des carbures dans la matrice. Il en résulte un comportement élastoplastique des particules de cémentite [(Weisser, 2011)]. Il se peut aussi que tous ces mécanismes aient lieu dans la cémentite de l'acier 2C40 ; cependant, il est difficile de définir la contribution de chacune de ces raisons dans l'élargissement observé. Des analyses complémentaires réalisées tout au long du chargement et notamment dès le début du domaine élastique permettraient de suivre le profil des déformations/contraintes dans la cémentite. Cela donnera des éléments supplémentaires qui aideront à mieux comprendre le comportement des carbures : notamment une meilleure identification des modules d'Young par plan.

Le comportement anisotrope de la cémentite a été démontré expérimentalement dans les travaux de Nikolussi et al. [(Nikolussi, 2008)] et il est important de vérifier, en utilisant un rayonnement adapté, si l'élargissement des pics de cémentite de l'acier 2C40 caractérise toutes ces familles de plans cristallographiques ou se résume seulement à quelques un. De même façon, pour la cémentite de l'acier de cuve, il faut comparer le comportement de plusieurs plans.

d) Anisotropie de l'acier 16MND5

Si l'on observe le profil des déformations dans le sens transverse, on remarque que la cémentite et la ferrite de l'acier de cuve présentent des déformations élastiques plus importantes que celles relevées pour l'acier 2C40 : les coefficients de Poisson déterminés expérimentalement pour l'acier 16MND5 (0,47 pour la ferrite et 0,48 pour la cémentite) sont plus grands que ceux déterminés pour l'acier 2C40 (0,23 pour la ferrite et 0,36 pour la cémentite). L'évolution des déformations élastiques transverses ne présente pas la même allure pour les deux aciers :

$$\rightarrow$$
 pour l'acier 16MND5, $\epsilon_{22}^{ferrite}$ = 047 * $\epsilon_{11}^{ferrite}$ et $\epsilon_{22}^{cémentite}$ = 0,48 * $\epsilon_{11}^{cémentite}$

$$\rightarrow \text{ pour l'acier 2C40 } \epsilon_{22}^{\text{ferrite}} = 0.23 * \epsilon_{11}^{\text{ferrite}} \text{ et } \epsilon_{22}^{\text{cémentite}} = 0.36 * \epsilon_{11}^{\text{Cémentite}}.$$

A ce sujet, les travaux d'Oliver et al. [(Oliver, 2004)] suggèrent qu'il subsiste dans les aciers biphasés une anisotropie élastique (cémentite) et plastique (ferrite) entre les deux phases de l'acier, qui peut réduire les déformations dans le sens de la traction et/ou augmenter celles du sens transverse : ce phénomène d'anisotropie semble, dans nos résultats, plus marqué pour l'acier de cuve. Puisqu'il s'agit des mêmes familles de plans pour les deux aciers ({110} pour la ferrite et {122} pour la cémentite), ce comportement peut être lié à la taille/distribution des carbures.

e) Approche numérique

Pour la cémentite de l'acier 16MND5, les contraintes déterminées indirectement par la loi des mélanges (résultats présentés dans le chapitre III) sont surestimées en comparaison avec les contraintes déterminées directement par rayonnement synchrotron (résultats présentés dans ce chapitre). La loi des mélanges semble par conséquent insuffisante pour prédire correctement les états de déformation/contrainte dans la cémentite pour ce type de matériau : la sensibilité de celle-ci à la fraction volumique de cémentite reste un paramètre clé pour la détermination des contraintes. La moindre sur/sous-estimation de celle-ci engendre automatiquement une sur/sous-estimation des contraintes dans la cémentite [(Che, 2007)]; il est montré dans nos travaux qu'une incertitude de ± 0,2 % peut engendrer jusqu'à ± 1000 MPa de contrainte. Il faut aussi préciser que le dosage de phase dans le cas des matériaux métalliques (faible fraction volumique de la seconde phase) nécessite le recours aux grands instruments (diffraction des neutrons) dont l'accès reste difficile. D'un autre coté, la loi des mélanges combinée à la DRX de laboratoire donne une estimation des contraintes en surface de l'échantillon alors que l'utilisation du rayonnement synchrotron permet d'étudier les contraintes dans toute l'épaisseur de l'échantillon analysé. Cela peut influencer les contraintes déterminées par les deux méthodes.

Il existe, d'autres outils qui permettent de prédire les niveaux maximaux de contrainte atteints dans la cémentite, comme le modèle Mori-Tanaka/autocohérent développé par Pesci et al. [(Pesci, 2009)], qui prend en compte la microstructure à deux échelle. Nous avons aussi vu le modèle développé par Taupin et al. [(Taupin, 2010)] dans le cadre l'ANR CAT SIZE, avec prise en compte de l'effet de taille de particules et de l'existence d'une couche autour de

chacune d'elles (couche avec des propriétés mécaniques bien particulières : densité de dislocations géométriquement nécessaires). Ces deux modèles font l'hypothèse que le comportement de la cémentite reste purement élastique et présentent la capacité de reproduire les résultats expérimentaux des deux phases.

Même si le choix de l'approche numérique s'est avéré judicieux, les codes de calculs utilisés ont été appliqués seulement à l'acier 2C40. Des simulations complémentaires sont donc nécessaires afin de bien comprendre le comportement des deux phases de l'acier 16MND5 et notamment la cémentite. Aussi, de futures analyses effectuées à basse température (-150 °C) sur l'acier de cuve montreront si la tendance des résultats reste la même sous l'effet de la température.

| Chapitre | V | : Analy | vse des | propriétés | mécaniqu | es locales | par nanoindentation |
|----------|---|-----------|----------|------------|-----------|-------------|---------------------|
| Chapha | • | · 1 Milui | y be acb | proprietos | mocumingu | ios rocuros | pai mamomacmanom |

V. Analyse des propriétés mécaniques locales par nanoindentation

Sommaire

| V. Analyse des propriétés mécaniques locales par nanoindentation | 139 |
|--|-----|
| Introduction | 141 |
| V.1. Etude préliminaire sur l'acier 16MND5 | 142 |
| V.2. Approche à très faible charge (F_{max} =300 μN) | 145 |
| V.2.1 Résultats obtenus sur l'acier 2C40 | 146 |
| V.2.2 Résultats obtenus sur l'acier 16MND5 | 156 |
| V.3. Discussion. | 158 |

Introduction

Dans le chapitre précédent, l'utilisation du rayonnement synchrotron nous a permis de suivre « directement » le comportement de la cémentite sous chargement mécanique, malgré sa faible fraction volumique dans les aciers bainitiques.

Dans cette même approche, les travaux de nanoindentation présentés dans ce chapitre ont été entrepris pour déterminer la dureté et le module d'Young des particules de cémentite présentes dans les matériaux de l'étude. Pour cela, nous avons testé une large gamme de charge d'indentation allant de 100 mN à 300 µN. Nous avons commencé nos essais par des applications sur l'acier16MND5, mais l'évolution des travaux nous a amenés à travailler principalement sur l'acier 2C40.

V.1. Etude préliminaire sur l'acier 16MND5

L'application de la nanoindentation à l'acier de cuve a pour but de déterminer les propriétés mécaniques locales de chacune des deux phases, ferrite et cémentite. Afin de sonder la microstructure et compte-tenu de la taille des carbures présents dans cet acier, plusieurs forces appartenant au domaine [5 mN - 100 mN] ont ainsi été appliquées afin de déterminer notamment la charge adaptée pour caractériser le comportement des inclusions de cémentite. Quatre mesures ont été systématiquement effectuées pour une même charge.

Comme présenté au chapitre II, le déplacement h_c dans la matière varie en fonction de la charge appliquée. La dureté mesurée pour chaque charge est tracée en fonction du déplacement atteint lors de l'essai ; les résultats obtenus sont présentés dans la figure V-1.

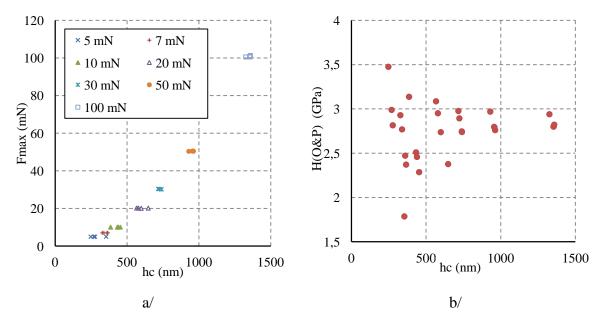


Figure V-1. Dureté de l'acier 16MND5 - a/ Variation du déplacement h_c en fonction de la charge maximale F_{max} appliquée - b/ Variation de la dureté en fonction du déplacement h_c

Le déplacement de l'indenteur dans la matière augmente avec la force appliquée (figure V-1-a) : la valeur la plus faible (h_c =250 nm) est enregistrée pour une charge de 5 mN et la valeur maximale (h_c =1300 nm) correspond à 100 mN.

A travers la gamme de charge testée, on observe que les duretés les plus grandes sont enregistrées pour les plus faibles charges (figure V-1-b) alors que les duretés les plus faibles correspondent aux charges les plus élevées. La nanodureté baisse avec l'augmentation du déplacement de l'indenteur dans la matière ou la charge appliquée, ce qui implique que la

surface de l'échantillon est plus dure que son cœur : ce comportement est habituel et est désigné dans la littérature par l'effet ISE (Indentation Size Effect) ou l'effet de la gamme de charge [(Voyiadjis, 2009)].

Les duretés mesurées pour des charges identiques présentent une hétérogénéité qui se traduit par une dispersion des résultats. Cette hétérogénéité est plus marquée pour les charges inférieures à 20 mN, mais semble s'atténuer avec l'augmentation de la charge appliquée et finit par converger vers une dureté macroscopique pour les plus hautes charges. Quand la charge F_{max} est de 100 mN, nos résultats donnent une nanodureté de l'ordre de 2,6 GPa. Cette valeur est proche de la dureté Vickers de l'acier de cuve (HV=300) présenté dans les travaux de Sekfali [(Sekfali, 2004)] : quand le déplacement de l'indenteur converge vers une valeur h_c de l'ordre de la taille de plusieurs grains, la dureté mesurée est plus proche du comportement global de l'acier. C'est aussi pour cette raison que les mesures se stabilisent et semblent plus homogènes vers les hautes charges (50 mN et 100 mN), en comparaison avec celles effectuées aux faibles charges (5 mN et 7 mN).

Le tableau V-1 donne les 4 valeurs de la dureté et du déplacement h_c obtenus pour la plus faible charge appliquée (F_{max}=5 mN). Les différentes mesures enregistrées donnent des valeurs qui passent du simple au double.

| / | h _c [nm] | H(O&P) [GPa] | E [GPa] |
|---------|---------------------|--------------|---------|
| Point 1 | 276 | 2,81 | 225 |
| Point 2 | 246 | 3,47 | 245 |
| Point 3 | 268 | 2,98 | 211 |
| Point 4 | 353 | 1,78 | 164 |

| Moyenne | 286 | 2,76 | 211 |
|---------|-----|------|-----|

Tableau V-1. Dureté et déplacement h_c obtenus avec une charge F_{max} =5 mN - acier 16MND5

La figure V-2 a été réalisée à l'aide du microscope appareillé à l'indenteur, les détails des empreintes laissées par l'indenteur se mêlent à ceux de la microstructure de l'acier de cuve, leur observation est délicate. Considérons l'examen optique d'une empreinte obtenue à cette même charge (F_{max} =5 mN).

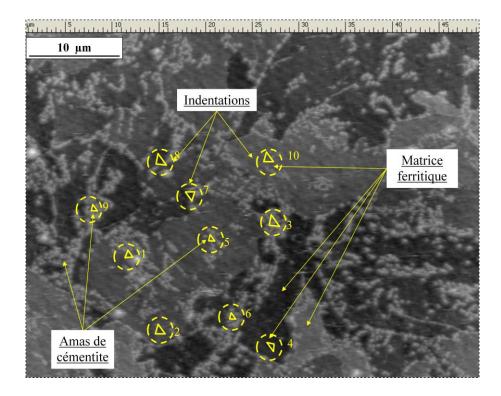


Figure V-2. Mise en évidence des amas de cémentite, de la matrice ferritique et des empreintes obtenues avec une charge F_{max} =5 mN - acier 16MND5

Le volume sondé sous l'indenteur est équivalent à la surface que l'indenteur occupe lors de l'essai multiplié par la profondeur de pénétration dans l'acier [(csm-Instrument, 2009)] : sur la figure V-2, la taille de l'empreinte est de l'ordre de $1x1~\mu m^2$ et le déplacement h_c moyen dans la matière est de 290 nm. Le volume sous l'indenteur est de l'ordre de 290.10⁻³ μm^3 . Sachant qu'en nanoindentation, le volume total affecté lors d'un essai est équivalent à cinq fois le volume sous l'indenteur, ce volume affecté est donc voisin de $1,5~\mu m^3$, cette observation montre ainsi qu'une charge de 5 mN est inadaptée pour l'analyse des carbures présents dans l'acier de cuve, leur volume moyen est de l'ordre de $1,5.10^{-3}~\mu m^3$ (D_{moy} =140 nm). Par conséquent, il n'est pas possible de dissocier la contribution de chacune des phases dans les mesures effectuées : les valeurs obtenues suite aux essais correspondent à une réponse moyenne des deux phases.

A travers ces résultats, nous avons conclu qu'il est essentiel d'appliquer des charges beaucoup plus faibles que 5 mN afin de déterminer les propriétés de la cémentite. Une approche à 300 μ N a été ainsi choisie : cette gamme se situe aux limites de la machine (nanoindenteur). Les essais exécutés avec une charge inférieure à 300 μ N n'ont pu être

considérés car les courbes force-déplacement enregistrées présentent beaucoup d'irrégularités. Nous avons décidé de travailler dans un premier temps sur l'acier 2C40 car il contient des carbures de taille plus importante : de l'ordre de 700 nm contre 140 nm pour l'acier 16MND5.

V.2. Approche à très faible charge (F_{max} =300 μ N)

Compte tenu de la précision en translation de la platine du nanoindenteur, nous n'avons pas pu cibler directement des inclusions isolées de cémentite. Par conséquent, les indentations ont été effectuées en forme de matrice de 4x4 ou 5x5 indentations. La distance entre deux indentations successives doit être assez grande afin qu'aucune mesure n'ait une influence sur l'autre. L'espacement choisi dans nos essais est de 5 µm et la taille des empreintes est de l'ordre de 0,5 µm². Avant de réaliser les mesures, on utilise des indentations réalisées à forte charge afin de repérer et limiter la zone à analyser (indentations repères).

Pour une meilleure estimation de l'aire de contact, la charge est appliquée en trois cycles de charge-décharge successifs : 75 μ N suivie d'une décharge, 150 μ N suivie d'une décharge et enfin 300 μ N suivie d'une décharge.

Pour l'approche à faible charge, le microscope optique ne permettant pas une résolution de la microstructure, les indentations ont été associées à des cartographies AFM (microscope à force atomique) afin de déterminer la nature de chaque zone indentée. L'intégrité de la démarche expérimentale ainsi que les détails du calcul de la nanodureté par le modèle d'Oliver et Pharr ont été présentés dans le chapitre II.

Les mesures présentées dans le paragraphe ci-dessous sont données à titre indicatif. Une étude statistique plus large est nécessaire pour une confirmation des valeurs. Nous avons donc choisi de les normaliser avant de les présenter :

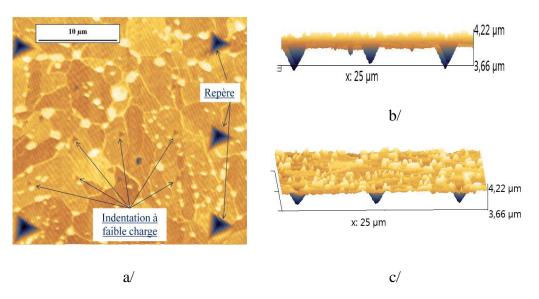
- \rightarrow le module d'Young obtenu par nanoindentation est normalisé selon le module d'Young des aciers bainitiques (E=210 GPa) et est noté E_N dans nos résultats comme
- → la nanodureté mesurée a été normalisée selon la dureté Vickers de l'acier convertie en dureté H(O&P), selon l'équation V.1 [(csm-Instrument, 2009)], soit 2,6 GPa, et est indiquée dans nos résultats par H(O&P)_N

$$HV = H(0&P)/10,80$$
 (V.1)

Il est à noter que les cartographies AFM des zones indentées n'ont révélé aucun phénomène de bourrelet (pile-up) dans la phase ferritique, pouvant introduire des erreurs sur l'estimation de l'aire de contact et par conséquent dans la dureté mesurée [(Delqué, 2007)].

V.2.1 Résultats obtenus sur l'acier 2C40

La figure V-3 montre l'une des cartographies AFM réalisées sur une zone de l'acier 2C40 après indentation : les cartographies sont traitées à l'aide du logiciel ImagePlus. L'outil permet d'obtenir une topographie de la surface de l'échantillon (figure V-3-b) et de s'assurer de sa planéité pour une bonne estimation des duretés. Les cartographies donnent des informations microstructurales en surface de l'échantillon ; l'existence d'un carbure ou d'un joint de grains en dessous de l'empreinte ne peut malheureusement être vérifiée.



V-3. a/ Micrographie AFM réalisée sur l'acier 2C40 - b/ Planéité de la zone indentée - c/ Topographie et relief de l'acier 2C40

À fort grossissement, on aperçoit sur les cartographies les empreintes laissées par l'indenteur. Il s'avère difficile de retrouver les empreintes réalisées à faible charge au milieu des détails microstructuraux sans les indentations repères.

Après examen, parmi les 54 indentations effectuées à faible charge dans l'acier 2C40, seules 39 sont exploitables : d'une part, l'application des faibles charges est délicate et d'autre part il est connu que les hétérogénéités microstructurales des aciers polyphasés (interaction de deux phases) sont difficilement prises en compte par le modèle d'Oliver et Pharr.

Parmi les mesures exploitables, 28 indentations sont situées dans des zones purement ferritiques (la mesure est effectuée dans un grain ferritique), 5 indentations sont situées au niveau de zones mixtes composées de ferrite et de cémentite qui ne nous permettent pas de tirer des conclusions sur les propriétés de l'interaction ferrite/cémentite et 6 indentations sont situées dans des carbures isolés. Nous présenterons tout d'abord les résultats obtenus dans la ferrite puis les 6 indentations que nous avons pu effectuer dans des carbures isolés.

a) Dureté de la ferrite

La complexité de la microstructure engendre une dispersion importante des résultats, particulièrement quand il s'agit de mesures aussi locales; les résultats sont à prendre avec précaution car la présence des inclusions, joints de grains, différentes orientations cristallographiques peut les influencer [(Maier, 2002)]. La figure V-4 présente l'une des courbes force-déplacement enregistrées dans une zone ferritique.

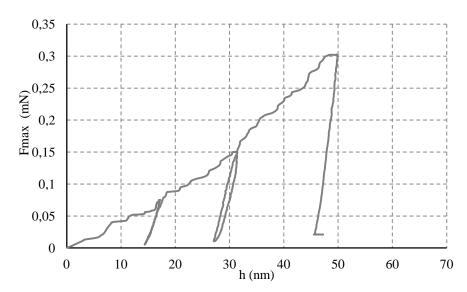


Figure V-4. Courbe force-déplacement enregistrée pour une indentation effectuée dans une zone ferritique - acier 2C40

Le tableau V-2 donne l'ensemble des mesures effectuées dans la ferrite ainsi que les valeurs moyennes de dureté et de module d'Young enregistrées pour l'acier 2C40. Le nanoindenteur ne fournissant aucune indication sur l'incertitude de mesure, nous avons par conséquent

considéré l'écart-type estimé pour plusieurs mesures effectuées dans une même entité microstructurale (ferrite).

| Indentation n° | h _c [nm] | E_{N} | $H(0\&P)_N$ | Indentation n° | h _c [nm] | E_N | $H(0\&P)_N$ |
|----------------|---------------------|---------|-------------|----------------|---------------------|-------|-------------|
| 4 | 79,7 | 0,5 | 0,7 | 30 | 49,3 | 2,2 | 1,7 |
| 5 | 62,1 | 2,2 | 1,1 | 31 | 39,3 | 1,4 | 2,8 |
| 9 | 49,9 | 1,8 | 1,7 | 33 | 59,4 | 1,0 | 1,2 |
| 10 | 45,6 | 0,9 | 2,2 | 37 | 49,3 | 1,4 | 1,7 |
| 11 | 43,9 | 2,4 | 2,1 | 38 | 46,4 | 1,9 | 1,9 |
| 12 | 44,8 | 2,4 | 2,0 | 39 | 56,8 | 1,1 | 1,3 |
| 13 | 64,8 | 2,0 | 1,0 | 40 | 47,7 | 0,8 | 1,4 |
| 19 | 51,7 | 0,8 | 1,7 | 41 | 47,7 | 1,2 | 1,9 |
| 20 | 68,8 | 2,3 | 0,9 | 43 | 59,6 | 1,1 | 1,2 |
| 21 | 54,7 | 1,8 | 1,4 | 44 | 48,7 | 1,5 | 1,8 |
| 22 | 58,1 | 1,8 | 1,2 | 45 | 54,8 | 1,4 | 1,4 |
| 24 | 43,6 | 1,0 | 2,4 | 46 | 45,0 | 1,5 | 1,9 |
| 27 | 47,2 | 2,1 | 1,9 | 48 | 44,8 | 1,4 | 1,9 |
| 28 | 56,2 | 1,1 | 1,4 | 50 | 53,6 | 1,1 | 1,4 |

| Acier 2C40 | h _c [nm] | E _N | $H(0\&P)_N$ |
|----------------|---------------------|----------------|---------------|
| Valeur moyenne | 54 ± 9 | $1,5 \pm 0,5$ | $1,5 \pm 0,4$ |

Tableau V-2. Résultats des essais de nanoindentation dans la ferrite - acier 2C40

Pour une de force de 300 μ N, le déplacement h_c ne dépasse pas 80 nm : cela confirme que la profondeur sondée est inférieure à la taille moyenne des inclusions de cémentite présentes dans l'acier 2C40 (D_{moy} =700 nm) et que le choix de cette faible charge est justifié. On observe pour un même échantillon que le déplacement h_c varie entre les différentes zones purement ferritiques.

La dispersion des résultats est importante rendant ainsi leur analyse délicate. En plus de l'effet ISE et des hétérogénéités de la microstructure, les valeurs de nanodureté $H(0\&P)_N$ et du module d'Young E_N sont fortement influencées par d'autres facteurs dont la géométrie de

la pointe de l'indenteur et la déformation qu'elle peut subir suite aux concentrations de contrainte à son niveau.

En pratique l'indenteur parfait est impossible à usiner, dans ce cas la dérive dans la l'estimation de l'aire projetée peut être liée à la forme arrondie de la pointe de l'indenteur Berkovich qui engendre une erreur dans l'estimation du paramètre h_c. L'erreur peut s'étendre de 6 nm jusqu'à 28 nm selon les travaux de Gong et al. [(Gong, 2004)]. Pour nos essais et après calibration, le défaut de pointe a été estimé à 20 nm, soit une erreur de 30 % par rapport aux déplacements h_c relevés au niveau des volumes sondés dans nos travaux. Les auteurs Gong et al. [(Gong, 2004)] ont aussi montré que la géométrie de la pointe de l'indenteur n'est pas le seul paramètre dont dépend la nanodureté. Lors des indentations, il subsiste une déformation plastique de l'indenteur engendrée par une localisation des contraintes au niveau de la pointe. Ce phénomène accentue la difficulté de déterminer les propriétés des matériaux étudiés. L'état de la surface de l'échantillon après polissage et attaque chimique peut aussi influencer la mesure de la nanodureté [(Oliver, 1992)]. Comme le montre la figure V-5, le carbure présente un relief par rapport à la matrice ferritique formant ainsi une rugosité à la surface de l'échantillon; cela influence forcément les mesures.

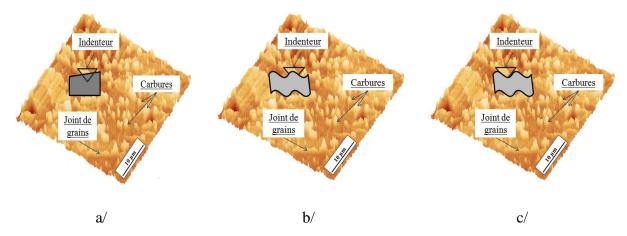


Figure V-5. Relief de la zone mixte - a/ Manque de planéité - b/ indentation d'une zone en bosse - c/ Indentation d'une zone en creux

Considérons le cas d'un manque de planéité de la zone indentée (figure V-5-a) ou le cas d'une indentation effectuée au niveau d'une bosse (figure V-5-b) ou encore un creux (figure V-5-c) formé(e) par la présence des carbures. Même si les charges appliquées sont identiques, à chaque cas correspond une aire projetée différente et par conséquent un déplacement h_c

différent qui induit une dispersion des résultats de dureté et de module d'Young [(Bouzakis, 2003)].

D'autre part, le relief engendré par la microstructure (cémentite, joint de grains) altère le repère surfacique désigné par l'indenteur lors des calibrations nécessaires à l'essai, engendrant ainsi des difficultés supplémentaires pour l'estimation de h_c .

Nos investigations sur le comportement de l'acier 2C40 nous ont également permis d'observer la compétition de certains phénomènes caractéristiques dont la dureté des grains adjacents et l'effet du joint de grains sur la dureté. Toutefois, il ne s'agit que de mesures préliminaires qui ne nous permettent pas d'en tirer des conclusions définitives.

Dureté des grains adjacents

L'acier 2C40 présente une taille de grain réduite qui nous a facilité l'étude de la dureté de plusieurs grains adjacents. La figure V-6 montre les nanoduretés $H(0\&P)_N$ et les modules d'Young E_N déterminés pour différents grains ferritiques avoisinants. Afin de limiter l'influence du joint de grains, nous avons considéré uniquement les mesures relativement éloignées de ce dernier.

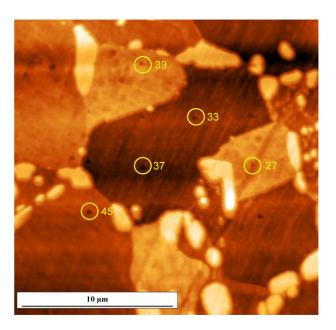


Figure V-6. Indentations réalisées dans plusieurs grains adjacents - acier 2C40

| Indentation | n° 27 | n° 33 | n° 37 | n° 39 | n° 45 |
|----------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $H(0\&P)_N$ | 1,9 | 1,2 | 1,7 | 1,3 | 1,4 |
| E _N | 2,1 | 1,0 | 1,4 | 1,1 | 1,4 |

Tableau V-3. Caractéristiques de plusieurs grains adjacents - acier 2C40

Les valeurs de dureté varient d'un grain à l'autre de 1,2 à 1,9 ; l'écart-type est de \pm 0,4 (tableau V-3). La variation ne semble pas en rapport avec la taille du grain, puisque les duretés des points 45 et 39 sont proches alors que la taille du grain 45 est plus importante que celle du grain 39. Cette observation s'applique aussi aux indentations relatives aux points 27 et 37. Toutefois, afin de mieux cerner cet effet de taille de grains, il est préférable d'observer le profil des grains en profondeur : cela peut donner une explication à la variation des mesures 33 et 37 qui appartiennent au même grain.

Le module d'Young E_N correspondant à chaque mesure semble connaître la même variation, soulignant ainsi l'hétérogénéité des matériaux polycristallins qui a fait l'objet de nombreuses recherches auparavant : les grains ferritiques adjacents présentent des propriétés mécaniques différentes qui dépendent de l'orientation cristallographique de chaque grain même s'ils appartiennent à la même phase. C'est le cas de la majorité des aciers, dont les aciers bainitiques étudiés.

Influence des joints de grains

La figure V-7 ainsi que le tableau V-4 présentent les résultats des indentations effectuées au voisinage d'un joint de grains. On peut y observer :

- → des indentations appartenant à un même grain, situées à des distances différentes par rapport au joint de grains : indentation n° 10 et 9, 12 et 16, 19 et 22, 20 et 21.
- → des indentations appartenant à deux grains différents, séparées par le joint de grains : indentation n° 30, 31 et 40.

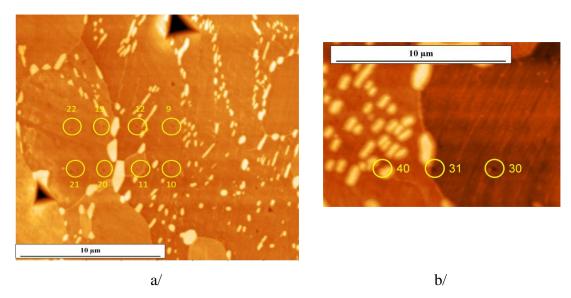


Figure V-7. Indentations réalisées dans une zone qui croise un joint de grains, acier 2C40 - a/ Zone I - b/ Zone II

| | Indentation | n° 9 | n° 10 | n° 11 | n° 12 | n° 19 | n° 20 | n° 21 | n° 22 |
|--------|---------------------|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Zone I | H(0&P) _N | 1,7 | 2,2 | 2,4 | 2,4 | 1,7 | 0,9 | 1,4 | 1,2 |
| | E_{N} | 1,8 | 0,9 | 2,1 | 2,0 | 0,8 | 2,3 | 1,8 | 1,8 |

| | Indentation | n° 30 | n° 31 | n° 40 |
|---------|---------------------|-------|-------|-------|
| Zone II | H(0&P) _N | 1,7 | 2,8 | 1,4 |
| | E _N | 2,2 | 1,4 | 0,8 |

Tableau V-4. Analyses effectuées dans d'une zone qui croise un joint de grains - acier 2C40

La dureté diminue lorsqu'on s'éloigne du joint de grains. Cette observation est valable pour le point 12 situé au plus près du joint de grains en comparaison avec le point 9, qui appartiennent au même grain (figure V-7-a). C'est aussi le cas pour les points 19 et 22, 11 et 10. Ce comportement n'est pas « systématique » comme le montrent les points 20 et 21, car il subsiste dans l'acier une superposition des phénomènes microstructuraux dont l'orientation cristallographique, l'effet du joint de grains, la présence de carbures proches de la zone indentée...etc.

La figure V-7-b illustre un autre cas d'effet du joint de grains : les points 40 et 30 appartiennent à deux grains différents et présentent des nanoduretés différentes. Il faut cependant faire remarquer que la mesure 40 est très proche d'un carbure et a pu être influencée par les propriétés de ce dernier. Le point 31 est proche au joint de grains et il présente une nanodureté supérieure à celles des deux points 40 et 30.

Nous n'arrivons pas à expliquer l'évolution des valeurs du module d'Young E_N qui ne suivent pas la tendance des duretés $H(0\&P)_N$. En général, une grande dispersion des valeurs est observée, mais les valeurs de E_N les plus élevées semblent correspondre à des mesures effectuées dans des zones 100 % ferritiques et relativement éloignées des joints de grains : indentations 9, 11, 20 et 30. De la même façon, les valeurs de E_N les plus faibles peuvent être attribuées à des zones ferritiques proches du joint de grains (indentation 19 et 40). La valeur de E_N pour l'indentation 31 est intermédiaire et se situe entre les deux catégories.

b) Dureté des inclusions de cémentite

Comme mentionné précédemment, nous avons choisi d'examiner les carbures présents dans l'acier 2C40, car ils présentent une taille plus avantageuse offrant plus de chance de cibler uniquement une inclusion de cémentite isolée. Cependant, ces essais s'avèrent assez difficiles à mener. Parmi les 54 indentations effectuées, seules 6 correspondent à des carbures isolés et les résultats obtenus soulignent deux observations importantes :

Observation n° 1

Nous avons examiné les zones indentées une à une. La figure V-8-a montre une cartographie AFM d'un carbure isolé sur lequel on a pu effectuer une indentation. On y trouve également la courbe force-déplacement relative à ce point (indentation n° 34).

La taille du carbure est de 2 à 3 μ m : il s'agit ici de l'un des plus gros carbures présents dans la microstructure de l'acier 2C40. L'indentation est faite près de son bord et donne une valeur de dureté $H(0\&P)_N=2,1$. L'allure de la courbes force-déplacement enregistrée pour cette indentation est perturbée et irrégulière en comparaison avec les autres courbes ; par conséquent, nous n'avons pas pu valider la mesure.

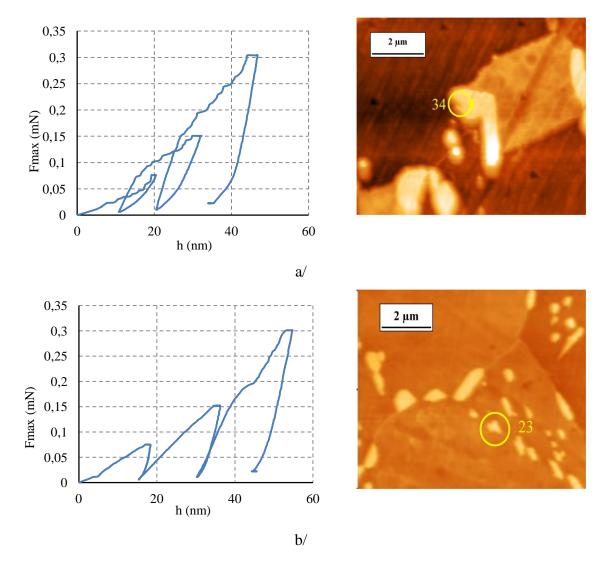


Figure V-8. Indentation effectuée sur des carbures isolés présents dans l'acier 2C40 - a/ Mesure réalisée au bord du carbure - b/ Mesure réalisée dans un carbure de petite taille

De la même façon, nous n'avons pas pris en considération les mesures (3 indentations) effectuées dans des carbures isolés, présentant une taille inférieure à la taille moyenne des carbures présents dans l'acier 2C40 (figure V-8-b) et donnant lieu à des duretés inférieures ou égales à la dureté de la matrice ferritique.

Observation n° 2

Les mesures effectuées sur des carbures isolés font ressortir, en particulier, deux indentations : n° 52 et 42 (figure V-9). Sur les courbes force-déplacement, on peut constater

que la pente en décharge est très raide, traduisant l'élasticité du carbure [(csm-Instrument, 2011)]. On observe aussi que les déplacements h_c sont moins importants que pour la ferrite.

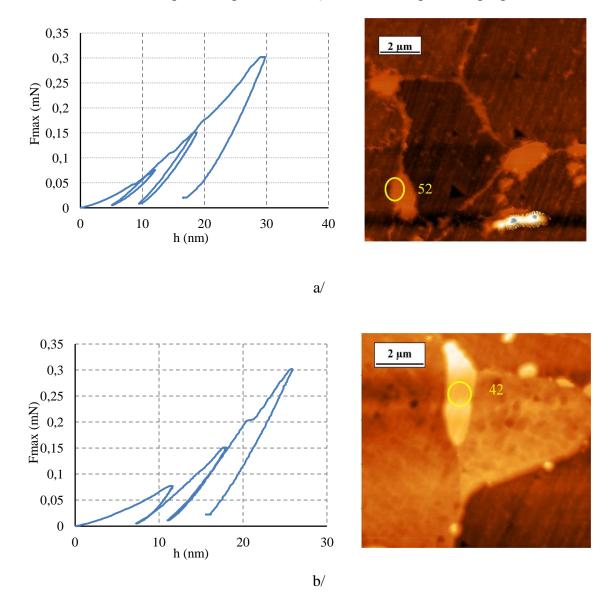


Figure V-9. Indentations réalisées dans deux carbures isolés, acier 2C40 - a/ Indentation n° 52 - b/ Indentation n° 42

Le tableau V-5 donne les résultats des mesures effectuées dans ces carbures. Comme attendu, la cémentite présente une dureté plus importante que la ferrite ; elle se situe entre 5,3 et 7,7. Cependant, le nombre d'essais reste statistiquement insuffisant pour confirmer la mesure, d'autant plus que les indentations montrent une dispersion non négligeable. Cependant, les courbes force-déplacement enregistrées sont assez régulières pour une si faible charge ($300 \, \mu N$) et donnent ainsi une validité aux mesures.

| Indentation | n° 52 | n° 42 |
|---------------------|-------|-------|
| H(0&P) _N | 5,3 | 7,7 |
| E _N | 1,0 | 1,4 |

V-5. Propriétés mesurées pour des carbures isolées - acier 2C40

Considérons à présent le module d'Young E_N déterminé pour les deux indentations. La dispersion est plus faible que les valeurs de nanodureté et la valeur moyenne est E_N =1,2 : elle reste proche du module d'Young de l'acier et conforme aux valeurs annoncées dans la littérature pour des échantillons métalliques contenant 95,5 % de cémentite [(Umemoto, 2001)].

V.2.2 Résultats obtenus sur l'acier 16MND5

La même campagne d'essais a été effectuée sur l'acier 16MND5. La figure V-10 montre l'une des cartographies AFM réalisées sur l'acier 16MND5 après indentation, on y aperçoit les empreintes laissées par l'indenteur. On observe que les tailles des empreintes sont très variables même si les charges appliquées sont identiques.

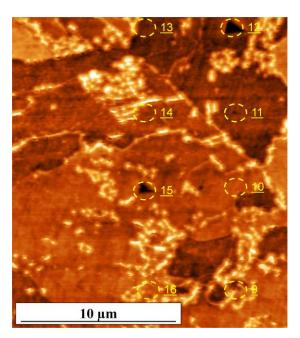


Figure V-10. Cartographie AFM réalisée sur une zone indentée - acier 16MND5

Les résultats soulignent une fois de plus la difficulté de sonder les inclusions de cémentite présentes dans l'acier 16MND5. Sur les 30 mesures effectuées seules 13 sont exploitables ; elles sont réalisées dans la ferrite. Aucune indentation n'a pu être effectuée dans un carbure isolé. La figure V-11montre l'une des courbes force-déplacement enregistrées pour l'acier et le tableau V-6 donne les grandeurs moyennes issues des essais.

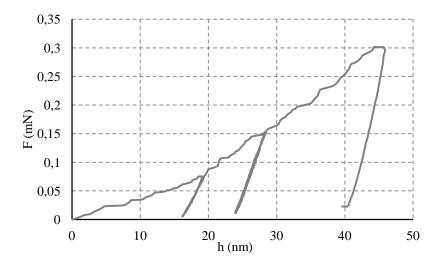


Figure V-11. Courbe force-déplacement enregistrée pour une zone ferritique - acier 16MND5

| Acier 16MND5 | h _c [nm] | E _N | H(0&P) _N |
|----------------|---------------------|----------------|---------------------|
| Valeur moyenne | 54 ± 10 | $1,3 \pm 0,6$ | $1,6 \pm 0,7$ |

Tableau V-6. Résultats des essais de nanoindentation - acier 16MND5

Une comparaison des résultats de dureté moyennée obtenus pour les deux aciers est présentée à la figure V-12 : les valeurs se rapprochent pour les deux aciers. Une bonne reproductibilité des mesures effectuées pour une même entité microstructurale (ferrite) est constatée : ce résultat confirme la pertinence des essais, encore une fois, malgré la dispersion des mesures prélevées. Par conséquent, les résultats des essais nous permettent d'attribuer une valeur de dureté $H(0\&P)_N$ à la ferrite proche de 1,5 avec une incertitude de mesure de \pm 0,6.

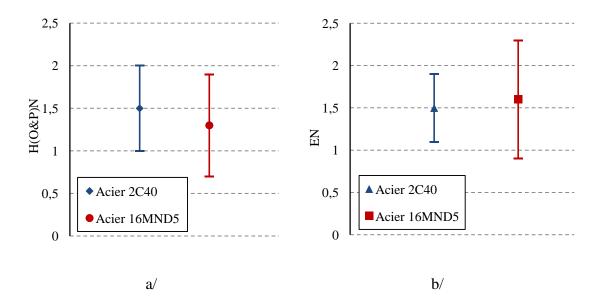


Figure V-12. Propriétés moyennes obtenues dans la ferrite des aciers 16MND5 et 2C40 - a/ Nanodureté - b/ Module d'Young

Les modules d'Young E_N mesurés pour la ferrite sont de 1,3 pour l'acier 16MND5 et 1,5 pour l'acier 2C40. Sachant qu'il s'agit de deux aciers ferritiques de composition chimique proche, ces valeurs restent comparables, aux incertitudes près. Elles sont toutefois supérieures à la dureté de la ferrite, E_N =1.

V.3. Discussion

La nanoindentation instrumentée permet d'obtenir la dureté et le module d'Young d'un matériau en utilisant la courbe charge-déplacement. Le modèle d'Oliver et Pharr a apporté à la technique principalement une solution pour l'estimation de l'aire de contact dans le cas d'un indenteur Berkovich et une application à des métaux purs caractérisés par une forte rigidité [(Oliver, 1992)]. Il faut aussi rappeler qu'actuellement tous les nanoindenteurs sont équipés d'un module de calcul qui considère le modèle d'Oliver et Pharr. Parmi les phénomènes que ce modèle ne prend pas en considération, il y a l'interaction entre deux phases dans un même matériau, quand la mesure est effectuée dans une zone hétérogène composée de deux phases, l'une dure et l'autre molle (cas d'une zone ferritique contenant des précipités de cémentite).

Les analyses menées sur l'acier 16MND5 pour des charges choisies entre 5 mN et 100 mN ne nous ont pas permis d'attribuer des propriétés locales à chaque phase. Elles ont donné lieu

à des propriétés cohérentes avec les propriétés macroscopiques de l'acier de cuve. Il est habituel, à faible charge, d'observer une dispersion des mesures de dureté, comme présenté dans les résultats. La dispersion peut être liée aux hétérogénéités microstructurales engendrées par le comportement de chaque phase. A cet effet, les auteurs Délincé et al. [(Délincé, 2006)] et Saha et al. [(Saha, 2002)] conseillent de moyenner plusieurs mesures pour une même charge et une même phase.

Considérons à présent les résultats des essais effectués à plus faible charge (300 μ N). Les duretés obtenues pour la phase ferritique semblent comparables dans les deux aciers : la dureté $H(0\&P)_N$ de l'acier 16MND5 est 1,6 \pm 0,7 et celle de l'acier 2C40 est 1,5 \pm 0,4. De plus, même si la dispersion semble élevée avec un écart-type de 30 %, la reproductibilité des valeurs garantit la validité des mesures.

Les travaux de nanoindentation dédiés aux aciers biphasés ne sont pas nombreux dans la littérature, d'autant plus quand il s'agit de si faibles charges. Nos nanoduretés mesurées dans la ferrite restent plus élevées que les valeurs obtenues par d'autres auteurs : pour une charge de 2 mN, Choi et al. [(Choi, 2001)] ont annoncé une nanodureté H(O&P)=2 alors que Maier et al. [(Maier, 2002)] ont annoncé H(O&P)=1,8. La différence dans l'élaboration des aciers ainsi que la différence des charges appliquées, dont dépend la dureté, peut expliquer la réponse dans chaque essai. Les inclusions ont pu également avoir une influence sur la dureté de la matrice ferritique : Ohmura et al. [(Ohmura, 2007)] ont observé, pour des aciers martensitiques, que l'augmentation de la densité des carbures augmente la dureté de la matrice car ces derniers réduisent la mobilité des dislocations.

Nous avons observé que les grains ferritiques mitoyens ne présentent pas la même nanodureté, phénomène qui peut être expliqué par l'orientation cristallographique propre à chaque grain. Viswanthan et al. [(Viswanathan, 2005)] ont montré que la dureté des grains adjacents peut passer du simple ou double selon la désorientation de chaque grain par rapport à l'axe de l'indenteur. Ils ont vérifié que la dureté est plus élevée quand la désorientation entre l'orientation cristalline du grain et l'axe de l'indenteur est faible. Ils expliquent ainsi que dans cette configuration, la déformation plastique de la zone sous l'indenteur nécessite le glissement de nombreux plans pour avoir lieu [(Wo, 2006)]. De même, quand la désorientation (entre le grain et l'indenteur) augmente, elle entraîne une instabilité et par conséquent la déformation de la zone sous l'indenteur nécessite moins d'effort : la dureté du grain est donc plus faible dans ce cas. Toutefois les auteurs n'ont pas précisé des plans privilégiés pour des fortes ou faibles duretés.

La ségrégation des différents éléments au niveau du joint de grains lors du procédé d'élaboration de l'acier engendre des duretés plus importantes à son niveau [(Maier, 2002)] Toutefois, quand la microstructure est complexe (forte hétérogénéité), il est possible de relever une faible dureté au niveau du joint de grains qui s'explique par quelques défauts issus de la ségrégation.

En ce qui concerne les inclusions de cémentite, la nanodureté mesurée dépend du comportement élastique et plastique des deux phases de l'acier 2C40. Lors des analyses effectuées sur les inclusions de cémentite, afin de limiter l'influence de la matrice environnante (ferrite) sur le carbure, il vaut mieux minimiser le déplacement de l'indenteur dans la matière. On peut ainsi espérer que le carbure indenté présente une taille (en profondeur) assez importante pour que la dureté mesurée lui corresponde et qu'elle n'ait pas été influencée par la matrice. A ce sujet, les auteurs Saha et al. [(Saha, 2002)], apportent beaucoup de précisions dans leurs travaux concernant les films minces déposés sur un substrat rigide. La matrice ferritique affecte la dureté du carbure car l'élasticité de ce dernier est beaucoup plus importante devant l'élasticité de la matrice. Dans ce cas, la dureté du carbure est correctement estimée si et seulement si le déplacement h_c est inférieur ou égal à 10 % de la taille du carbure. Or, l'information concernant la taille du carbure en profondeur ne peut être vérifiée par les moyens disponibles au laboratoire.

La nanodureté mesurée pour la cémentite, sur les deux carbures isolés sont 5,3 et 7,7, soit une dureté trois à cinq fois plus importante que la dureté de la ferrite, $H(0\&P)_N=1,6$. Ces résultats confirment que le carbure est plus dur que la ferrite. Dans la littérature, les seuls travaux relativement comparables aux nôtres sont ceux de Fernandez-Vicente et al. [(Fernandez-Vicente, 2008)]. Les auteurs ont déterminé une nanodureté de l'ordre de 12 à 13 GPa dans des inclusions de cémentite de grande taille (250 μ m de diamètre). Soit une valeur équivalant à $H(0\&P)_N$ de 4,6 à 5. Toutefois, Umemoto et al. [(Umemoto, 2001)] ont estimé la dureté Vickers d'un polycristal de cémentite à 10 GPa. Si l'on convertit et normalise cette valeur, on aboutit à un $H(0\&P)_N=40$, soit une valeur plus importante que la dureté mesurée lors de nos essais.

Le module d'Young de la cémentite déterminé lors de cette campagne d'essais, et qui varie entre 1 et 1,4 reste comparable à ceux annoncées dans la littérature : les auteurs Fernandez-Vicente et al. [(Fernandez-Vicente, 2008)] ont estimé que le module d'Young de la cémentite varie entre 250 et 270 GPa, soit une valeur E_N qui varie entre 1,2 et 1,3. Sachant que le module d'Young déterminé par nanoindentation est toujours influencé par le substrat (la

matrice), car le comportement élastique de la zone indentée n'est jamais confiné à la première couche [(Saha, 2002)], les différents modules d'Young déterminés restent très proches dans les différentes zones (carbure et/ou ferrite). A cet effet, il est nécessaire d'effectuer plus d'essais pour confirmer les analyses.

La détermination des propriétés mécaniques de chacune des phases (ferrite, cémentite) dans le cas des aciers bainitiques est délicate, principalement pour la complexité de leur microstructure. Les duretés présentées dans ce travail peuvent paraître très variables, car elles traduisent la compétition de plusieurs phénomènes dont l'influence de la matrice sur le carbure et inversement, l'orientation cristalline de la zone indentée, la probabilité de présence d'une seconde phase (carbure, joint de grains). Il est nécessaire d'avoir plus de résultats afin d'aboutir à une tendance prépondérante qui traduit le comportement de chacune des phases individuellement.

| Conclusion générale | | |
|---------------------|--|--|
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| Conclusion générale | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |

Bilan des travaux

Ce travail est porté sur la caractérisation expérimentale multiéchelles des aciers bainitiques. Deux aciers ont été choisis pour cette étude : le premier est l'acier 16MND5 utilisé pour la conception des cuves des REP (Réacteur à Eau Pressurisée) et le second est l'acier modèle 2C40. Les deux matériaux diffèrent principalement dans la fraction volumique de cémentite présente dans chacun (2,1 % contre 5,7 %) ainsi qu'au niveau de la morphologie des carbures qu'ils contiennent, en terme de taille moyenne (0,14 µm contre 0,73 µm) et de répartition spatiale (carbures intragranulaires : 93 % contre 60 %).

Les résultats de la thèse ont contribuent à une meilleure compréhension du comportement mécanique des carbures et aux interactions ferrite/cémentite dans les aciers biphasés en apportant de nouvelles données sur la cémentite. Nous avons utilisé pour cela différentes techniques de caractérisations thermomécaniques, mais l'originalité de nos travaux demeure dans la combinaison des essais de traction in situ conduits à différentes températures avec le rayonnement synchrotron. Nous avons également utilisé la technique de la nanoindentation instrumentée afin d'étudier les propriétés mécaniques de chaque phase individuellement.

D'un point de vue macroscopique, les campagnes d'essais de traction réalisées entre -196 °C et 22 °C sur les deux aciers de l'étude, soulignent la compétition entre la variation de la fraction volumique et celle de la taille/répartition des carbures au sein de la matrice. Nous avons constaté que l'acier 16MND5 présente des caractéristiques mécaniques (R_e et R_m) plus importantes que celles de l'acier 2C40 bien que ce dernier contient trois fois plus de cémentite. L'étude comparative entre les deux aciers a permis de discuter l'effet de la taille et de la répartition spatiale des carbures sur les propriétés mécaniques des aciers bainitiques et leur influence sur le mode de rupture à basse température.

A l'échelle pseudo-macroscopique, la répartition des contraintes in situ par phase a été réalisée à température ambiante et à -150 °C. Un intérêt particulier est donné à la contrainte maximale que la cémentite peut atteindre sous chargement. Cette analyse a été réalisée par deux approches : directe (analyse par rayonnement synchrotron) et indirecte (utilisation de la loi des mélanges).

Pour l'acier 16MND5, les résultats ont montré que la loi des mélanges surestime fortement la contrainte maximale dans la cémentite en comparaison avec les résultats obtenus par analyse directe. Pour l'acier 2C40, en considérant les incertitudes relatives à chaque approche, les contraintes maximales estimées à partir des deux méthodes sont du même ordre de

grandeur. Nous avons aussi montré que nos résultats expérimentaux convergent vers des résultats obtenus par modélisations numériques de type micro/macro [(Pesci, 2009), (Taupin, 2010)]. L'accord entre modèle et expérience confirme le choix judicieux des hypothèses posées pour la détermination des contraintes lors de nos travaux expérimentaux et la tendance de nos résultats montrent que la contrainte dans la cémentite ne dépasse pas 2000 MPa à température ambiante pour les deux aciers, alors qu'elle est de l'ordre de 2500 MPa à basse température (-150 °C).

Au final, nous concluons que la loi des mélanges reste un outil commode pour décrire la répartition des contraintes par phase. Toutefois, elle s'avère insuffisante quand la microstructure se complexifie car elle ne prend pas en considération la morphologique de la seconde phase (taille et répartition des carbures) et elle dépend fortement de la précision avec laquelle la fraction volumique de la cémentite est déterminée : une incertitude de \pm 0,2 % peut induire une variation de contrainte de \pm 1000 MPa.

L'évolution des pics de diffraction de la cémentite sous chargement ont montré que le comportement de cette phase est étroitement lié à la morphologie des inclusions. Les pics de diffraction issus de cette phase présentent une largeur constante pour l'acier de cuve. Pour l'acier 2C40, les pics présentent un élargissement qui peut traduire une hétérogénéité des déformations et/ou une activité plastique. L'élargissement des pics peut aussi être lié à une anisotropie élastique et plastique générée à l'interface ferrite/cémentite. Ces phénomènes ont pu avoir lieu de manière successive ou simultanée mais nos analyses n'ont pas permis d'identifier la contribution de chacun. Il est cependant important de faire remarquer qu'aucun carbure déformé, décollé ou endommagé n'a pu été observé. Plus globalement, ces résultats ont souligné que le comportement de la cémentite dépend non seulement de la taille et de la répartition des carbures, mais aussi de l'influence de la matrice ferritique environnante.

La première campagne d'essais en nanoindentation instrumentée visait à estimer la faisabilité de telles mesures dans le cas des aciers bainitiques. L'application à l'acier 16MND5 a montré que les limites de la technique ne sont pas encore adaptées à une microstructure aussi complexe et aussi fine que celle de l'acier de cuve : le volume sondé sous l'indenteur est beaucoup plus grand que la taille des carbures présents dans l'acier 16MND5. Par contre, l'application à l'acier 2C40 a été très encourageante. La tendance des résultats a confirmé que la dureté du carbure est 2 à 3 fois plus importante que la dureté de la matrice

ferritique. Toutefois, il est nécessaire d'avoir recours à l'application de charges extrêmement faibles pour pouvoir confirmer cette tendance.

Perspectives

Lors de nos travaux, le comportement des aciers de l'étude a été analysé uniquement pendant la déformation macroscopique plastique, le but étant de déterminer la contrainte maximale que la cémentite peut atteindre. Sachant que l'interprétation précise des données enregistrées requiert la connaissance du module d'Young relatif à chaque phase, les résultats ont souligné la nécessité de mesurer les déformations élastiques dès le début du chargement (dans le domaine élastique). D'une part, les hétérogénéités par plan seront mises en évidence, et d'autre part les rigidités E de différentes familles de plans {hkl} pourront êtres déterminées. Une contribution à la compréhension de l'anisotropie par plan dans la cémentite pourra être apportée. Cette démarche exige l'utilisation du rayonnement synchrotron mais d'autres méthodes peuvent être envisagées pour la détermination des déformations élastiques dans la cémentite, telles que la microdiffraction Kossel. Cependant, vu les limites de la technique liées à la taille minimale du volume analysé (de l'ordre de 2 µm³), il faudra dans un premier temps se focaliser sur des aciers modèles caractérisés par des tailles de carbure de l'ordre de la résolution de la technique voire plus grandes.

Il faudra également envisager d'autres essais in situ à -150 °C, en particulier sur l'acier de cuve, afin de déterminer le comportement de la cémentite à cette température et pouvoir comparer les deux aciers étudiés. De la même façon, la reproduction des résultats obtenus par rayonnement synchrotron peut être envisagée : la brièveté des temps de faisceau qui nous ont été alloués à l'ESRF ne nous ont pas permis de reproduire les essais afin d'avoir une bonne statistique.

En considérant l'aspect descriptif et non pas statistique, l'ébauche présentée dans le domaine de la nanoindentation est prometteuse. La démarche adoptée dans nos travaux expérimentaux (scan AFM réalisés avant et après indentation) est bénéfique. Toutefois, elle a nécessité l'application de très faibles charges (300 µN). Il est possible ainsi de sonder des profondeurs de l'ordre de la taille des carbures voire plus inferieures. Une étude statistique doit être envisagée pour confirmer la tendance de nos résultats. Puisqu'il s'agit d'analyses

locales, il est aussi important d'associer à ces études l'utilisation de l'EBSD afin de pouvoir déduire l'effet de l'orientation cristallographique sur les mesures.

La base de données construite autour du comportement de l'acier de cuve et notamment les résultats obtenus sur les carbures à différentes températures pourront apporter des améliorations à la modélisation polycristalline. Aussi, afin de mieux simuler et prédire le comportement des aciers de l'étude, la représentation de la microstructure dans le modèle micromécanique avec transition d'échelle peut être amélioré en considérant deux populations de cémentite, notamment pour l'acier 2C40. La prédiction du comportement des aciers bainitiques sera ainsi améliorée.

Références bibliographiques

(Bacon, 2005) - D.J. Bacon et Yu.N. Osetsky: Modelling dislocation-obstacle interactions in metals exposed to an irradiation environment. Materials Science and Engineering. Vol. 400 - 401, pp. 353 - 361 (2005).

(Baltazar-Hernandez, 2010) - V. Baltazar-Hernandez, S.K. Panda, M.L. Kuntz et Y. Zhou: Nanoindentation and microstructure analysis of resistance spot welded dual phase steel. Materials. Letters. Vol. 64, pp. 207 - 210 (2010).

(Belassel, 1994) - M. Belassel : Etude de la distribution des contraintes d'ordre I et II par diffraction des rayons X dans un acier perlitique. Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers (1994).

(Bonner, 1997) - N.W. Bonner et G.F. Modlen: Load sharing and interphase residual microstresses in a high carbon pearlitic steel. Proceedings of the 5th International Conference of Residual Stresses ICRS-5. Vol. 2, pp. 1109 - 1114. Edité par T. Ericsson, M. Odén, A. Andersson. (Hrsg.), Linkoping University, Sweden (1997).

(Bouzakis, 2003) - K.D. Bouzakis, G. Skordaris, J. Mirisidis, S. Hadjiyiannis, J. Anastopoulos, N. Michailidis, G. Erkens et R. Cremer: Determination of coating residual stress alterations demonstrated in the case of annealed films and based on a FEM supported continuous simulation of the nanoindentation. Surface and Coatings Technology. Vol. 174 - 175, pp. 487 - 492 (2003).

(Breuils, 2011) - J. Breuils, J. Krier, H. Pelletier et P. Mille: Identification, using nanoindentation tests, of mechanical behaviour of a 2C22 steel presenting a residual stress state. Procedia Engineering. Vol. 10, pp. 3528 - 3533 (2011).

(Bugat, 2000) - S. Bugat : Comportement et endommagement des aciers austeno-ferritiques vieillis : une approche micromécanique. Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (2000).

(Carassou, 1999) - Déclenchement du clivage dans un acier faiblement allié : rôle de l'endommagement ductile localisé autour des inclusions. Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (1999).

(Che, 2007) - L. Che, M. Gotoh, Y. Horimoto et Y. Hirose: Effect of microstructure of cementite on interphase stress state in carbon steel. Journal of Iron and Steel Research International. Vol. 14, pp. 31 - 38 (2007).

(Chen, 1986) - S.Y. Chen et D. Gan: Effects of grain boundary carbides on the tensile and impact properties of type 316 stainless steel. Materials Science and Engineering. Vol. 84, pp. 65 - 76 (1986).

(Chen, 1990) - S.M. Chen, R.P. Pan et C.L. Pan: Identification of third and fifth order self-phase modulation effects in laser-induced diffraction rings from a nematic liquid crystal film. Optics Communications. Vol 79, pp 4769 - 472 (1990).

(Choi, 2001) - Y. Choi, W.Y. Choo et D. Kwon: Analysis of mechanical property distribution in multiphase ultra-fine-grained steels by nanoindentation. Scripta Materialia. Vol. 45, pp. 1401 - 1406 (2001).

(Clavel, 1982) - M. Clavel et A. Pineau : Fatigue Behaviour of Two Nickel-base Alloys. II: Physical Modelling of the Fatigue Crack Propagation Process Materials Science and Engineering. Vol. 55, pp. 173 - 180 (1982).

(Cotton, 1996) - J. P. Cotton : Diffraction et spectrométrie des neutrons. Techniques de l'Ingénieur, Traité Analyse et Caractérisation. Vol. 1095, pp. 1 - 11 (1996).

(csm-Instrument, 2011) - www.csm-instruments.com

(Dakhlaoui, 2010) - R. Dakhlaoui, V. Klosek, M.H. Mathon et B. Marini: Orientation stress field analysis in polycristalline bcc steel using neutron diffraction. Acta Materialia. Vol. 58, pp. 499 - 509 (2010).

(Daymond, 2002) - M.R. Daymond et H.G. Priesmeyer: Elastoplastic deformation of ferritic steel and cementite. Acta Materialia. Vol. 50, pp. 1613 - 1626 (2002).

(Deke, 1992) - S. Deke, L.J. Hai et C.Y. Qiang: Cleavage fracture in high C bainite. Materials Science and Engineering. Vol. A158, pp. 11 - 19 (1992).

(Delincé, 2006) - M. Delincé, P.J. Jacques et T. Pardeon : Separation of size dependent strengthening contributions in fine-grained dual phase steels by nanoindentation. Acta Materialia. Vol. 54, pp. 3395 - 3404 (2006).

(Delqué, 2007) - M. Delqué : Influence de la microstructure sur le comportement tribologique de dépôts composites projetés plasma. Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (2007).

(Doerner, 1986) - M.F. Doerner et W.D. Nix: A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. Journal of Materials Research. Vol. 1, pp. 601 - 609 (1986).

(Eigenmann, 1996) - B. Eigenmann et E. Macherauch : Histoire et état actuel de l'analyse des contraintes par rayons x. Journal de Physique. Colloque C4, pp. 151 - 185 (1996).

(Farge, 1975) - Y. Farge: Le rayonnement synchrotron et ses applications diverses en physique, chimie et biologie. Journal de Physique. Colloque C7, pp. 7 - 17 (1975).

(Fernandez-Vicente, 2008) - A. Fernandez-Vincente, M. Pellizzari et J.L. Arias: Feasibility of laser surface treatment of pearlitic and bainitic ductile irons for hot rolls. Journal of Materials Processing Technology. Vol. 212, pp. 989 - 1002 (2008).

(François, 1992) - D. François, A. Pineau et A. Zaoui : Elasticité et plasticité. Edité par Hermès Paris. ISBN. 978-2866013141 (1992).

(Gong, 2004) - J. Gong, H. Miao et Z. Peng: Analysis of the nanoindentation data measured with a Berkovich indenter for brittle materials: effect of the residual contact stress. Acta Materialia. Vol. 52, pp. 785 - 793 (2004).

(Hassel, 2010) - L. Hassel : Polycrystalline elastic constants of in situ cementite (Fe3C). Materials and Science Engineering. Vol. 527, pp. 2657 - 2661 (2010).

(Hauk, 1997) - V. Hauk : Structural and residual stress analysis by nondestructive methods. Edité par Elsevier Amsterdam. ISBN. 0-444-82476-6 (1997).

(Hausild, 2002) - P. Hausild : Transition ductile-fragile dans un acier faiblement allié. Thèse de Doctorat de l'Ecole Centrale de Paris (2002).

(Hausild, 2005) - P. Hausild, C. Berdin et P. Bompard: Prediction of cleavage for a low alloy steel in the ductile to brittle transition temperature range. Materials Science and Engineering. Vol. 391, pp. 188 - 197 (2005).

(He, 2009) - B.B. He: Two-dimensional X-ray diffraction. Edité par Wiley New Jersey. ISBN. 978-0-470-22722-0 (2009).

(Inal, 1996) - K. Inal : Etude de l'hétérogénéité des contraintes résiduelles et appliquées dans un acier austéno-ferritique : modélisation polycristalline et analyse expérimentale par diffraction des rayons X. Thèse de Doctorat de l'Université d'Orsay (1996).

(Kim, 2000) - M.C. Kim, Y.J. Oh et J.H. Hong: Characterization of boundaries and determination of effective grain size in Mn-Mo-Ni low alloy steel from the view of misorientation. Scripta Materialia. Vol. 43, pp. 205 - 2011 (1999).

(Kim, 2001) - S. Kim, Y.R. Im, S. Lee et Y.J. Oh: Effects of alloying elements on mechanical and fracture properties of base metals and simulated heat-affected zones of SA508 steels. Metallurgical and Materials Transactions. Vol. 32, pp. 903 - 911 (2001).

(Korsunsky, 1998) - A.M. Korsunsky, K.E. Wells et P.J. Withers: Mapping two dimensional state of strain using synchrotron X-ray diffraction. Scripta Materialia. Vol. 39, pp. 1705 - 1712 (1998).

(Lambert-Perlade, 2001) - A. Lambert-Perlade: Rupture par clivage de microstructures d'aciers bainitiques obtenues dans des conditions de soudage. Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (2001).

(Lambert-Perlade, 2004) - A. Lambert-Perlade, A.F. Gourgues et A. Pineau : Austenite to bainite phase transformation in the heat-affected zone of a high strength low alloy steel. Acta Materialia. Vol. 52, pp. 2337 - 2348 (2004).

(Lee, 2002) - S. Lee, S. Kim, B. Hwang, B.S. Lee et C.G. Lee: Effect of carbide distribution on the fracture toughness in the transition temperature region of an SA508 steel. Acta Materialia. Vol. 50, pp. 4755 - 4762 (2002).

(Lemaignan, 2004) - C. Lemaignan : Science des matériaux pour le nucléaire. Edité par EDP sciences France. ISBN. 2-86883-672-0 (2004).

(Libert, 2007) - M. Libert : Etudes expérimentale et numérique de l'effet des mécanismes de plasticité sur la rupture par clivage dans les aciers faiblement alliés. Thèse de Doctorat de l'Ecole Centrale de Paris (2007).

(Libert, 2011) - M. Libert, C. Rey, L. Vincent et B. Marini: Temperature dependant polycristal model application to bainitic steel behavior under tri-axial loading in the ductile-

brittle transition. International Journal of Solids and Structures. Vol. 48, pp. 2196 - 2208 (2011).

(Lindley, 1970) - T.C. Lindley, G. Oate et C.E. Richard : A critical appraisal of carbide cracking mechanisms in ferride/carbide aggregates. Acta Materialia. Vol. 18, pp. 1127 - 1136 (1970).

(Maier, 2002) - P. Maier, A. Richter, R.G. Faulkner et R. Ries: Application of nanoindentation technique for structural characterisation of weld materials. Materials Characterization. Vol. 48, pp. 329 - 339 (2002).

(Mantyla, 1999) - M. Mantyla, A. Rossel, I. Nedbal, C. Prioul et B. Marini: Fractographic observations of cleavage fracture initiation in a bainitic A508 steel. Journal of Nuclear Materials. Vol. 264, pp. 257 - 262 (1999).

(Martinez-Perez, 2004) - M.L. Martinez-Perez, F.J. Mompean, J. Ruiz-Hervias, C.R. Borlado, J.M. Atienza, M. Garcia-Hernandez, M. Elices, J. Gil-Sevillano, Ru Lin Peng et T. Buslaps: Residual stress profiling in the ferrite and cementite phases of cold-drawn steel rods by synchrotron X-ray and neutron diffraction, Acta Materialia. Vol. 52, pp. 5303 - 5313 (2004).

(Mathieu, 2006) - J.P. Mathieu : Analyse et modélisation micromécanique du comportement et de la rupture fragile de l'acier 16MND5. Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers (2006).

(Mathieu, 2010) - J.P. Mathieu, K. Inal, S. Berveiller et O. Diard : A micromechanical interpretation of the temperature dependence of Beremin model parameters for french RPV steel. Journal of Nuclear Materials. Vol. 406, pp. 97 - 112 (2010).

(McMahon, 1965) - C.J. McMahon et M. Cohen: Initiation of cleavage in polycrystalline iron. Acta Metallurgica. Vol. 13, pp. 591 - 604 (1965).

(Nenner, 1997) - I. Nenner, J. Doucet et H. Dexpert : Rayonnement synchrotron et applications. Techniques de l'Ingénieur, Traité Analyse et Caractérisation. Vol. 2700, pp. 1 - 25 (1997).

(Nguyen, 2010) - C. N. Nguyen : Modélisation du comportement en plasticité et à rupture des aciers bainitiques irradiés. Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (2010).

(Nikolussi, 2008) - M. Nikolussi, S.L. Shang, T. Gressmann, A. Leineweber, E.J. Mittemeijer, Y. Wang et Z.K. Liu: Extreme elastic anisotropy of cementite, Fe3C: First-principles calculations and experimental evidence. Scripta Materialia. Vol. 59, pp. 814 - 817 (2008).

(Norris(1), 1996) - S.D. Norris et J.D. Parker: The effect of microstructure on fracture mechanisms of 2.25Cr1Mo low alloy steel, part A: the influence of non-metallic inclusions. International Journal of Pressure Vessels and Piping. Vol. 67, pp. 317 - 327 (1996).

(Norris(2), 1996) - S.D. Norris et J.D. Parker: The effect of microstructure on fracture mechanisms of 2.25Cr1Mo low alloy steel, part B: the influence of carbides. International Journal of Pressure Vessels and Piping. Vol. 67, pp. 329 - 337 (1996).

(Obrtlik, 2005) - K. Obrtlik, C.F. Robertson et B. Marini: Dislocation structures in 16MND5 pressure vessel steel strained in uniaxial tension. Journal of Nuclear and Materials. Vol. 342, pp. 35 - 41 (2005).

(Offerman, 2005) - S.E. Offerman, N.H. Van-Dijk, J. Sietsma, E.M. Lauridsen, L. Margulies, S. Grigull, H.F. Pulsen et S.V. Zwaag: 3DXRD microscopy for the study of solid state phase transformation kinetics. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. Vol. 238, pp. 107 - 110 (2005).

(Ohmura, 2008) - T. Ohmura, K. Sawada, K. Kimura et K. Tsuzaki : Alteration in nanohardness of matrix phase associated with precipitation during long-term aging of type 316 stainless steel. Materials Science Engineering. Vol. 489, pp. 85 - 92 (2008).

(Oliver, 1986) - W.C. Oliver, R. Hutchings et J.B Pethica: Microindentation techniques in materials science and engineering. Books & Journals Stores. Edité par Blau and Lawn Philadelphia. pp. 90 - 108 (1986).

(Oliver, 1992) - W.C. Oliver et G.M. Pharr: An improved technique for determination hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation. Journal of Materials Research. Vol. 7, pp. 1564 - 1582 (1992).

(Oliver, 2004) - E.C. Oliver, M.R. Daymond et P.J. Withers: Interphase and intergranular stress generation in carbon steels. Acta Materialia. Vol. 52, pp. 1937 - 1951 (2004).

(Orowan, 1970) - E. Orowan: The Physical Basis of Adhesion. Journal of the Franklin Institute. Vol 290, pp 493 - 512 (1970).

(Osipov, 2007) - N. Osipov : Génération et calcul de microstructures bainitiques, approche locale intragranulaire de la rupture. Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (2007).

(Pesci, 2004) - R. Pesci : Etude micromécanique et caractérisation expérimentale du comportement et de l'endommagement de l'acier de cuve à basse température. Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers (2004).

(Pesci, 2009) - R. Pesci, K. Inal et R. Masson: Three scale modeling of the behavior of a 16MND5-A508 bainitic steel: Stress distribution at low temperatures. Materials and Science Engineering. Vol. A 527, pp. 376 - 386 (2009).

(Pethica, 1983) - J.B. Pethica, R. Hutchings et W.C Oliver: Composition and hardness profiles in iron implanted metals. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. Vol. 209, pp. 995 - 1000 (1983).

(Pineau, 2010) - A. Pineau et B. Tanguy: Advances in cleavage fracture modelling in steels: Micromechanical, numerical and multiscale aspects. Comptes Rendus Physique. Vol. 11, pp. 316 - 325 (2010).

(Pipard, 2009) - J.M. Pipard, N. Nicaise, S. Berbenni, O. Bouaziz et M. Berveiller: A new mean field micromechanical approach to capture grain size effects. Computational Materials Science. Vol. 45, pp. 604 - 610 (2009).

(Pluvinage, 1999) - G. Pluvinage, Z. Azari, N. Kadi, I. Dlouhy et V. Kozak: Effect of ferritic microstructure on local damage zone distance associated with fracture near notch. Theoretical and Applied Fracture Mechanics. Vol. 31, pp. 149 - 156 (1999).

(Renevey, 1998) - S. Renevey : Approche 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 - CEA (1998).

(Roy, 2008) - S. Roy : Mesure de l'adhérence et des propriétés mécaniques de couches minces par des essais dérivés de la nanoindentation. Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (2008).

(Saha, 2002) - R. Saha et W.D. Nix: Effects of the substrate on the determination of thin film mechanical properties by nanoindentation. Acta Materialia. Vol. 50, pp. 23 - 38 (2002).

(Sekfali, 2004) - S. Sekfali: Influence de la microstructure sur le comportement local dans les aciers 16MND5. Thèse de Doctorat de l'Ecole Centrale de Paris (2004).

(Tanguy, 2001) - B. Tanguy : Modélisation de l'essai Charpy par l'approche locale de la rupture : application au cas de l'acier 16MND5 dans le domaine de transition. Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (2001).

(Tanguy, 2003) - B. Tanguy, J. Besson et A. Pineau : Comment on "Effect of carbide distribution on the fracture toughness in the transition temperature region of an SA 508 steel". Scripta Metallurgica. Vol. 49, pp. 191 - 197 (2003).

(Taupin, 2010) - V. Taupin, S. Berbenni, C. Fressengeas et O. Bouaziz : On particle size effects: An internal length mean field approach using field dislocation mechanics. Acta. Materialia. Vol. 58, pp. 5532 - 5544 (2010).

(Tomota, 2003) - Y. Tomota, P. Lukas, D. Neov, S. Harjo et Y.R. Abe: In situ neutron diffraction during tensile deformation of a ferrite-cementite steel. Acta Materialia. Vol. 51, pp. 805 - 817 (2003).

(Umemoto, 2001) - M. Umemoto, Z.G. Liu, K. Masuyama et K. Tsuchiya: influence of alloy additions on production and properties of bulk cementite. Scripta Materialia. Vol. 45, pp. 391 - 397 (2001).

(Van-Acker, 1996) - K. Van-Acker, J. Root, P. Van-Houtte et E. Aernoudt: Neutron diffraction measurement of the residual stress in the cementite and ferrite phases of cold-drawn steel wires. Acta Materialia. Vol. 44, pp. 4039 - 4049 (1996).

(Viswanathan, 2005) - G.B. Viswanathan, E. Lee, D.M. Maher, S. Banerjee et H.L. Fraser : Direct observations and analyses of dislocation substructures in the α phase of an α/β Ti-alloy formed by nanoindentation. Acta Materialia. Vol. 53, pp. 5101 - 5115 (2005).

(Voyiadjis, 2009) - Z.G. Voyiadjis et R. Peters : Size effects in nanoindentation: an experimental and analytical study. Acta Mechanica. Vol. 211, pp. 131 - 153 (2009).

(Wallin, 1984) - K. Wallin, T. Saario et K. Törrönen: Statistical model for carbide induced brittle fracture in steel. Metal Science. Vol. 18, pp. 13 - 16 (1984)

(Weisser, 2011) - M.A. Weisser, A.D. Evans, S. Van-Petegem, S.R. Holdsworth et V. Swygenhoven: In situ room temperature tensile deformation of a 1% CrMoV bainitic steel using synchrotron and neutron diffraction. Acta Materialia. Vol. 59, pp. 4448 - 4457 (2011).

(Wo, 2006) - P.C. Wo, A.H.W. Ngan et Y.L. Chiu: TEM measurement of nanoindentation plastic zones in Ni3Al. Scripta Materialia. Vol. 55, pp. 557 - 560 (2006).

(Yahya, 1997) - O.M.L. Yahya : Approche locale de la rupture fragile intergranulaire dans l'acier 16MND5. Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (1997).

(Young, 2007) - M.L. Young, J.D. Almer, M.R. Daymond, D.R. Haeffner et D.C. Dunand: Load partitioning between ferrite and cementite during elasto-plastic deformation of an ultrahigh-carbon steel. Acta Materialia. Vol. 55, pp.1999 - 2011 (2007).

(Zhang, 1986) - X.J. Zhang, R.W. Armstrong et G.R. Irwin: Cleavage fracturing stages at micrometer-size inclusions in pressure vessel steel weld metal. Journal of Materials Science Letters. Vol. 4, pp. 732 - 739 (1986).

(Zhao, 2007) - M.C. Zhao, F. Yin, T. Hanamura, K. Nagai et A. Atrens: Relationship between yield strength and grain size for a bimodal structural ultrafine-grained ferrite/cementite steel. Scripta Meterialia. Vol. 57, pp. 875 - 860 (2007).

COMPORTEMENT DES ACIERS BAINITIQUES A DIFFERENTES TEMPERATURES : ETUDE DE LA CEMENTITE AUX GRANDS INSTRUMENTS

RESUME: Ce travail est porté sur la caractérisation expérimentale multiéchelles des aciers bainitiques. Deux aciers biphasés ferrite-cémentite ont été choisis: l'acier 16MND5 utilisé pour la conception des cuves des REP (Réacteur à Eau Pressurisée) et l'acier modèle 2C40. Dans le but d'étudier le comportement mécanique de chaque phase individuellement, différentes techniques de caractérisation thermomécanique ont été mises. L'originalité de ces travaux réside dans l'utilisation de deux techniques en particulier: les essais de traction in situ combinés au rayonnement synchrotron et la nanoindentation.

Un intérêt majeur est donné au comportement de la cémentite. Les contraintes atteintes dans cette phase ont été déterminées par deux approches. La première consiste à déterminer les contraintes dans la ferrite par DRX puis utiliser une loi des mélanges pour estimer les contraintes dans la cémentite. La seconde consiste à déterminer directement les contraintes dans chaque phase en utilisant le rayonnement synchrotron. Les résultats montrent que la loi des mélanges reste un outil commode pour décrire la répartition des contraintes par phase. Toutefois, elle s'avère insuffisante car elle ne prend pas en considération la morphologique des inclusions et elle dépend fortement de la précision avec laquelle la fraction volumique de la cémentite est déterminée : une incertitude de \pm 0,2 % peut induire une variation de contrainte de \pm 1000 MPa.

Mots clés : cémentite, ferrite, acier bainitique, contrainte interne, in situ, DRX, rayonnement synchrotron, propriétés locales, nanoindentation.

BAINITIC STEELS BEHAVIOR AT DIFFERENT TEMPERATURES: STUDY OF CEMENTITE USING NEUTRON AND SYNCHROTRON RADIATIONS

Abstract : The multiscale experimental characterization of bainitic steels has been the subject of this research. Two two-phase steels ferrite-cementite were chosen: a 16MND5 steel used to design RPW reactors (Reactor Pressurized Water) and a 2C40 steel. In order to study the mechanical behavior of each phase individually, different thermomechanical characterization tools have been considered. The originality of this work comes from the use of two techniques: in situ tensile tests combined to synchrotron radiation and nanoindentation.

A major interest is given to the behavior of cementite. The stresses reached in this phase were determined by two methods. First, analyzes have been performed in ferritic phase by XRD and a mixture law has been used to estimate the stress values in cementite. Then, analyzes have been carried out directly in each phase using synchrotron radiation. The results show that the mixture law is a good tool to describe the stress distribution in each phase of the studied steels. However, it may be not enough because it doesn't take into account the morphology of the carbide and highly depends on the volume fraction of the cementite: an uncertainty of \pm 0.2 % can lead to stress variation of \pm 1000 MPa. The local properties of cementite were also analyzed by nanoindentation. The primary results have confirmed that the carbide hardness is 2-3 times greater than the hardness of the matrix.

Keywords: cementite, ferrite, bainitic steel, intragranular stress, in situ, XRD, synchrotron radiation, locals properties, nanoindentation.



