Lien entre microstructure et transition ductile-fragile des aciers trempés-revenus à haute résistance

Frank Tioguem Teagho

▶ **To cite this version:**

Frank Tioguem Teagho. Lien entre microstructure et transition ductile-fragile des aciers trempés-revenus à haute résistance. Matériaux. Université Paris sciences et lettres, 2019. Français. NNT : 2019PSLEM040 . tel-02513106

HAL Id: tel-02513106
https://pastel.hal.science/tel-02513106

Submitted on 20 Mar 2020

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.

PSL UNIVERSITÉ PARIS

THÈSE DE DOCTORAT
DE L'UNIVERSITÉ PSL

Préparée à MINES ParisTech

Lien entre microstructure et transition ductile-fragile des aciers trempés-revenus à haute résistance

Linking the microstructure to the ductile-to-brittle transition of high strength quenched and tempered steels

Soutenue par

Frank TIOGUEM TEAGHO

Le 08 novembre 2019

Ecole doctorale n° 621

Ingénierie des Systèmes, Matériaux, Mécanique, Energétique

Spécialité

Sciences et Génie des Matériaux

Composition du jury :

Stéphane GODET Professeur, Université Libre de Bruxelles	*Président du jury*
Jean-Hubert SCHMITT Professeur émérite, CentraleSupélec	*Rapporteur*
Denis DELAGNES Professeur, MINES d'ALBI	*Rapporteur*
Benoît TANGUY Docteur HDR, Ingénieur de recherche, CEA Saclay	*Examinateur*
André GALTIER Docteur, Ingénieur de recherche, ASCOMETAL	*Examinateur*
Matthieu MAZIERE Professeur, MINES ParisTech	*Codirecteur de thèse*
Anne-Françoise GOURGUES-LORENZON Professeur, MINES ParisTech	*Directrice de thèse*
Franck TANKOUA YINGA Docteur, Ingénieur de recherche, CEA Saclay	*Invité*

MINES ParisTech | PSL

Dédicaces

A mon père…
à l'origine de mon orientation
scolaire et dont l'idée de faire une thèse
était la sienne au départ

Remerciements

Ces travaux de thèse se sont déroulés entre le Centre des Matériaux de l'école des MINES de Paris et le CREAS. C'est dans ce registre que je voudrais premièrement remercier le directeur du CREAS Monsieur Gilles AUCLAIR pour la dimension de l'intérêt qu'il a porté à ces travaux de thèse. Ensuite, Monsieur Jérôme CREPIN en sa qualité de directeur du Centre des Matériaux pour l'accueil dans ce laboratoire où l'ambiance, l'environnement de travail et la qualité des personnes ressources sont, il faut le dire, exceptionnels.

Mes remerciements vont à l'endroit de mes encadrants, tout d'abord à André GALTIER, à la fois pour ses qualités scientifiques et techniques, puis sa simplicité d'une espèce rare. Je remercie Matthieu MAZIERE pour son pragmatisme et son sens pédagogique, puis Anne-Françoise GOURGUES LORENZON. A ce niveau je marque une pause car les mots me manquent pour caractériser Anne-Françoise. Anne-Françoise, merci pour TOUT !!! Je pense que les superlatifs ne sont pas suffisants pour exprimer la chance de t'avoir comme directrice de thèse. Infiniment merci à vous trois qui m'avez tenu par la main pour me faire grandir à la fois sur les aspects scientifiques, pédagogiques et humains.

En plus des encadrants, je me tourne vers les autres membres du jury pour remercier Messieurs les rapporteurs, Jean-Hubert SCHMITT et Denis DELAGNES pour la qualité de leur rapport. Je remercie Monsieur Stéphane GODET pour avoir fait le déplacement de Bruxelles pour présider le jury. Monsieur Benoit TANGUY pour les remarques et les questions pertinentes sur la rupture dans le domaine de transition ductile – fragile et à Monsieur Franck TANKOUA YINGA non seulement pour ses remarques et ses propositions quant à d'autres informations pertinentes qu'on pourraient tirer des résultats, mais également parce qu'il a été au départ de ce projet dans lequel il a bien voulu m'associer.

La thèse est également un moment où l'on rencontre et discute avec plusieurs personnes, c'est ainsi que mes remerciements vont à l'endroit de : André PINEAU, Jacques BESSON, Yazid MADI et Vladimir ESIN pour les nombreux échanges autour de la rupture des matériaux et de la métallurgie des aciers trempés-revenus.

Merci à René, Vasco, Christophe, Abdennour, Régis, Jean-Christophe, Stéphanie, Brigitte, Gérard, Antoine, Kevin, Lynh-Thy, Odile, Véronique, Claudine et Catherine ; ils se reconnaitront dans leur forte implication respectivement dans l'usinage de mes éprouvettes, la réalisation des essais mécaniques, les préparations et les observations métallographiques, la recherche des revues scientifiques et le support devant de nombreuses démarches administratives.

Je remercie également Fabrice GASLAIN, Mohamed SENNOUR et Franck NGUYEN respectivement pour les analyses par EBSD, les longues séances d'observation au MET et le développement de l'outil numérique d'estimation de la distance intercarbures. Au CREAS, j'ai une pensée pour Thomas SOURMAIL, Michel SABY, Joëlle DUMERGER, Jean

WENDENBEUM, pour Simon, Bandiougou, Amandine, Marvin, Joaquina, Michel, Renaud, Férat, Mathieu, Fatima, Anthony.

J'ai également eu la chance de bénéficier de l'appui du laboratoire du Laboratoire de Mécanique et Technologie (LMT) de l'Ecole Normale Supérieure de Cachan pour l'estimation de la fraction d'austénite dans les microstructures étudiées lors de ces travaux de thèse. Cette étude a été faite au moyen d'une technique expérimentale développée en interne et basée sur l'aimantation à saturation. J'en profite donc pour remercier Monsieur Olivier HUBERT.

Pendant la thèse, il est courant de rencontrer des moments de blocage et de stress. Les soutiens mutuels lors des discutions au Bocal ou à la Cafet (voir sur sa terrasse) étaient donc réguliers avec mes camarades de promotion et au-delà que je voudrai remercier ici ; il s'agit de Lauranne, Alexiane, Eeva, Anas, Laurent, Harris, Qi, Ismal, Jan, Jennifer, Mariem, Vincent, Valentin, Juan-Manuel, Sicon, Joseph, Jonathan, Josiane, Quentin et Clément.

Naturellement je remercie les membres du "Thésarium" au sens élargi du terme pour tous nos moments passés ensemble et pour l'aide lors de la mise en place de mon pot de soutenance ; il s'agit de Nicolas (Le Dr Cliche désormais), Chloé, Constance, Adrien, Nicolas II, Romain et Jean-Baptiste. Pour ce dernier je souhaite un bon courage pour la prise en main de son sujet de thèse. Je pense également à ceux qui m'ont précédé au B107 ; à Alexandre, Hubert, Lucie, Hélène et Julien. Une couche épaisse de remerciement pour la team football pour tous les moments de décompression les mercredis entre midi et 1h30.

A tous ceux que je n'ai pas cités nommément, je vous dis également grand merci !

Pour terminer, mes remerciements vont à l'endroit de ma Famille, au sens Africain du terme, pour leurs multiples encouragements. A ma mère pour son soutien constant et pour avoir compris et accepté mon projet d'étude, à mon frère et mes sœurs. A Leathicia pour avoir accepté de m'accompagner dans cette aventure, mes choix avec et enfin à Maël.

Table des matières

Dédicaces i
Remerciements ii
Table des matières iv
Abréviations-Glossaire viii
Glossaire des microstructures viii
Glossaire essais mécaniques ix
Glossaire analyse mécanique des essais x
Glossaire modèle global de la résilience x

Introduction Générale 1

Chapitre I : Bibliographie sur les aciers rempés-revenus à haute résistance 5

I.1. Introduction 6
I.2. Métallurgie des aciers à haute résistance pour application off-shore 6
I.2.1. La martensite 7
I.2.2. La bainite 11
I.2.3. La martensite revenue 15
I.3. Comportement – rupture des aciers trempés-revenus et effet de la microstructure 21
I.3.1. Comportement élastoplastique 22
I.3.2. Comportement à rupture en résilience 28
I.3.3. Synthèse sur le lien entre comportement mécanique et microstructure des aciers trempés-revenus à haute résistance 36

Chapitre II : Matériau de l'étude 41

II.1. Présentation de l'acier 40CrMo4 42
II.1.1. Composition chimique et cycles thermiques 42
II.1.2. Prélèvements des échantillons de l'étude 45
II.1.3. Microstructures à l'état brut de trempe et fraction des constituants 45
II.1.4. Conception des microstructures additionnelles de l'étude 57
II.1.5. Calcul des phases en équilibre 61
II.1.6. Conclusions sur la présentation de l'acier 40CrMo4 61
II.2. Micrographie des microstructures de l'étude 61
II.2.1. Microstructure au Microscope Optique (MO) …. 62
II.2.2. Microstructure au Microscope Electronique à Balayage (MEB) 66
II.2.3. Microstructure à l'échelle des lattes de martensite 68

II.2.4. Conclusions sur l'étude micrographique 71
II.3. Etude des entités microstructurales de seconde phase 72
II.3.1. Analyse inclusionnaire 72
II.3.2. Etude des carbures 76
II.3.3. Etude de l'austénite 83
II.3.4. Conclusions sur les entités microstructurales 84
II.4. Analyse de la microtexture 85
II.4.1. Microtexture à l'échelle des ex-grains d'austénite primaire 85
II.4.2. Microtexture à l'échelle des paquets de lattes 90
II.5. Conclusions sur le matériau de l'étude 92

Chapitre III : Etude expérimentale du comportement en traction 96

III.1. Introduction 97

III.2. Procédures expérimentales 97

III.2.1. Mesure de la réduction localisée de diamètre 97
III.2.2. Traction sur éprouvettes axisymétriques lisses 100
III.2.3. Traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées 106
III.2.4. Traction sur éprouvettes en déformation plane 107
III.3. Analyse des résultats expérimentaux 108

III.3.1. Effet de la direction de sollicitation en traction uniaxiale 108
III.3.2. Effet de la position de prélèvement (configuration 130ksi) 110
III.3.3. Effet de la température de revenu 112
III.3.4. Effet de la température de revenu sur la rupture et l'endommagement en traction 114
III.3.5. Effet de la température d'essai sur le comportement en traction 119
III.3.6. Effet de la vitesse de sollicitation 121
III.3.7. Contributions de l'échauffement local lors des essais en vitesse 125
III.4. Conclusions sur le comportement élastoplastique 128

Chapitre IV : Etude de la transition ductile-fragile en résilience 130

IV.1. Introduction 131

IV.2. Description de la campagne expérimentale 131

IV.2.1. Essais de flexion par choc Charpy 131
IV.2.2. Essais Charpy en quasi-statique 134
IV.2.3. Essais Charpy sur mini éprouvette de résilience 136

IV.3. Courbes de transition en énergie et en cristallinité 138
IV.3.1. Au niveau du plateau fragile 140
IV.3.2. Dans le domaine de transition ductile - fragile 140
IV.3.3. Au niveau du plateau ductile..... 141
IV.3.4. Conclusions sur l'analyse globale des courbes de transition 141
IV.4. Energies d'amorçage et de propagation 142
IV.4.1. Contribution de l'énergie d'amorçage 143
IV.4.2. Contribution de l'énergie de propagation 145
IV.4.3. Conclusions sur les énergies d'amorçage et de propagation..... 146
IV.5. Mécanismes physiques de la rupture – Aspects macroscopiques 147
IV.5.1. Domaine de transition ductile-fragile 147
IV.5.2. Domaine de rupture ductile 152
IV.5.3. Conclusions sur les mécanismes de rupture à l'échelle macroscopique 162
IV.6. Mécanismes physiques de la rupture – Aspects microscopiques 163
IV.6.1. Domaine de rupture fragile 163
IV.6.2. Domaine de transition ductile - fragile 167
IV.6.3. Domaine de rupture ductile 174
IV.7. Conclusions sur la transition ductile-fragile en résilience 182
Chapitre V : Modélisation des propriétés à rupture de l'acier 40CrMo4 186
V.1. Introduction 188
V.2. Modèle de comportement élastoplastique de l'acier 40CrMo4..... 188
V.2.1. Introduction et choix de la méthode d'identification des paramètres 189
V.2.2. Loi d'écrouissage et critère de plasticité 191
V.2.3. Mise en données numérique et optimisation des paramètres 193
V.2.4. Validation de la loi de comportement 195
V.2.5. Conclusion sur le modèle de comportement élastoplastique 197
V.3. Approche locale de la rupture par clivage de l'acier 40CrMo4 198
V.3.1. Comportements élastoplastique et à rupture à -196°C 198
V.3.2. Identification de la loi de comportement à -196°C 201
V.3.3. Mise en donnée numérique du calcul sur éprouvettes ***AE*** 203
V.3.4. Etude de la sensibilité du maillage et calcul des éprouvettes ***AE*** 204
V.3.5. Foyer d'amorçage de la rupture des ***AE*** et mécanismes de rupture -196°C 208
V.3.6. Estimation des contraintes critiques de clivage 215

V.3.7. Lien entre microstructure et contrainte critique de clivage 219
V.3.8. Conclusions sur les liens entre microstructure et contrainte critique de clivage 225
V.4. Proposition d'un modèle global de la courbe de résilience 226
V.4.1. Elaboration du modèle 226
V.4.2. Prise en compte de la physique de la rupture 229
V.4.3. Paramètres du modèle 231
V.4.4. Analyse des résultats 235
V.4.5. Sensibilité du paramètre local T_o 236
V.4.6. Quelques limites du modèles 237
V.5. Conclusions 238
Conclusions générales et perspectives 240
Annexes 248
Annexe A : Estimation des vitesse de déformation pour les essais à la TGV sur les éprouvettes AE 249
Annexe B : Courbes Charpy instrumentées..... 258
Annexe C : Courbes de traction sur éprouvettes AL_4 à -196°C 261

Abréviations

L	Direction longitudinale de la barre
T	Direction travers de la barre
MO	Microscope Optique
MEB	Microscope Electronique à Balayage
MET	Microscope Electronique en Transmission
FEG	Field Emission Gun (canon à émission de champ)
EBSD	Electron Backscatter Diffraction (diffraction des électrons rétrodiffusés)
EDS	Energy Dispersive Spectrometry
CREAS	Centre de REcherche sur les Aciers Spéciaux
TRC	Transformation en Refroidissement Continue
MAJ	ModelAsco Jominy
TGV	Traction à Grande Vitesse
$\boldsymbol{FATT}$	Fracture Appearance Transition Temperature (température de transition en cristallinité)

Glossaire des microstructures

CC	(Structure) Cubique Centrée
CFC	(Structure) Cubique à Faces Centrées
P	Prélèvement à 1 pouce de la peau de la barre
M	Prélèvement à mi-rayon + 10mm de la peau de la barre
$\boldsymbol{T_1}$	Traitement thermique de revenu à 600°C-3h
$\boldsymbol{T_2}$	Traitement thermique de revenu à 665°C (M) et 690°C (P) pendant 1h sur des ébauches
T_1	
$\boldsymbol{T_3}$	Traitement thermique de revenu à 720°C pendant 4h sur des ébauches $\boldsymbol{T_1}$
$\boldsymbol{M_s}$	Martensite Start (temperature de début de transformation martensitique)
$\boldsymbol{M_f}$	Martensite Finish (temperature de fin de transformation martensitique)
$\boldsymbol{l_M}$	Largeur des lattes de martensite
$\boldsymbol{d_o}$	Taille moyenne des particules de cémentite mesurée au 50^e percentile
$\boldsymbol{d_c}$	Distance moyenne entre carbures
$\boldsymbol{\emptyset_c}$	Taille des cupules
$\boldsymbol{S_{eff}}$	Taille moyenne des blocs de lattes exprimée en aire

$\boldsymbol{d_{eff}}$	Taille moyenne des blocs de lattes exprimée en diamètre de cercle équivalent
$\boldsymbol{\emptyset_B}$	Taille des facettes de bainite supérieure en diamètre de cercle équivalent

Glossaire essais mécaniques

$\boldsymbol{AL_4}$	Axisymétrique Lisse de diamètre du fût 4mm
$\boldsymbol{AL_{4-TGV}}$	Axisymétrique Lisse de diamètre du fût 4mm destinées aux essais à la TGV
$\boldsymbol{AL_6}$	Axisymétrique Lisse de diamètre du fût 6mm
DP	Déformation Plane
DPU	Déformation Plane avec entaille en U
$\boldsymbol{AE}$	Axisymétrique Entaillée
$\boldsymbol{F}$	Force
$\boldsymbol{F_{max}}$	Force maximale
$\boldsymbol{F_r}$	Force à rupture mesurée au terme d'un essai de traction sur une éprouvette $\boldsymbol{AE}$
$\boldsymbol{A_{\%}}$	Allongement pour cent à rupture
$\boldsymbol{L_o}$	Longueur utile de l'éprouvette
$\boldsymbol{L_f}$	Longueur de la zone utile des éprouvettes de traction simple à la TGV
$\boldsymbol{S_o}$	Section initiale sur le fût de l'éprouvette
$\boldsymbol{S_m}$	Déplacement à la force maximale mesuré sur une courbe de résilience instrumentée
$\boldsymbol{\emptyset_o}$	Diamètre initial du fût de l'éprouvette
$\boldsymbol{\emptyset_r}$	Diamètre à rupture mesuré *post-mortem*
$\boldsymbol{\Delta L}$	Allongement relatif
$\boldsymbol{\Delta\emptyset}$	Réduction de diamètre relative
$\boldsymbol{\Delta\emptyset_r}$	Réduction de diamètre mesurée à rupture
$\boldsymbol{HV}$	Dureté Vickers
$\boldsymbol{Z_{\%}}$	Coefficient de striction
$\boldsymbol{n_r}$	Rapport de la limite d'écoulement à la résistance maximale en traction
$\boldsymbol{\dot{u}}$	Vitesse de déplacement de la traverse
$\boldsymbol{\dot{\varepsilon}}$	Vitesse de déformation calculée dans le fût de l'éprouvette
$\boldsymbol{\varepsilon_n}$	Déformation nominale
$\boldsymbol{\varepsilon_\emptyset}$	Déformation diamétrale
$\boldsymbol{\varepsilon_r}$	Déformation à rupture calculée pour une éprouvette $\boldsymbol{AE}$
$\boldsymbol{Rp_{0.2}}$	Limite d'élasticité

$\boldsymbol{Rm}$	Résistance maximale en traction
$\boldsymbol{\sigma_r}$	Contrainte à rupture globale calculée pour une éprouvette AE
$\boldsymbol{E_T}$	Expression de l'énergie totale à rupture mesurée sur une éprouvette de résilience
$\boldsymbol{E_a}$	Energie d'amorçage
$\boldsymbol{E_p}$	Energie de propagation
$\boldsymbol{KV}$	Energie à rupture en résilience

Glossaire analyse mécanique des essais

$\boldsymbol{R(p)}$	Loi d'écrouissage
$\boldsymbol{R_o}$	Limite d'écoulement
$\boldsymbol{\sigma_H}$	Contrainte équivalente de Hosford
$\boldsymbol{\bar{\bar{\sigma}}}$	Tenseur des contraintes
$\boldsymbol{\bar{\bar{\varepsilon}}_p}$	Tenseur des déformations plastiques
$\boldsymbol{n}$	Coefficient de Hosford
$\boldsymbol{\sigma_c}$	Contrainte critique de clivage
$\boldsymbol{r_a}$	Position du foyer d'amorçage du clivage sur une éprouvette AE

Glossaire modèle global de la résilience

$\boldsymbol{E(T)}$	Expression de l'énergie à rupture sur la courbe de résilience
$\boldsymbol{\overline{E}(T)}$	Expression de la courbe moyenne de la résilience
$\boldsymbol{E_U}$	Energie au plateau ductile
$\boldsymbol{E_L}$	Energie au plateau fragile
$\boldsymbol{F(T)}$	Evolution de la fraction de zones ductiles sur le faciès de rupture avec la température d'essai
$\boldsymbol{T_o}$	Température d'essai sur la courbe de résilience

Introduction générale

Contexte de l'étude

Dans le monde entier, on compte un peu plus de 6000 plates-formes *off-shore* qui extraient le pétrole et le gaz naturel sur des profondeurs d'eau allant jusqu'à 2000 mètres (Bull et *al.* 2019[1]). C'est au début des années 1900 que les premières plates-formes voient le jour, la première construction était d'ailleurs en bois. À la suite de la découverte du premier gisement de pétrole au large du golfe du Mexique, l'acier est progressivement introduit dans la fabrication des plates-formes dès 1940. Cependant, il faut attendre les résultats des recherches menées autour des années 70 pour que les nuances à haute résistance s'imposent progressivement, du fait de l'intensification des besoins en énergie d'une part mais aussi du besoin d'aller plus loin en profondeur pour assurer l'extraction pétrolière. Une illustration d'une plate-forme moderne est donnée sur la fig.I. On distingue trois pièces principales d'une plate-forme dont les nuances sont développées et produites par ASCOMETAL. Ces pièces sont pour la plupart des aciers à haute résistance. La masse-tige est montée juste au-dessus de l'outil de forage, le trépan, elle est suffisamment rigide pour encaisser les efforts d'une part et aussi appliquer un poids à l'outil de forage. Le trépan quant à lui sert à couper les roches tandis que le sifflet déviateur permet de dévier le trépan pendant l'opération de forage.

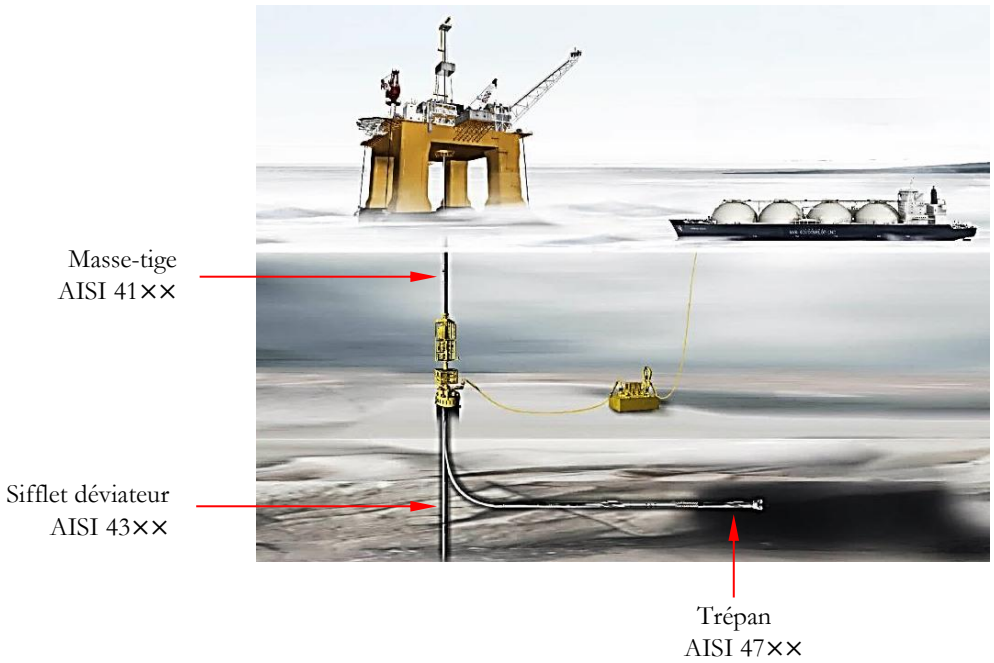


Figure I : Plate-forme pétrolière *off-shore*. Shmoltz et Bickenbach [2]

C'est la nuance AISI 4140 qui est au centre de cette étude. Sur le plan pratique, on peut imaginer que la masse-tige en acier AISI 41×× doit être en mesure de supporter les couples résultants à la fois de l'effort imposé au trépan pour le forage et des contre-efforts dus aux chocs entre le trépan et les roches rencontrées lors du forage. Il est ainsi évident que les enjeux en termes de coûts de production n'autorisent pas que cette pièce casse lors du fonctionnement. Pour disposer des pièces qui garantissent les propriétés en service, les cahiers des charges client (dont un exemple est fourni sur le tableau I) imposent des niveaux de résistance minimum et de résilience à respecter par les produits.

Tableau I : Exemple de cahier des charges client pour une barre de diamètre inférieur à 200mm.

Besoin du client	En surface	1Pouce de la peau	Mi-rayon de la barre
HV	319 à 389	-	-
$Rp_{0.2}\ (MPa)$	-	> 1103	> 1000
$Rm\ (MPa)$	1013 à 1232 [ISO 18265]	> 1207	> 1107
$Z_{\%}$	-	> 45	> 50
$A_{\%}$	-	> 14	> 14
$KV_{-20°C}(J)$	-	> 34	> 34

Le CREAS (Centre de REcherche sur les Aciers Spéciaux) a mis au point un outil prédictif des propriétés mécaniques des aciers trempés-revenus nommé le ModelAsco Jominy (MAJ). Cet outil permet d'adopter le cycle de traitement des nuances trempées-revenues et ainsi prédire les niveaux de résistance et de déformation. Le MAJ synthétise les travaux de plus de 20 ans de caractérisation métallurgique des aciers ; il prend en compte la composition chimique (jusqu'à 13 éléments) de l'acier, les dimensions de la barre, les paramètres d'austénitisation et de revenu pour prédire : les points de transformation, les vitesses critiques d'apparition des constituants des microstructures et leur fraction, enfin les propriétés mécaniques en traction et la dureté. La résilience KV qui compte parmi les propriétés mécaniques des cahiers des charges client reste non prédite par le MAJ à ce jour. Ajoutons que des corrélations empiriques de type $Re - KV$ sont proposées dans des études internes, mais elles posent certains problèmes à savoir : a) il faut les déterminer pour chacune des nuances, ce qui revient à réaliser des essais, b) par conséquent leur domaine de validité est limité et c) elles ne considèrent pas les mécanismes en jeu lors de la rupture.

L'essai Charpy est en pratique un essai mécaniquement simple, mais la résilience ainsi mesurée est fortement dépendante de l'histoire du matériau. À titre d'exemple, pour une barre obtenue à la suite du laminage d'un lingot, on peut s'attendre à des effets des macro-ségrégations en pied et tête de lingot, puis des micro-ségrégations le long du diamètre de la barre, sur la résilience. Cette illustration suggère qu'il faut inclure les mécanismes de rupture en jeu dans la mise au point d'un modèle prédictif de la résilience. L'enjeu industriel est donc clair, introduire la

prédiction de la résilience dans le MAJ, afin que la courbe de transition soit accessible à partir de la composition chimique de l'acier et des autres données d'entrée du MAJ fournies plus haut. Ce qui permettra des gains de temps en ce sens que la résilience, du moins sur le plateau ductile et à -20°C, sera connue sans réalisation préalable d'un essai. **Cet outil devra, *in fine*, permettre d'anticiper sur le developpement des nouvelles nuances à haute résistance et conduire à un gain de productivité en évitant les remaniements de traitements thermiques.** C'est dans ce contexte qu'un projet a été lancé au CREAS en 2015 dans le but de coupler les résultats issus de plusieurs études (stages, thèse…) afin d'apporter des réponses à ce besoin industriel.

Derrière ces enjeux industriels se cachent des défis scientifiques importants. En effet, établir un modèle prédictif de la rupture basé sur la microstructure impose de dégager les entités microstructurales responsables de la rupture dans différents domaines et ensuite de comprendre comment ces dernières affectent l'énergie à rupture. Les aciers à haute résistance sont connus pour présenter une capacité de déformation réduite du fait de la localisation de la déformation plastique [3]. C'est donc une thématique qui concerne plus généralement les aciers à haute résistance, pour lesquels l'augmentation du niveau de résistance, à travers la précipitation de carbures par exemple, pénalise le niveau d'énergie à rupture dans le domaine de rupture ductile à cause du confinement de l'endommagement ductile juste en dessous du faciès de rupture.

Organisation du manuscrit

L'organisation du manuscrit suit la démarche scientifique mise en œuvre pour répondre aux enjeux scientifiques et en même temps tendre vers les objectifs industriels. Globalement, il s'agit d'un couplage entre caractérisation microstructurale et mécanique, puis la mise au point d'un modèle global de la résilience. Le manuscrit s'organise autour de cinq chapitres comme suit :

Le Chapitre I est une revue bibliographique sur les aciers trempés-revenus à haute résistance. On présente l'essentiel des principales notions abordées dans la suite du manuscrit. Dans les chapitres suivants, on introduit des revues bibliographiques pour certaines thématiques précises, ce qui nous a conduits à alléger le contenu de ce premier chapitre. Les notions abordées concernent donc la métallurgie des aciers trempés-revenus à haute résistance et à l'effet de la microstructure sur le comportement mécanique. Au terme de ce chapitre, on saura quels sont les éléments pertinents vers lesquels s'orienter pour établir des liens quantitatifs entre microstructure et propriétés à rupture.

Le Chapitre II nous plonge dans le matériau de l'étude ; il s'agit de l'acier 40CrMo4. On décrit la fabrication des six microstructures de l'étude à travers le prélèvement et les traitements thermiques. Ces microstructures sont ensuite caractérisées à différentes échelles de manière à quantifier les principales différences au regard du comportement à rupture. On verra notamment que pour le cas précis des barres issues de la voie lingot, les micro-ségrégations peuvent être à l'origine d'hétérogénéités chimiques qui induisent localement des variations des constituants.

Le Chapitre III reprend la description de l'ensemble des campagnes expérimentales menées dans le cadre de ces travaux, notamment celles portant sur le comportement en traction uniaxiale

sur éprouvette axisymétrique lisse. On évalue les effets de la direction de sollicitation, de la position de prélèvement des échantillons, du revenu, de la vitesse de sollicitation et de la température d'essai sur les paramètres de résistance et de déformation. On s'intéresse également à l'effet du revenu sur l'endommagement en traction simple sur coupe polie en *post-mortem*.

Le Chapitre IV porte sur le comportement à rupture en flexion par choc. Dans un premier temps, on décrit la campagne expérimentale des essais de résilience instrumentés, réalisés dans une plage de température allant de -196°C à +60°C. On analyse ensuite les courbes globales, respectivement dans les domaines de rupture ductile, de transition et de rupture fragile. On met en avant les effets de la fraction de bainite supérieure et celui de la température de revenu sur les énergies à rupture dans les trois domaines. Plus loin, les énergies d'amorçage et de propagation sont abordées, suivies de près par l'analyse fractographique qui nous révèle les mécanismes de rupture, ce qui affine notre compréhension du comportement à rupture des microstructures étudiées. Enfin, on propose des liens quantitatifs entre les propriétés à rupture et les entités microstructurales responsables de cette rupture.

Les résultats des Chapitres II-IV vont alimenter le Chapitre V, dédié à la modélisation des propriétés à rupture de l'acier 40CrMo4. La première partie est consacrée au modèle de comportement élastoplastique. Le comportement est décrit par une loi d'écrouissage non-linéaire et un critère de plasticité isotrope de type Hosford. Ce modèle a notamment été utilisé pour la conception des essais à différentes vitesses de sollicitation du Chapitre III de manière à les rendre pertinents vis-à-vis de l'essai Charpy. On présente ensuite l'approche locale de la rupture par clivage, qui a permis d'aller au-delà des courbes de transition et pouvoir ainsi proposer un lien quantitatif entre les contraintes de rupture à -196°C et les microstructures. Enfin, on capitalise l'ensemble des résultats des chapitres précédents pour proposer un modèle global des courbes de résilience.

A la fin de ce manuscrit, les conclusions récapitulent les principaux apports de l'étude sur la connaissance des aciers trempés-revenus à haute résistance. Dans les perspectives, on insistera entre autres sur les études complémentaires à aborder pour améliorer et rendre plus robuste le modèle proposé.

[1] A. S. Bull et M. S. Love, « Worldwide oil and gas platform decommissioning: A review of practices and reefing options », *Ocean Coast. Manag.*, vol. 168, p. 274‑306, févr. 2019.
[2] Disponible sur: https://www.schmolz-bickenbach.fr/produits/domaines-dapplication/materials-guide/. [Consulté le: 09-sept-2019].
[3] C. Tekoğlu, J. W. Hutchinson, et T. Pardoen, « On localization and void coalescence as a precursor to ductile fracture », *Philos. Trans. R. Soc. Lond. Math. Phys. Eng. Sci.*, vol. 373, nº 2038, p. 20140121, mars 2015.

Chapitre I :
Etat de l'art sur les aciers trempés-revenus à haute résistance

I.1. Introduction 6
I.2. Métallurgie des aciers à haute résistance pour application *off-shore* 6
I.2.1. La martensite 7
I.2.2. La bainite 11
I.2.3. La martensite revenue 15
I.3. Comportement – Rupture des aciers trempés-revenus et effet de la microstructure 21
I.3.1. Comportement élastoplastique 22
I.3.2. Comportement à rupture en résilience 28
I.4. Synthèse sur le lien entre comportement mécanique et microstructure des aciers trempés-revenus à haute résistance 36

I.1. Introduction

Ce chapitre introduit les principales notions pour connaître les aciers trempés-revenus pour le domaine *off-shore*. Il initie le lecteur aux expressions qui seront utilisées dans les chapitres suivants. On rappelle que le choix a été fait de discuter les résultats des chapitres suivants avec les bibliographies afférentes, ce qui nous a conduit à alléger ce chapitre bibliographique. Le chapitre est organisé en deux parties : la Partie I.2 est consacrée à la métallurgie des aciers à haute résistance pour application *off-shore*. Dans cette partie, on présente les étapes industrielles de fabrication des produits en insistant sur les traitements thermiques, car c'est en grande partie ces derniers qui vont définir les propriétés finales des produits. La Partie I.3 quant à elle porte sur le lien entre les propriétés mécaniques de ces nuances et le lien avec la microstructure. La bibliographie n'étant pas très fournie sur cet aspect, on a surtout insisté sur l'effet de la microstructure sur les courbes de transition ductile-fragile, dans l'optique de dégager des pistes d'études envisageables pour tendre vers un modèle prédictif de la résilience.

I.2. Métallurgie des aciers à haute résistance pour application *off-shore*

L'objectif de cette partie est de poser les bases de la connaissance des aciers trempés-revenus à haute résistance, notamment celui de l'acier 40CrMo4. Comme illustré sur la fig.I.1, le cycle d'élaboration des nuances trempées-revenues pour le domaine *off-shore* inclut plusieurs étapes. Qu'elles proviennent de la coulée continue (bloom) ou de la voie lingot, elles vont subir un laminage pour la mise à dimensions, suivi d'une austénitisation, d'une trempe et d'un revenu. Au terme du revenu, certaines barres peuvent présenter des déformations relativement importantes, elles seront alors redressées puis stabilisées. Les barres vont enfin être mises à la disposition du client. Même si chacune des étapes va plus ou moins influencer les propriétés mécaniques du produit final, c'est principalement sur les traitements thermiques, encadrés en rouge sur la fig.I.1, que les ingénieurs vont jouer pour faire varier les propriétés finales des pièces obtenues.

Les microstructures brutes de trempe de ces nuances sont généralement de type martensite ou martensite et bainite suivant la vitesse de refroidissement et la composition chimique moyenne de l'acier. La section I.2.1 est consacrée à la formation de la martensite brute de trempe, la section

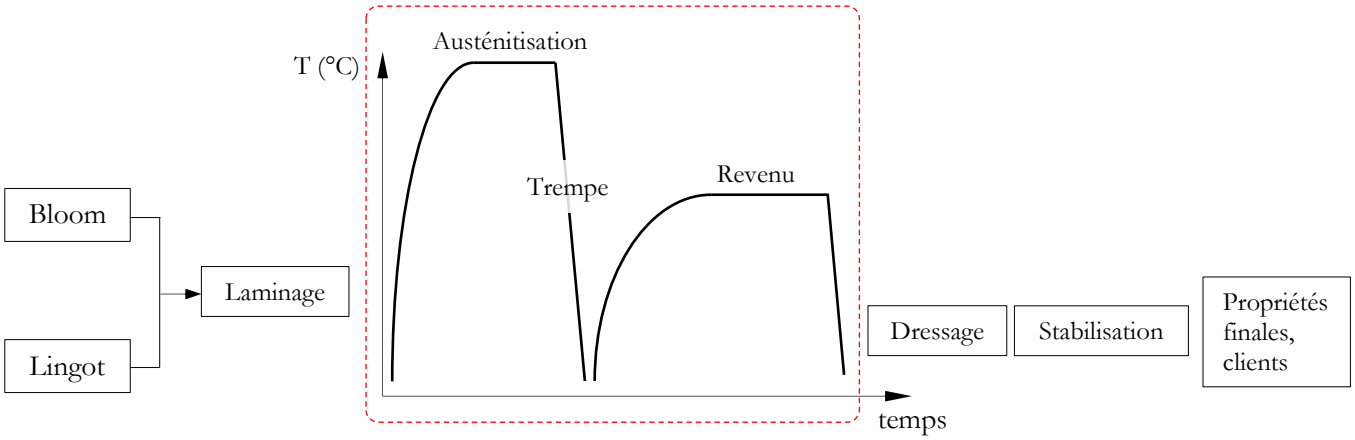


Figure I.1 : Cycle de production des barres d'acier trempé-revenu à haute résistance.

I.2.2 présente la bainite et cette partie se termine avec à la section I.2.3 dans laquelle on insiste sur la microstructure trempée-revenue car c'est davantage dans cet état que les nuances sont utilisées.

I.2.1. La martensite

À l'échelle du cristal, la transformation martensitique se produit lors de la trempe d'un acier au carbone à partir de la phase homogène stable à haute température, l'austénite γ. Le refroidissement très rapide empêche la diffusion du carbone et conduit à la formation d'une phase α' sursaturée en carbone, on parle d'un réseau tétragonal (fig.I.2). Badheshia et Honeycombe, 2006 [1] expliquent que la tétragonalité de la martensite, traduite par l'expression I.1, augmente avec le pourcentage massique en carbone.

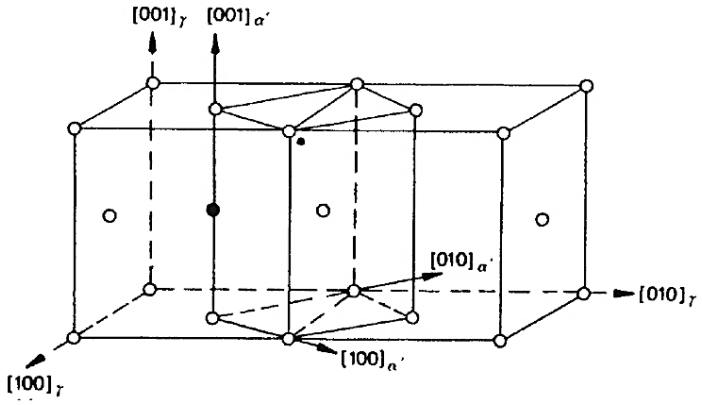


Figure I.2 : Correspondance entre un cristal CFC (maille γ) et la maille cristalline tétragonale centrée de la martensite (maille α'), a et c définissent les paramètres de la maille.

$$\frac{c}{a} = 1 + 0.045\ \%C \tag{I.1}$$

La conséquence directe est que pour des aciers à très bas carbone, la structure serait cubique centrée et sans distorsion du réseau cristallin. La martensite est une microstructure métastable issue d'une transformation dite displacive, à savoir un changement de phase sans diffusion atomique. Cette transformation se produit par une déformation homogène de l'austénite. La déformation nécessaire pour transformer la structure CFC de l'austénite en structure tétragonale compacte a été proposée par Bain, 1924 ; il se produit une compression d'environ 17% le long de l'axe $[0\ 0\ 1]_\gamma$ et une dilatation uniforme d'environ 12% dans le plan $(0\ 0\ 1)_\gamma$. A l'issue de la trempe, la martensite possède une dureté dont la principale cause est la sursaturation en carbone de la solution solide. Théoriquement, ce mécanisme induit une dépendance de la dureté en racine carrée de la concentration en soluté [2]. La fig.I.3 illustre un exemple de corrélation entre la dureté de la martensite et le pourcentage de carbone pour des nuances d'acier faiblement alliée, elle est issue de Hardy Mohbacher, 2013 [3]. Cette corrélation est en pratique linéaire. Hutchinson et *al.* 2011 [4] sur des aciers contenant 0.1 à 0.5%C, expliquent que l'effet de la saturation en carbone sur la dureté de la martensite demeure au premier ordre même lorsque la martensite obtenue

provient d'une austénite déformée jusqu'à 30%. Plus simplement, la contribution de la dureté causée par la déformation de l'austénite est négligeable devant celle due à la sursaturation de la solution solide.

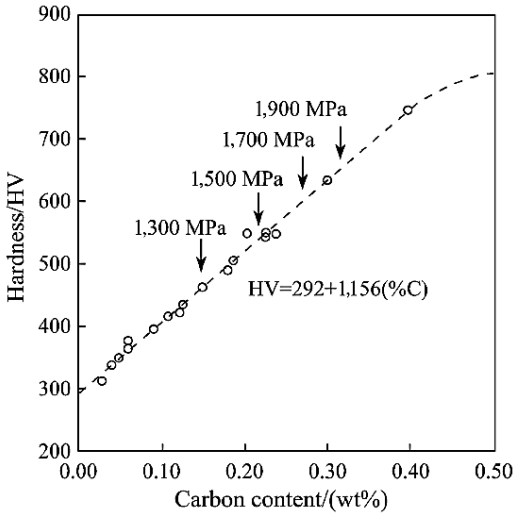


Figure I.3 : Lien entre le pourcentage en carbone et la dureté de la martensite d'après Hardy Mohbacher, 2013 [3].

À l'échelle du grain, la martensite se développe dans l'austénite à une vitesse de l'ordre du tiers de la vitesse du son dans le matériau en induisant un changement de volume important. Ce changement de volume induit de fortes contraintes internes qui conduisent à la formation d'irrégularités de surface sur un échantillon plan préalablement poli. La martensite possède une microstructure complexe qui peut être hiérarchisée comme suit : les paquets, les blocs, les sous-blocs et les lattes (fig.I.4).

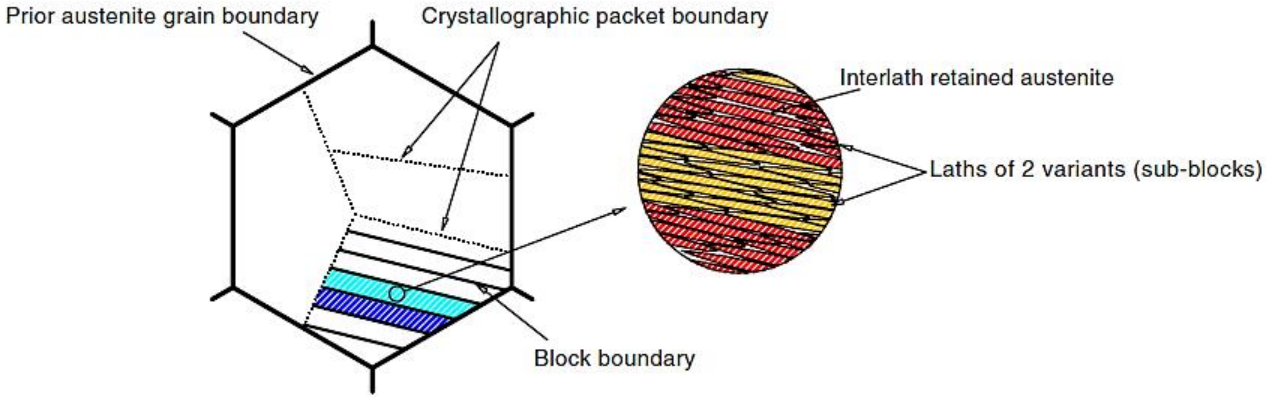


Figure I.4 : Représentation hiérarchique de la martensite constituée de quatre paquets, des blocs, des sous-blocs et des lattes de martensite, d'après Maresca et *al.* 2014 [5].

Un joint de paquets est souvent tortueux, rarement plan ; c'est le lieu de rencontre entre les lattes qui grandissent dans le même grain γ. Les paquets sont constitués de blocs qui sont un regroupement de lattes faiblement désorientées cristallographiquement. Selon la composition chimique, la martensite peut prendre différentes morphologies dont les plus courantes sont : les lattes à trois dimensions ($L \times l \times e$) très différentes et les plaquettes dont la longueur et la largeur sont du même ordre de grandeur mais l'épaisseur reste fine. Dans les aciers faiblement alliés, la martensite est le plus souvent en lattes, ce sera sans doute le cas pour la nuance 40CrMo4 de l'étude. Suivant la composition de l'acier, on peut identifier de l'austénite résiduelle [6] entre les lattes de martensite. Suivant sa stabilité, l'austénite contribue de manière bénéfique ou néfaste au comportement à rupture des aciers trempés [7].

Liang et *al.* 2017 [8] montrent, à partir de mesures quantitatives sur des micrographies, que la taille des paquets de lattes et celle des blocs augmentent avec la taille de grain austénitique (fig.I.5), ce qui est en relation avec l'augmentation de la température d'austénitisation.

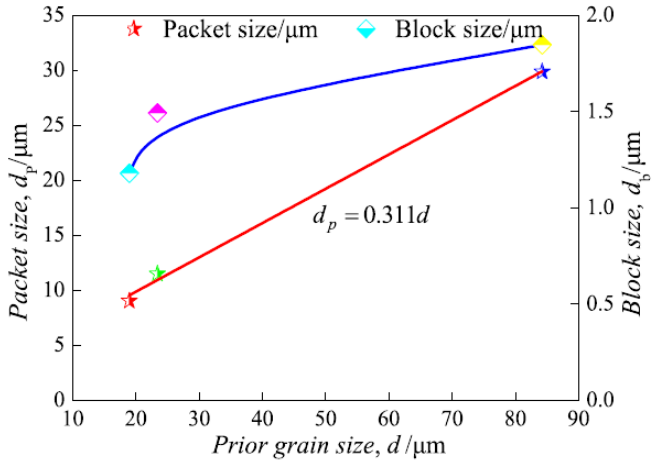


Figure I.5 : Relation entre la taille des paquets d_p et la taille des blocs d_b avec la taille de grain d'austénite primaire d, d'après Liang et *al.* 2017 [8].

La fig.I.6 présente les stades de la transformation martensitique à l'échelle du grain d'austénite primaire, elle est issue des travaux de Morsdrorf et *al.* 2015 [3] sur un acier bas carbone Fe-0.13C-5Ni (%massique). Dans ces travaux plutôt récents, une caractérisation couplant l'imagerie par contraste de canalisation des électrons, la diffraction des électrons par EBSD, la microscopie en transmission, la tomographie et la nano indentation a permis d'étudier les variations des propriétés à l'échelle des lattes de la martensite. On voit que la transformation débute avec la formation des lattes épaisses, suivie par la formation des lattes fines vers la fin de la transformation martensitique. Pour les aciers ayant moins de 0.5% de carbone, les lattes fines peuvent avoir une épaisseur allant jusqu'à 500nm. Les lattes épaisses quant à elles ont une épaisseur parfois supérieure à 1.5μm, elles se forment souvent à partir des joints de grains. La formation des lattes épaisses s'explique par le fait que juste avant la température de début de

transformation martensitique M_s, la densité de dislocations est moindre dans le grain γ, ce qui favorise la croissance et la coalescence des lattes. Proche de la température M_f , la distorsion du réseau et l'augmentation de la densité de dislocations entrainent une modification de l'énergie interne, ce qui ralentit la croissance puis la coalescence des lattes nouvellement formées, d'où les lattes fines. On peut voir sur la même figure que la densité de dislocations est plus importante dans les lattes fines, comparé aux lattes épaisses. Pour compléter ce commentaire sur la formation des lattes épaisses, Morsdrorf et *al* ont comparé la fraction de lattes épaisses formées avec deux autres microstructures : un acier avec 0.3% C (celui de droite sur la fig.I.5.b) et un acier de même composition que l'acier étudié dans leurs travaux, mais de taille de grain austénitique plus petite austénitisé à 50°C de moins (celui de gauche sur la fig.I.5.b). Les résultats montrent que la fraction surfacique de lattes épaisses formées est moindre dans ces deux derniers cas, à savoir 4.7% pour l'acier de taille de grain faible et 3.9% pour l'acier à 0.3%C en comparaison à l'acier de cette étude (8.8%). Ces compléments d'information (fig.I.5.c) s'expliquent en ce sens que la teneur en carbone ou la diminution de la taille de grain austénitique augmentent la résistance de l'austénite à la transformation.

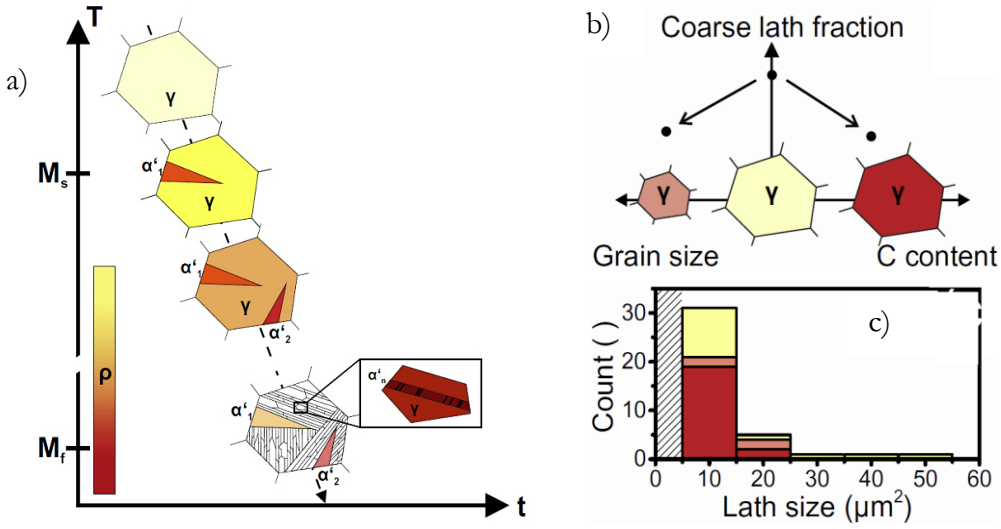


Figure I.6 : a) Représentation schématique de la transformation martensitique à l'échelle du grain d'austénite primaire sur un repère temps - température. Le paramètre ρ représente la densité de dislocations. Puis b) effet de la taille de grain austénitique et de la teneur en carbone sur la fraction des lattes épaisses et c) mesure de la taille des lattes dans les microstructures c), d'après Morsdrorf et *al.* 2015 [3].

Le point M_S est principalement affecté par la composition chimique de l'acier d'une part et aussi, comme on l'a introduit plus haut, par la taille de grain austénitique. Concernant la composition chimique, le carbone par exemple abaisse considérablement le point M_S [9]. Plusieurs corrélations exprimant la diminution de M_S avec l'augmentation du taux de carbone sont proposées dans la littérature en l'occurrence par Stevens et Haynes, 1956 [11] puis Andrews, 1965

[10]. Par ailleurs, les travaux de Izumiyama et *al.* 1970 [12] mettent en exergue la contribution des éléments d'alliage sur M_S, à savoir que certains éléments tendent à l'augmenter (Al, Ti, Nb et Co) et d'autres à la diminuer (Si, Cu, Cr, Ni et Mn). La fig.I.7 donne l'évolution de la température M_S avec la taille de grain austénitique, elle indique que les grains grossiers favorisent la transformation martensitique. En effet, l'affinement des grains austénitique conduit à un renforcement de l'austénite à travers une augmentation de la densité de dislocation ; ce qui conduit à une augmentation de l'énergie libre qui vient s'opposer à la transformation martensitique.

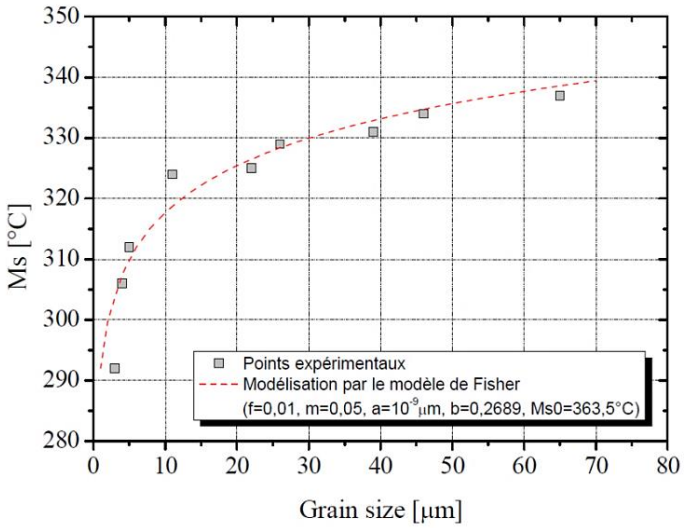


Figure I.7 : Evolution du point M_S avec la taille de grain austénitique d'un acier 0.13C-5Ni-2.27Mn. Yang et Bhadeshia, 2009 [13].

On retient que pour l'acier 40CrMo4, on peut s'attendre à la présence des paquets, des blocs et des lattes de martensite. Etant donné la teneur en carbone, on peut s'attendre à un état brut de trempe ayant une dureté supérieure à 600HV.

I.2.2. La bainite

Si l'on revient à l'état d'austénitisation de la fig.I.1, pour les aciers de type 4140 ou 4340, les gammes de vitesses de refroidissement comprises entre la vitesse critique de trempe martensitique M_S et la vitesse de formation de la perlite conduisent à la bainite. Contrairement à la transformation martensitique qui se fait sans diffusion (si l'on considère une transformation complète sans auto-revenu), la transformation bainitique est généralement accompagnée de la précipitation des particules de cémentite, ce qui implique que cette transformation met en jeu les mécanismes de transformation displacifs et diffusifs. Bhadeshia et Honeycombe, 2006 [1] indiquent, à la suite de Mehl, 1939 [14] que la nature de la bainite change avec la température de transformation, on en distingue ainsi deux types à savoir : la bainite supérieure et la bainite inférieure. Ajoutons que Ohtani et *al.* 1990 [15] ont proposé, au moyen de l'analyse des clichés de diffraction en microscopie en transmission, une classification des bainites en trois types basée sur

la distribution des carbures : la bainite de type I qui est une bainite sans carbure alors que les types II et III correspondent respectivement aux bainite inférieure et supérieure. Enfin, Gourgues et *al.* 2000 [16] ont montré qu'il est possible de distinguer les structures de bainite inférieure, supérieure et granulaire suivant les angles de désorientation mesurés sur des cartographies EBSD. C'est la première classification que nous retenons dans la suite de cette section car elle couple les vitesses de refroidissement lors de la trempe et les observations des microstructures.

- **La bainite supérieure**

Pour les aciers à haute résistance formant essentiellement de la cémentite (bas Si), la bainite supérieure se forme généralement dans une gamme de températures allant de 627 à 400°C. Sa microstructure consiste en des fines plaquettes de ferrite de dimensions typiques 0.2 × 10 (µm) qui sont des lattes de bainite ainsi que des particules de cémentite. Du point de vue cristallographique, les lattes de bainite sont soit séparées par de faibles désorientations [17], soit par des particules de cémentite, soit par les deux. Une illustration pour cette dernière affirmation est présentée sur la fig.I.8. Les particules de cémentite précipitent à partir de l'austénite sursaturée en carbone. Précisons également que la nature des carbures formés aux joints de lattes peut varier suivant la concentration en éléments d'alliage. Au-delà des joints de lattes, la précipitation des carbures se fait également aux joints de grains austénitiques, on verra plus loin dans ce manuscrit qu'elle a une influence sur les propriétés à rupture, d'autant plus que les joints de grains étant des sites favorables à la germination, on peut s'y attendre à des carbures grossiers car formés tôt pendant le refroidissement.

Figure I.8 : Microstructure de la bainite supérieure illustrant la distribution des particules de cémentite entre les lattes de ferrite bainitique (cas d'un acier AISI4340). D'après Bhadeshia, 2001 [18].

- **La bainite inférieure**

Pour les mêmes conditions chimiques que précisé plus haut, la bainite inférieure se forme entre 400 et 250°C. La fig.I.9 présente des microstructures de bainite inférieure pour des aciers bas-carbone. Tout comme la bainite supérieure, la bainite inférieure est constituée de lattes de ferrite et de cémentite, sauf que comme on peut le voir ci-dessous la précipitation des particules

de cémentite se fait parfois dans les lattes de ferrite du fait de la sursaturation en carbone. Deux cas de figure sont généralement rencontrés : une précipitation suivant un variant cristallographique préférentiel dans chacune des lattes avec un axe orienté de 60° environ par rapport à la direction de la latte de ferrite, ou une précipitation avec plusieurs variants. Notons également qu'on peut retrouver, au niveau des joints de lattes, des précipités formés par enrichissement du carbone repartie dans l'austénite. Par comparaison avec la bainite supérieure, les carbures formés dans la bainite inférieure sont plus fins, avec quelques nanomètres d'épaisseur et une longueur pouvant aller jusqu'à 500nm [1]. L'une des raisons est que le carbone présent dans les lattes de ferrite s'y trouve en faible quantité. On verra par la suite que cette différence de taille de particules de cémentite et de répartition spatiale confère à la bainite inférieure de meilleures propriétés mécaniques, en comparaison avec la bainite supérieure.

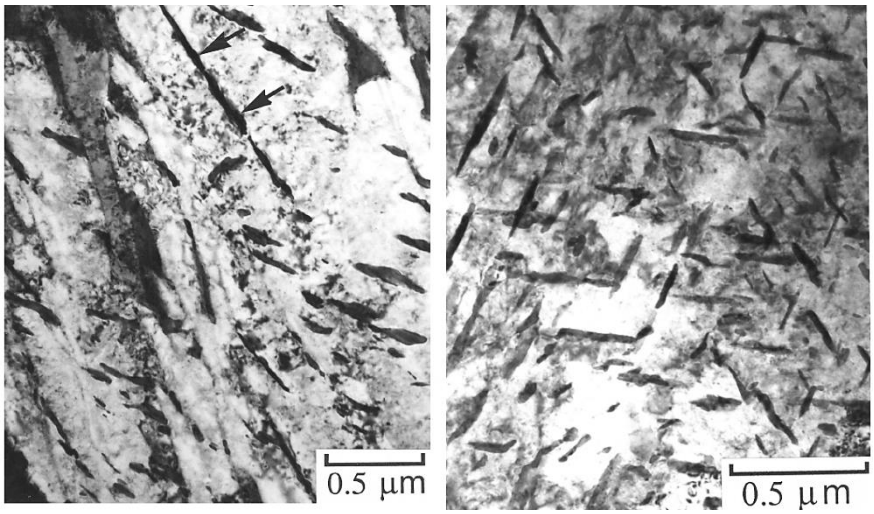


Figure I.9 : Microstructure de la bainite inférieure dans un acier Fe-0.3C-4.08Cr en pourcentages massiques avec : a) bainite inférieure après une transformation isotherme à 435°C pendant 30 min et b) bainite inférieure avec plusieurs variants de carbures après une transformation isotherme à 415°C pendant 50min. D'après Bhadeshia, 2001 [18].

La fig.I.10 donne une illustration de la précipitation des particules de cémentite lors de la formation des deux types de bainite. On voit que lorsque la température de début de transformation bainitique B_S diminue, on tend vers la formation de la bainite inférieure avec une précipitation préférentielle dans les lattes de ferrite et la réduction de la précipitation aux joints de lattes. Une fois que la latte de bainite sursaturée en carbone s'est formée, dans la fenêtre de température propice à la formation de la bainite inférieure, la diffusion du carbone est moins rapide comparé à la fenêtre de formation de la bainite supérieure, puisque le temps nécessaire à la redistribution du carbone est plus important à cette température relativement basse. Une partie du carbone qui sature initialement la latte de bainite se répartit dans l'austénite résiduelle, pour ensuite former les précipités aux joints de lattes. Une autre partie du carbone favorise la formation des particules de cémentite dans les lattes. Dans le cas de la bainite supérieure, la fenêtre de

température est propice à la décarburation de la latte sursaturée, ce qui favorise la diffusion du carbone sur des longues distances et donc la formation des carbures uniquement aux joints de lattes.

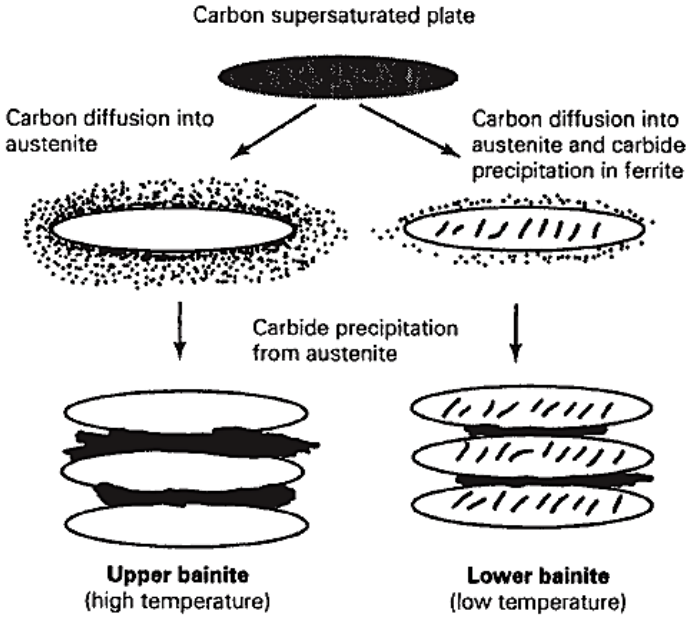


Figure I.10 : Illustration de la transition de la bainite supérieure à la bainite inférieure d'après Takahashi et Bhadeshia, 1990 [19].

Baozhu et Krauss, 1986 [20] ont préparé des échantillons à partir d'un acier 4340 en variant la température de revenu afin d'identifier les constituants de la microstructure. L'austénitisation est faite à 870°C pendant 1h et la taille de grain austénitique de l'ensemble des échantillon se situe entre 45 et 60µm. Ils expliquent que pour des températures de transformation isotherme de 280°C, 330°C et 430°C, les microstructures obtenues sont respectivement constituées de martensite + bainite inférieure, de la bainite inférieure et de la bainite supérieure. Ces résultats donnent une idée sur ce que l'on peut attendre en termes de formation des microstructures dans l'acier de l'étude.

On verra plus en détail au Chapitre II que les microstructures obtenues dans les conditions industrielles présentent généralement, en plus de la martensite, un mélange entre bainite supérieure et bainite inférieure. On observe que la transformation bainitique débute avec la formation de la bainite supérieure, puis cette dernière est suivie localement par la formation de la bainite inférieure.

A la suite de la trempe comme on l'a vu sur la fig.I.1, il est indispensable de réaliser un traitement de revenu pour obtenir des pièces dont les propriétés mécaniques sont conformes aux cahiers des charges client. Dans la section I.2.3, on s'intéresse aux effets du traitement de revenu

sur la microstructure ; ce traitement est à l'origine de modifications en termes de précipitation et de restauration des dislocations qui contribuent à adoucir la martensite.

I.2.3. La martensite revenue

A la suite de la trempe, on réalise généralement un traitement de revenu dans une gamme de températures allant de 150 à 700°C environ. Ce traitement conduit à une microstructure dite : martensite de revenu ou simplement martensite revenue. Comme on l'a vu dans la section I.2.1, la transformation martensitique induit une forte densité de dislocations dans la martensite, à l'intérieur des lattes les plus fines, une sursaturation en carbone de la solution solide et parfois de l'austénite résiduelle entre les lattes. Suivant la température de traitement, le revenu va à la fois favoriser la restauration d'une bonne partie des dislocations, la recristallisation de la martensite, la décomposition de l'austénite résiduelle éventuellement présente, et surtout comme on va le décrire, favoriser la précipitation des carbures. Les mécanismes généraux mis en jeu lors du revenu ont été largement décrits dans la littérature, en l'occurrence par Krauss, 1984 [21], Constant et Henry, 1986 [22] puis Bhadeshia et Honeycombe, 2006 [1]. Globalement, ils se décomposent en quatre étapes qu'on peut décrire comme suit :

- **Jusqu'à 200°C : Précipitation des carbures de fer ε et perte partielle de la tétragonalité du réseau de la martensite.**

Pour les aciers moyens et haut carbone (0.3 – 1.5% massique), la martensite n'est pas stable à la température ambiante parce que les atomes de carbone en insertion peuvent diffuser. Le carbone en solution solide peut notamment diffuser au niveau des dislocations et aux joints de lattes et former des amas précurseurs de la précipitation. Cette instabilité s'accentue avec la montée en température et la diffusion des atomes de carbone favorise la formation des carbures de fer ε qui sont des carbures de transition.

- **Entre 200°C et 300°C : décomposition de l'austénite résiduelle.**

Dans cette fenêtre de température, l'austénite résiduelle éventuellement présente se décompose en bainite et en cémentite. Les travaux de Roberts et *al.* 1953 [23] ont détecté cette étape par des mesures de diffraction des rayons X et de dilatométrie. Les auteurs expliquent que cette austénite reste difficilement identifiable par une observation directe. Les travaux de Speich et Leslie 1972 [24] renseignent que pour les aciers à 0.4%C, le pourcentage d'austénite résiduelle présent dans la microstructure au terme du revenu est inférieur à 1% ; on peut donc s'attendre à ne pas en trouver dans l'acier de l'étude.

- **Entre 300°C et 350°C : Perte de la tétragonalité du réseau de la martensite et remplacement des carbures ε par de la cémentite.**

Cette réaction qui démarre autour de 100°C atteint sa maturation vers 300°C. Les carbures de fer ε sont les sites préférentiels de germination des particules de cémentite Fe_3C. Leur taille peut atteindre jusqu'à 200nm de long et 15nm d'épaisseur [1] et elles sont situées préférentiellement

aux joints et à l'intérieur des lattes de martensite. Les particules de cémentite vont également précipiter aux joints de grains austénitiques, ce qui peut être à l'origine de fragilisation.

- **Au-delà de 400°C : Coalescence de la cémentite, recristallisation de la ferrite.**

A ce niveau, les particules de cémentite gagnent en taille mais de nouveaux carbures alliés peuvent se former suivant la composition chimique de l'acier. Il faut préciser que ce phénomène se produit continuellement jusqu'à 700°C au moins. En fonction de la teneur en carbone et de la composition chimique de l'acier, on peut assister à une restauration de la structure en lattes, ce qui conduit à des cellules et des particules de cémentite préférentiellement aux joints de grains parce qu'il y est plus simple pour les atomes de diffuser ; une illustration d'un acier Fe-0.17C est fournie sur la fig.I.11.

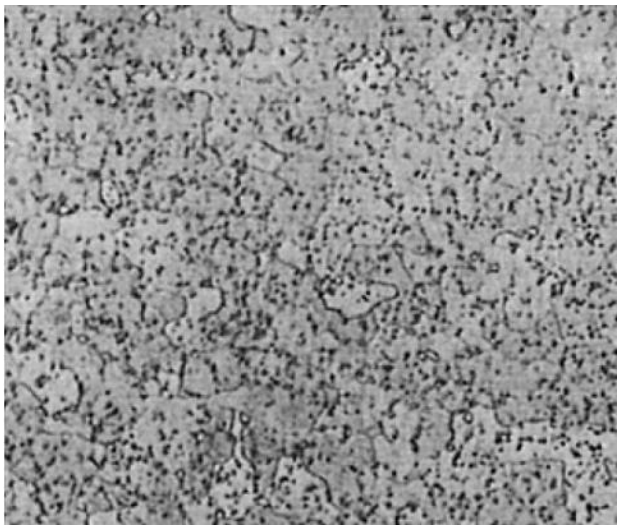


Figure I.11 : Microstructure en optique d'un acier Fe-0.17C, trempé à l'eau à partir de 900°C et revenu à 650°C pendant 5h. Les points noirs sont des particules de cémentite, d'après Bhadeshia et Honeycombe, 2006 [1].

Les mécanismes en jeu lors des étapes décrites précédemment sont fortement dépendants de la composition en éléments d'alliage de l'acier. La fig.I.12 présente l'évolution de la dureté avec la température de revenu par exemple, Speich et Leslie 1972 [24] ont préparé des échantillons d'alliages Fe-C pour des teneurs en carbone allant jusqu'à 0.39%. Les échantillons ont été austénitisés dans le vide puis trempés à l'eau salée de manière à obtenir une transformation martensitique complète et sans précipitation de carbures. A l'état brut de trempe, on peut voir que l'ensemble des aciers présentent une dureté élevée. A partir de 100°C, la dureté diminue parce que l'ensemble du processus de ségrégation du carbone dans les défauts (dislocations par exemple) est complet. On voit aussi que la formation des carbures de fer ε cause une baisse de la dureté, il en est de même de la précipitation des particules de cémentite entre 300 et 400°C qui sont globulisées à plus haute température. Ajoutons que la contribution de la restauration des dislocations qui peuvent se réarranger pour former des sous joints tel qu'illustré sur la fig.I.13.a,

puis la recristallisation (fig.I.13.b) de la matrice à haute température vont accentuer la baisse de dureté.

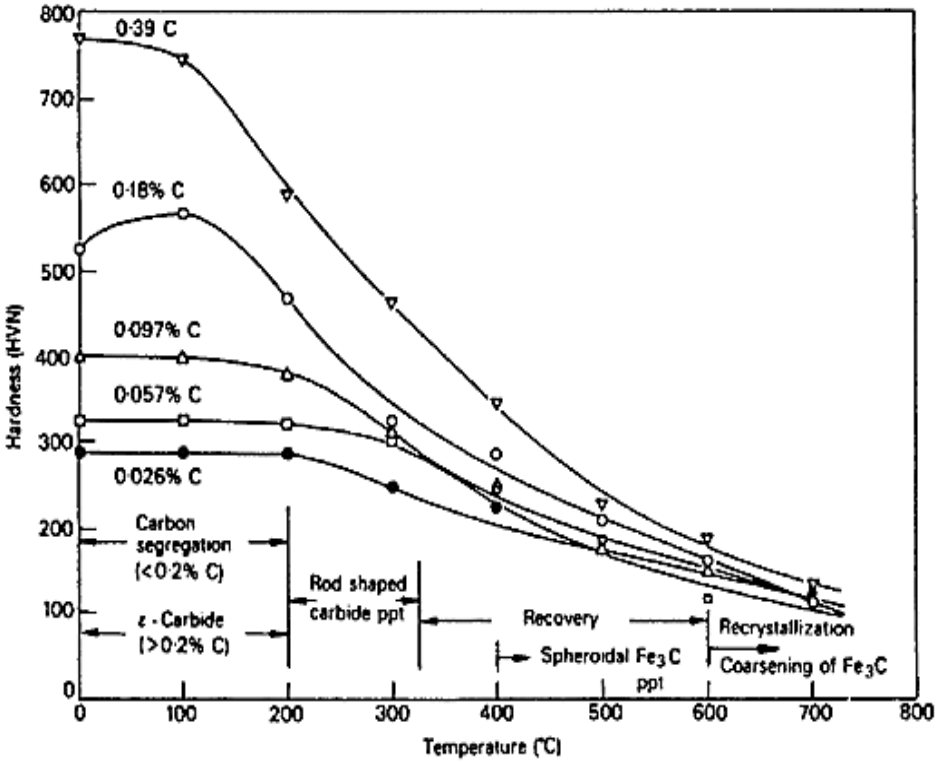


Figure I.12 : Variation de la dureté en fonction de la température de revenu des aciers Fe-C martensitiques, le revenu a été réalisé pendant 1h et les résultats sont issus de Speich et Leslie, 1972 [24].

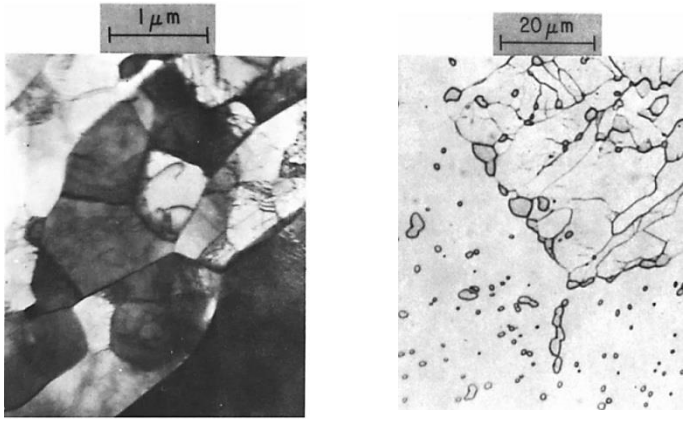


Figure I.13 : Micrographie en transmission : a) restauration de la martensite revenue d'un acier Fe-0.18C revenu à 600°C pendant 10min et b) recristallisation partielle de la même nuance après 96h à 600°C [24].

Pour les aciers alliés, les éléments d'alliage tels que Cr, Mo, le V et Ti peuvent également contribuer à une augmentation de la dureté dans la fenêtre de température allant de 400 à 600°C : on parle de durcissement structural. Une illustration est présentée sur la fig.I.14. Ce durcissement résulte très généralement du remplacement des particules grossières de cémentite Fe_3C, qui vont se dissoudre et céder la place aux carbures de taille plus fine de type TiC, V_4C_3, Mo_2C. Si on s'intéresse au cas précis de l'effet de Cr sur le revenu, la fig.I.14 consolide que cet effet est moins marqué comparé aux éléments Mo, V, Ti et V. La séquence de précipitation des carbures de chrome est donnée comme suit :

$$Matrice \rightarrow (Fe,Cr)_3C \rightarrow Cr_7C_3 \rightarrow Cr_{23}C_6$$

De manière générale, ce sont les carbures Cr_7C_3 qui précipitent à la suite de la dissolution des particules de cémentite et ce sont ceux qu'on identifie le plus fréquemment. Bhadeshia ajoute qu'ils ne sont quasiment pas présents dans les aciers contenant moins de 1% de Cr. L'ajout de Cr engendre peu ou pas de durcissement secondaire, c'est le cas jusqu'à 4%Cr par exemple sur la fig.I.15. En effet, il semble que les carbures Cr_7C_3 grossissent rapidement autour de 550°C, ce qui n'est pas favorable au durcissement. Cependant, il faut aller jusqu'à une teneur de 12%Cr pour observer une augmentation significative de la dureté lors du revenu. Cette augmentation de la dureté s'explique par la précipitation des carbures $Cr_{23}C_6$ à la fois aux joints de lattes et de grains austénitiques au détriment des Cr_7C_3 qui éventuellement finissent par disparaître de la microstructure.

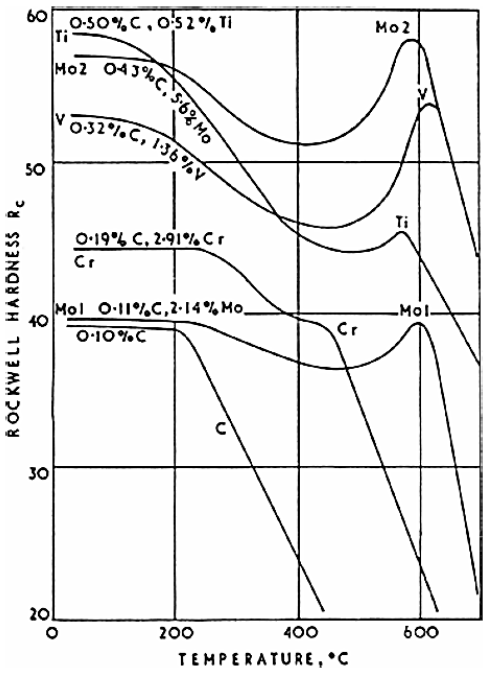


Figure I.14 : Durcissement secondaire des aciers avec les éléments d'addition Mo, Ti V et Cr [24].

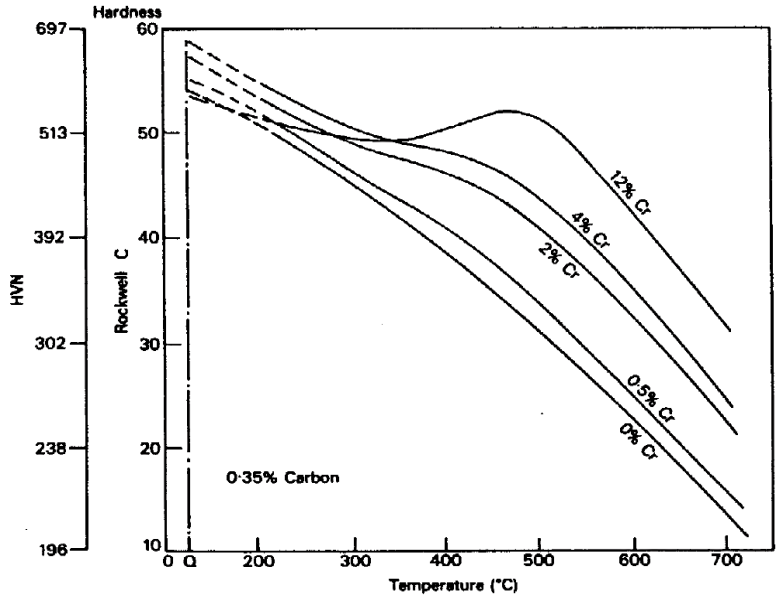


Figure I.15 : Effet du chrome sur la dureté après revenu d'un acier à 0.35%C, d'après Bain et Paxton, 1961[25].

Au regard des observations précédentes, on voit que certains éléments d'alliage modifient la séquence de précipitation, mais il semble que c'est entre autres la taille de la seconde population des précipités qui est pointée dans l'amélioration du niveau de résistance. Nous nous sommes appuyés sur deux études pour consolider ce constat.

La première étude concerne les travaux de Michaud et *al.* 2007 [26]. Elle porte sur l'amélioration du niveau de résistance à haute température d'un acier martensitique de type AISI H11 contenant près de 0.4%C et 5%Cr. Le durcissement secondaire est décalé vers les hautes températures de revenu. Dans cette étude, la diffraction des rayons X et la microscopie en transmission ont été mises à contribution pour caractériser les précipités. Le Tableau I.1 fournit les caractéristiques des trois populations de carbures caractérisés dans les microstructures de cette étude. Ajoutons que dans ces populations de carbures, les deux premières sont de type M_7C_3 alors que la troisième est de type $M_{23}C_6$. Les résultats de l'étude renseignent que parmi les éléments d'alliage W, Mo, Nb, V, Co et Ni, seuls les éléments V, Mo et Ni modifient la séquence de précipitation, principalement par la première population des carbures. Pour le cas du nickel plus précisément, les auteurs ajoutent qu'il abaisse la solubilité du carbone dans la martensite, d'où une meilleure sursaturation, ce qui est un moteur pour la formation de nouveaux carbures alliés. On note sur la fig.1.16 une évolution de la limite d'écoulement à 550°C avec la fraction des plus petits précipités (première population de taille ≈ 1.5nm) suivant une double pente. Pour des fractions volumiques inférieures à 0.6%, l'augmentation est significative, mais elle sature au-delà de 0.6% de petits précipités de taille ≈ 1.5nm, où la densité des carbures n'a plus d'effet sur la limite d'écoulement à 550°C. Ce sont les mécanismes d'Orowan qui sont avancés pour expliquer ces tendances.

Tableau I.1 : Estimation de la densité de particule N, la distance moyenne entre particules d et la fraction de particules f_p [26]

	First population	Second population	Interlath + primary carbides
Average radius (nm)	≈1.5	≈15	$r > 80$
f_p(%)	$0.4 < f_p < 0.5$	$1.5 < f_p < 2.5$	$2 < f_p < 3$
$N = \frac{f_p}{(4/3)\pi r^3}$ (m^{-3})	$2 \times 10^{23} < N < 4 \times 10^{23}$	$10^{21} < N < 2.10^{21}$	$N < 10^{19}$
$d = 1.18r\sqrt{2\pi/3f_p}$ (nm), see Refs. [25,26]	$36 < d < 41$	$160 < d < 210$	Above the mean width of martensitic laths

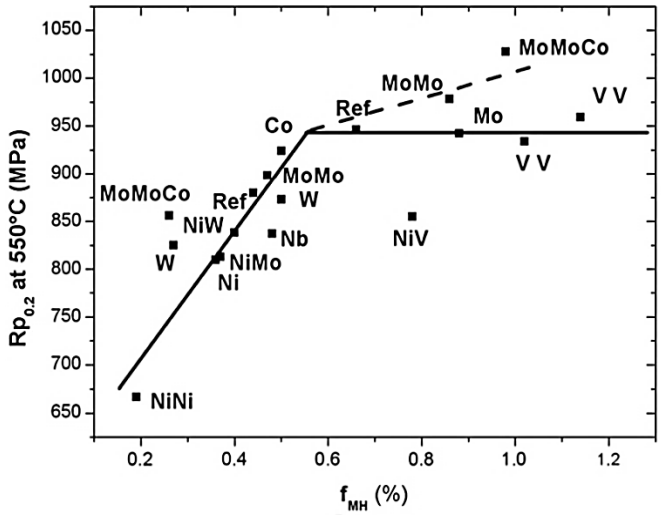


Figure I.16 : Durcissement secondaire des aciers avec les éléments d'addition Mo, Ti V et Cr [26].

Delagnes et *al.* 2012 [27] ont proposé une approche pour le developpement des aciers à haute résistance et haute ténacité en modifiant les séquences de précipitation. L'étude a porté sur un acier martensitique à haute résistance de composition chimique 0.2C-2.5Cr-1.4Mo-11Ni avec pour objectif d'ajouter de l'aluminium pour déclencher un durcissement secondaire en favorisant la précipitation des intermétalliques et des carbures M_2C tout en éliminant la cémentite. Sur la fig.I.17, on note que les meilleures performances sont obtenues sur les échantillons revenus à 500°C pendant 1h. Ces performances sont en relation avec une densité élevée d'intermétalliques et de carbures M_2C. Les auteurs mettent en avant que les intermétalliques favorisent une distribution plus homogène des carbures et que c'est cet effet qui justifie l'amélioration des performances mécaniques dans l'alliage 1014 notamment.

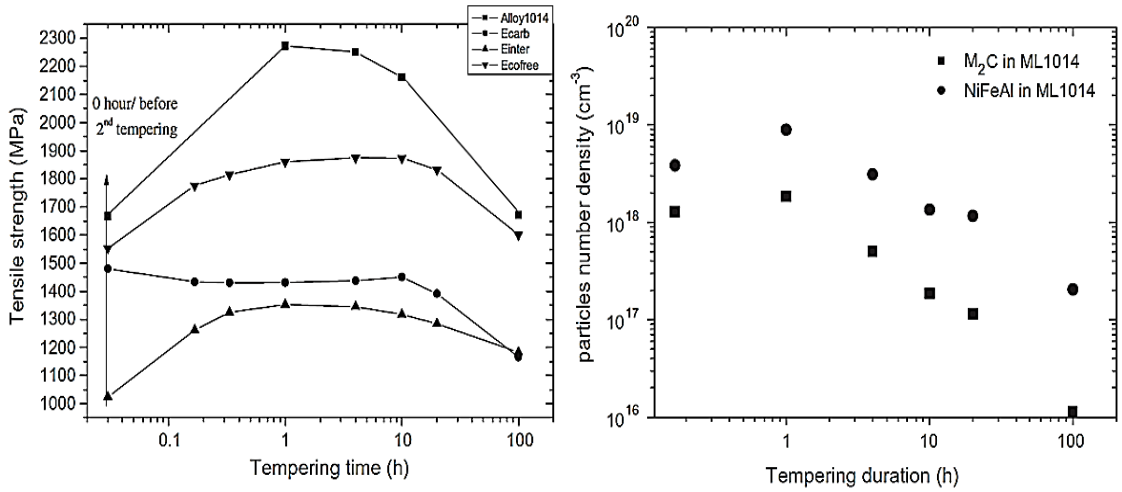


Figure I.17 : Effet du temps du revenu à 500°C sur : a) la résistance mécanique en traction et b) sur la mesure par diffusion inélastique des neutrons de la densité des précipités M_2C et des intermétalliques Ni-Fe-Al [27].

En résumé, la microstructure des aciers à haute résistance est un ensemble multi échelle complexe constitué des paquets, des blocs, des sous-blocs, des lattes et des précipités. Pour ces derniers, la distribution des carbures de seconde phase en particulier joue un rôle de renfort dans le matériau du fait de leur taille très fine. Pour le matériau de l'étude, on peut s'attendre à la formation de la martensite et de la bainite supérieure et inférieure suivant les températures de revenu en jeu. On sera également attentif à la formation des carbures de Cr ou de Mo dans les échantillons qui seront préparés. On peut enfin s'attendre à une restauration complète des dislocations pour les échantillons revenus à 600°C, puis on fera attention à un début de recristallisation pour des échantillons revenus au-delà de 600°C. A la suite de ces éléments de base sur les aciers trempés-revenus, on s'intéresse à présent à l'évolution des performances mécaniques des nuances à haute résistance, en relation avec la microstructure.

I.3. Comportement – Rupture des aciers trempés-revenus et effet de la microstructure

Cette partie porte sur le lien entre microstructure et propriétés mécaniques des aciers trempés-revenus à haute résistance, du moins l'essentiel de ce qui est connu dans la littérature. On insistera autant que possible sur les études centrées sur les nuances 41×× ou leurs voisines 43××. L'idée étant de comprendre comment ces entités microstructurales affectent le comportement élastoplastique (section I.3.1) et à rupture (section I.3.2). Pour ce dernier, on va se focaliser sur le comportement en résilience, qui est un des essais de référence matière des cahiers des charges client pour les nuances pour application *off-shore*. Il faut garder en mémoire que l'objectif de nos travaux est de se mettre sur la piste des entités microstructurales à explorer et susceptibles d'être introduites comme paramètres d'entrée d'un modèle prédictif de la résilience basé sur la microstructure.

I.3.1. Comportement élastoplastique

G. Krauss, 1995 [28] a récapitulé des résultats issus de campagnes expérimentales de traction sur les nuances de type 41×× dont une illustration est présentée sur la fig.I.18. Les nuances considérées ici sont 4150, 4140 et 4130, toutes trempées puis revenues à 150°C. On note l'effet des éléments d'alliage (Tableau I.2), qui est traduit par une augmentation du niveau de résistance accompagné de la diminution de la capacité de déformation quand la teneur en carbone augmente.

Tableau I.2 : Teneur en éléments d'alliage des nuances 4130, 4140 et 4150 [29].

Nuances	C			Cr	Mo	Mn	Si	P	S
4130	0.28-0.33			0.80-1.10	0.15-0.25	0.40-0.60	0.15-0.35	0.035	0.040
4140	0.38-0.43	0.80-1.10	0.15-0.25	0.75-1.00	0.15-0.35	0.035	0.040		
4150	0.48-0.53	0.80-1.10	0.15-0.25	0.75-1.00	0.15-0.35	0.035	0.040		

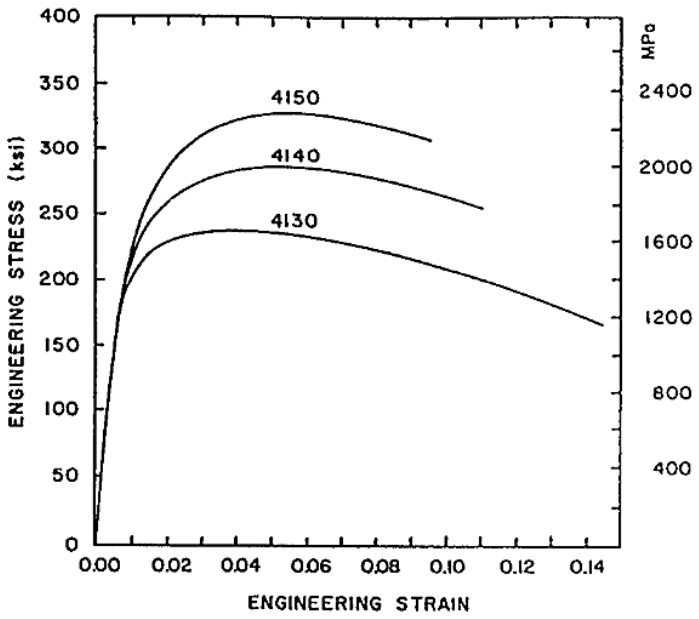


Figure I.18 : Courbe ingénieur contrainte – déformation d'aciers 4130, 4140 et 4150 trempés et revenus à 150°C [28].

La dépendance des propriétés mécaniques des aciers 41×× trempés-revenus envers la teneur en carbone est illustrée par la fig.I.19.a sur laquelle on voit également que le rapport entre la résistance maximale en traction (UTS) et la limite d'écoulement (YS) augmente avec la teneur en carbone. Ce rapport traduit la capacité d'écrouissage, ce qui indique une résistance à la striction

plus élevée lorsque la teneur en carbone augmente. Contrairement aux niveaux de résistance, la fig.I.19.b montre que la capacité de déformation baisse considérablement quand la teneur en carbone augmente. L'une des raisons est que les aciers à haute résistance ont une forte tendance à la localisation de la déformation plastique du fait de la distribution des particules de cémentite. En effet, la population des particules de cémentite augmente en nombre avec la teneur en carbone, une illustration de la population de carbures de cémentite sur un acier proche du 4140 est fournie sur la fig.I.20.a. Pour des teneurs en carbone élevées, la capacité de déformation est largement épuisée lorsque la résistance maximale est atteinte, ce qui conduit généralement à une rupture plus tôt au-delà de la striction. Les corrélations de la fig.I.20.b proposées par Curry et Pratt, 1979 [30] permettent de comprendre ces effets antagonistes, en ce sens que pour les aciers trempés-revenus à haute résistance, les niveaux de résistance importants sont atteints lorsque les particules de cémentite sont plus proches les unes des autres, ce qui peut induire une sensibilité plus élevée à la localisation de la déformation plastique donc une rupture anticipée.

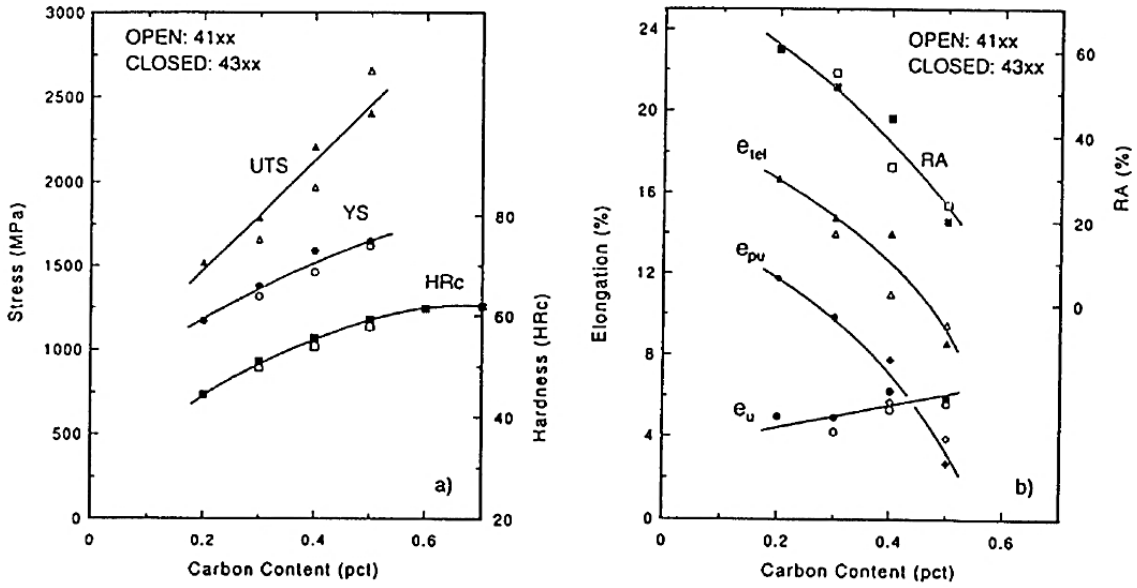
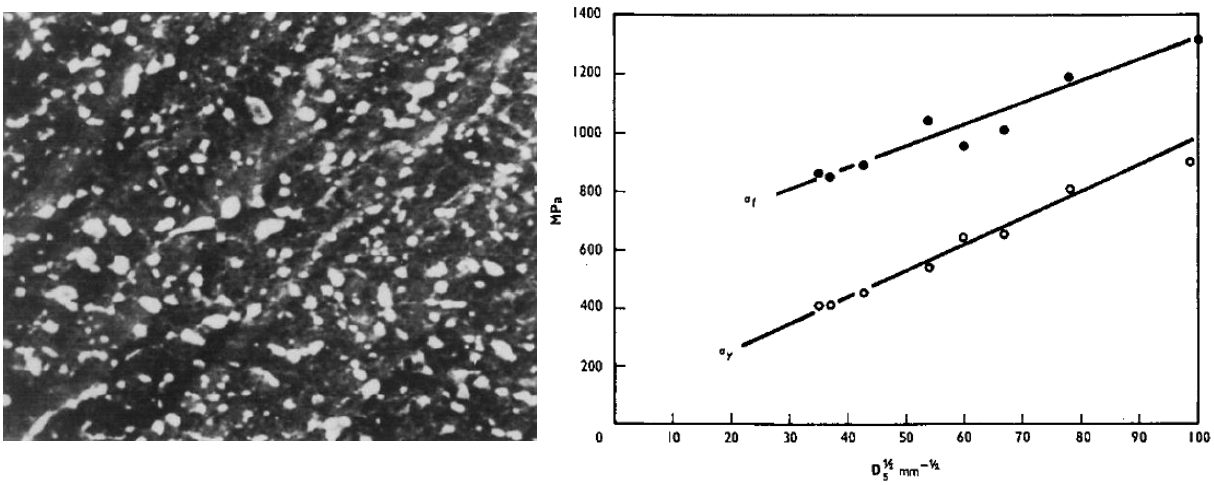


Figure I.19 : Propriétés mécaniques des nuances 41×× et 43×× en fonction de la teneur en carbone avec : a) résistance en traction et dureté Rockwell et b) allongement total à rupture et réduction de diamètre. [28]. RA est la réduction d'aire à rupture, e_u l'allongement maximum répartie, e_{pu} l'allongement et e_{tot} l'allongement total à rupture.



.Figure I.20 : a) Microstructure trempée-revenue d'un acier proche de la nuance 4140, grandissement ×1200 tel que fournie par l'étude et b) Lien entre la résistance maximale en traction et la limite d'écoulement sur la distance intercarbures D_S. Résultats issus de Curry et Pratt, 1979 [30]. σ_f est la résistance en traction et σ_y la limite d'écoulement.

Plusieurs études caractérisent l'effet de la fraction de bainite (inférieure et supérieure) sur le niveau de résistance des aciers trempés et revenus, il s'agit entre autres des travaux de Tomita et *al*, 1985 [31], de Tomita 1991 [32], de Abbaszadeh et *al*, 2012 [33] et de Leach et *al*, 2013 [34]. Le cas particulier des premiers travaux [31] est qu'ils concernent précisément un acier 4140 austénitisé vers 850°C pendant 1h. Par la suite, trois familles d'échantillons ont été obtenues en faisant varier la température de transformation isotherme afin d'obtenir des microstructures mixtes martensite et bainite inférieure, puis martensite et bainite supérieure. On présente sur la fig.I.21 les trois microstructures de l'étude.

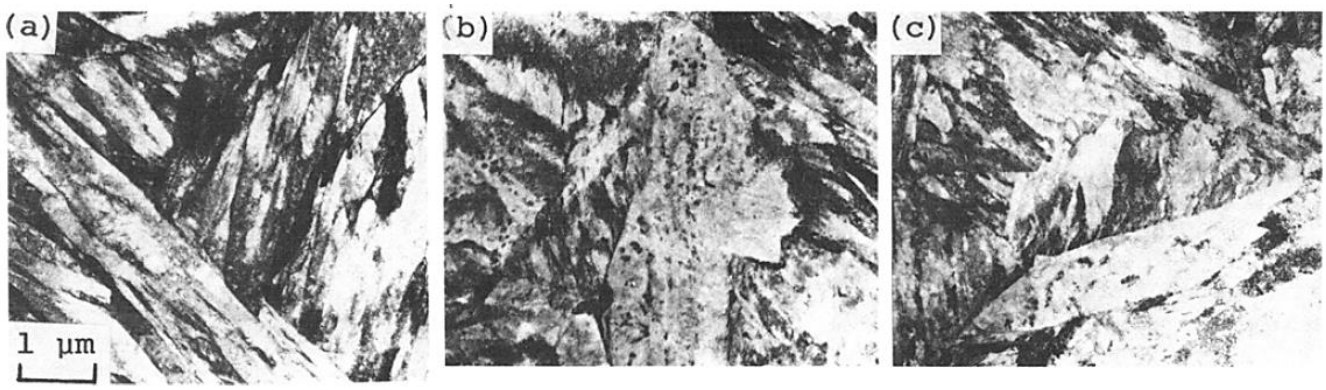


Figure I.21 : Microstructures par microscopie électronique en transmission d'un acier 4140 trempé-revenu avec en : a) martensite, b) martensite et bainite inférieure et c) martensite et bainite supérieure. Tomita et *al.*, 1985 [31].

L'effet de la fraction de bainite sur la résistance maximale et la limite d'élasticité est donné sur la fig.I.22. Pour le cas de la bainite inférieure (fig.I.22.a) on note, avec l'augmentation de la fraction de bainite inférieure, une augmentation puis une diminution des propriétés mécaniques.

Le pic en niveau de résistance est obtenu pour environ 25% de bainite inférieure et il est marqué pour les échantillons ayant subi un revenu autour de 200°C. L'absence d'évolution des échantillons revenus autour de 600°C s'explique par le fait que le niveau de résistance de la martensite obtenue à cette température de revenu est très proche de celui de la bainite inférieure. La bainite supérieure quant à elle dégrade considérablement les niveaux de résistance lorsqu'elle est associée à la martensite, ce constat est fait quelle que soit la température de revenu, c'est l'illustration de la fig.I.22.b. On voit également que pour une température de revenu donnée, le niveau de résistance de la bainite inférieure est plus élevé que celui de la bainite supérieure.

Tomita illustre par le biais de la fig.I.23 que lorsque la bainite inférieure est associée à la martensite, elle partitionne le grain d'austénite primaire, ce qui affine la microstructure, alors que la bainite supérieure forme un amas dans le grain γ. De plus, on a vu plus haut que l'épaisseur des lattes de bainite inférieure est proche de celle de la martensite, alors que la bainite supérieure est grossière avec majoritairement des carbures grossiers aux joints de lattes. Vu que cette dernière est également moins riche en dislocations, ces éléments mis bout à bout expliquent la baisse des propriétés mécaniques. Un complément d'information est fourni par Abbaszadeh et *al*, 2012 [33] qui attribuent l'augmentation de la résistance pour les microstructures à base de bainite inférieure à la finesse des carbures identifiés dans cette dernière.

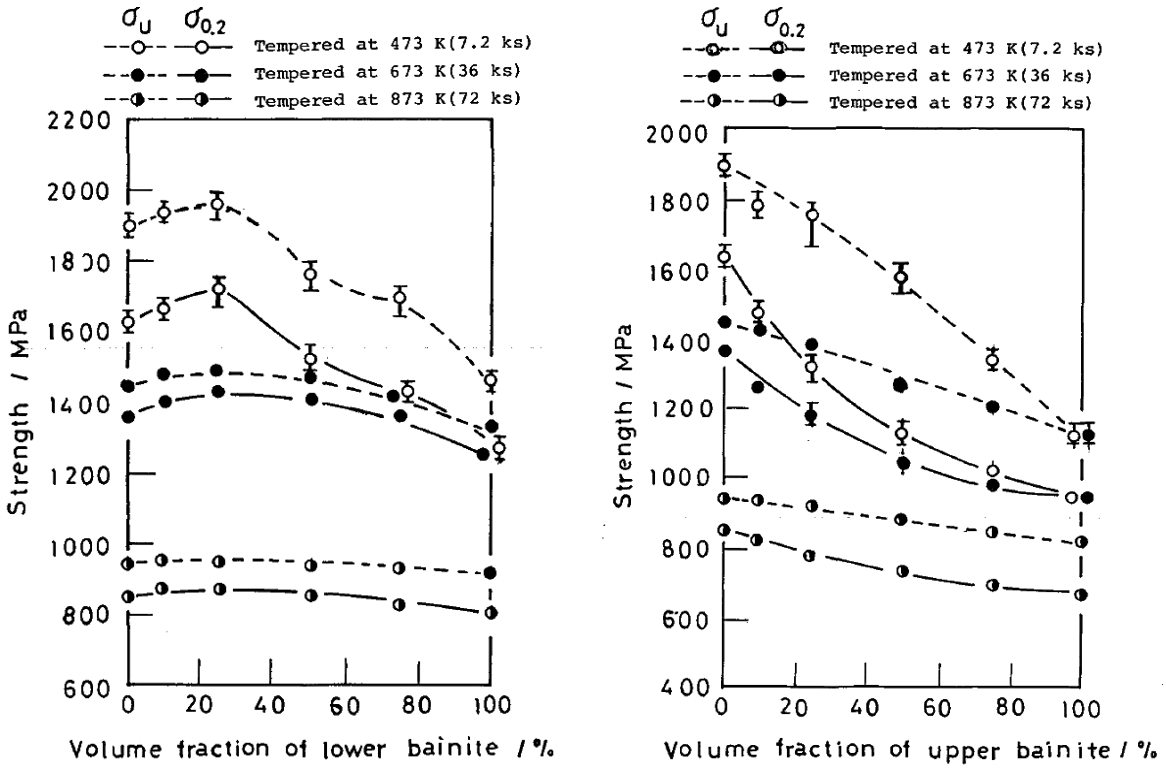


Figure I.22 : Evolution de la résistance mécanique et de la limite d'écoulement d'un acier 4140 trempé-revenu avec la fraction : a) de bainite inférieure et b) de bainite supérieure. Tomita et *al.*, 1985 [31].

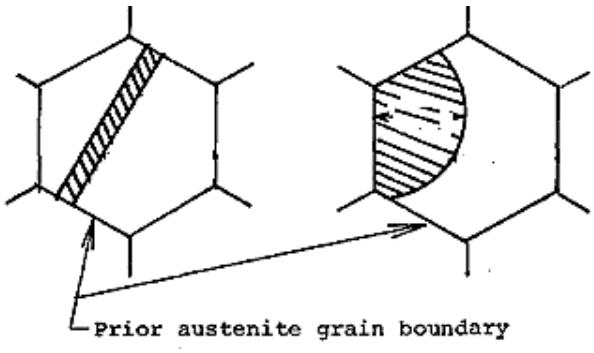


Figure I.23 : Représentation schématique des microstructures de type : a) martensite et bainite inférieure et b) martensite et bainite supérieure. Tomita et *al.*, 1985 [31].

Il est rapporté que la morphologie de la martensite, en association avec la bainite inférieure affecte également les propriétés mécaniques des aciers de microstructure martensite plus bainite inférieure. Tomita et *al.*, 1991 [32] ont considéré deux aciers de type Cr-Mo-Ni, avec des teneurs en éléments d'alliage similaires et des teneurs en carbone respectivement de 0.2 et 0.4%. Des échantillons ont été préalablement austénitisés jusqu'à 850°C environ pendant 1h. Par la suite, ils ont été transformés en isotherme respectivement à 420°C et 320°C pour les aciers à 0.2 et 0.4%C. Chacun des échantillons a subit une trempe, suivi d'un revenu à 200°C pendant 2h. Les microstructures mixtes martensite et bainite inférieure obtenues sont fournies sur la fig.I.24. Les mesures quantitatives indiquent que pour les deux microstructures, l'association de la bainite inférieure avec la martensite cause un affinement global de la microstructure ainsi qu'une diminution de la taille des paquets.

Contrairement à la nuance à 0.4%C de la fig.I.25.b, dans le cas de l'acier à 0.2%C, la bainite inférieure associée avec la martensite cause une baisse systématique des paramètres de résistance ; c'est l'illustration de la fig.I.25.a. Ce comportement trouve une explication dans les mécanismes de déformation en jeu lors de la sollicitation mécanique appliquée à une microstructure constituée de deux phases de résistances différentes. En effet, si l'on considère un chargement à déformation uniforme appliqué à une microstructure mixte, on peut décomposer le processus en trois phases à savoir : 1. déformation préférentielle de la structure non-martensitique avant celle de la martensite rigide, 2. développement des dislocations à l'interface entre les deux phases et 3. Déformation des deux phases simultanément. Or la martensite des échantillons à 0.2%C étant moins résistante que celle à 0.4%C, du fait d'une plus faible densité de dislocations, elle va peu résister et ce sont les étapes 1-3 qui vont se mettre en place. Dans le cas des échantillons à 0.4%C, la déformation de la bainite inférieure est restreinte dans celle de la martensite très dure. Les trois étapes 1-2-3 vont se mettre en place l'une à la suite de l'autre. Le pic à 25% semble être le point de transition entre l'effet cité à l'instant et des échantillons où la fraction de bainite inférieure devient telle que la contribution de la bainite inférieure sur le niveau de résistance est prédominante sur celle de la martensite. Globalement, pour les aciers à 0.4%C, la bainite inférieure ramollit la structure pour des fractions supérieures à 25%, son effet sur la capacité d'écrouissage ne semble pas clair.

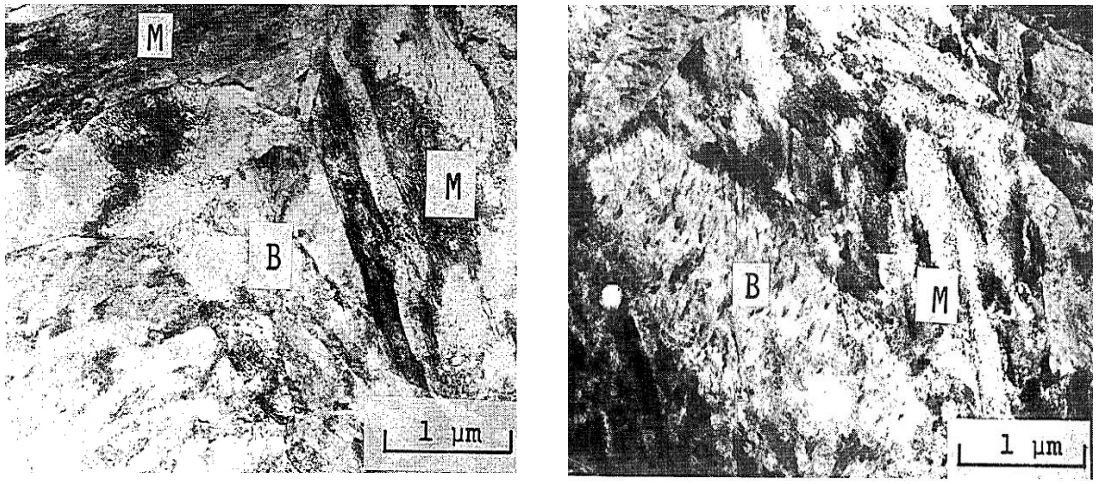


Figure I.24 : Microstructures en transmission des échantillons constitués de martensite et 25% de bainite inférieure avec : a) 0.2%C et b) 0.4%C, d'après Tomita et *al.*, 1991 [32].

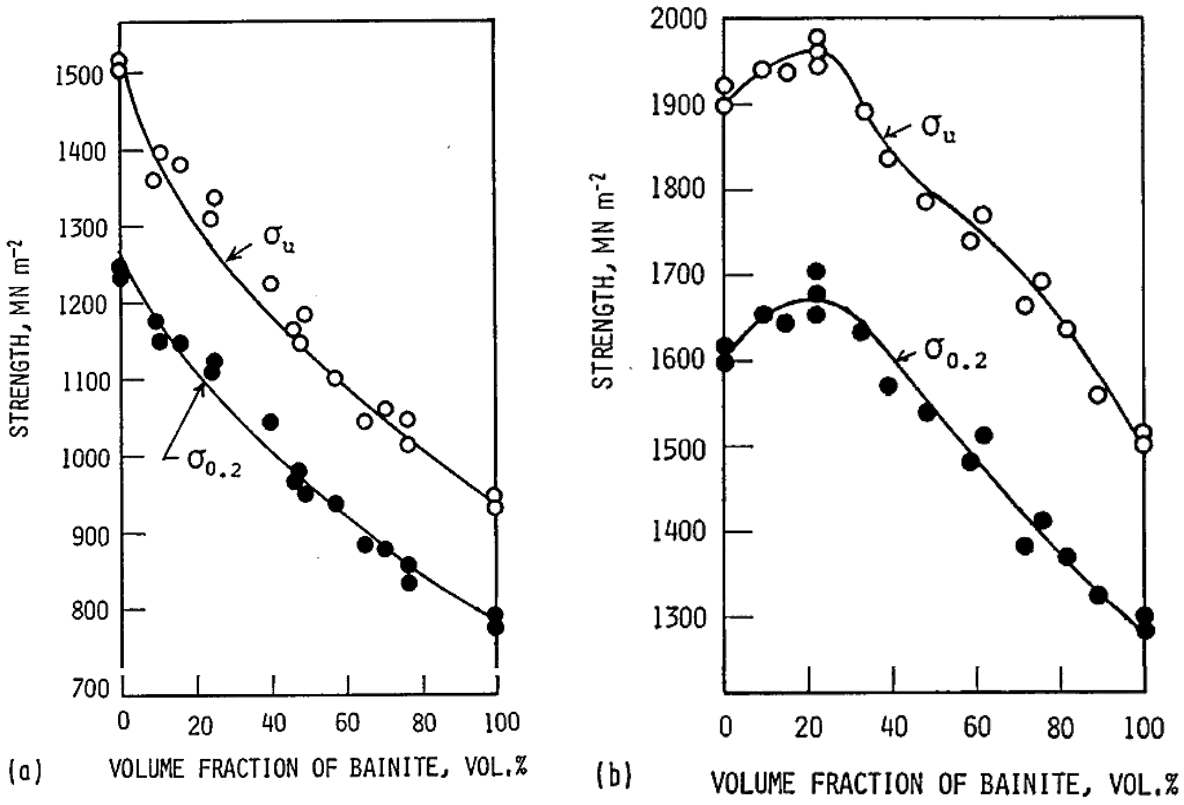


Figure I.25 : Représentation schématique des microstructures de type martensite et bainite inférieure pour les aciers ayant : a) 0.2% C et b) 0.4% C. Tomita et *al.*, 1991 [32].

I.3.2. Comportement à rupture en résilience

Les courbes de résilience apparaissent autour de 1906, à la suite de l'apparition de l'ancêtre de la version actuelle du mouton pendule, lorsqu'on commence à s'intéresser à l'influence de la température sur la fragilité des métaux (G. Charpy, 1906 [35]). Les liens entre propriétés à rupture sur la courbe de transition et microstructures ont fait l'objet d'intenses recherches depuis les années 80, avec pour objectif notamment d'améliorer les performances des nuances caractérisées. Ces liens s'imposent comme outil incontournable pour dégager les entités microstructurales pertinentes qui gouvernent l'énergie à rupture dans les domaines de rupture ductile, de transition ductile-fragile et dans le domaine fragile [34] [35].

Les nuances à haute résistance sont connues pour leur énergie à rupture limitée à la température ambiante, au plateau ductile notamment. Tomita, 1991 [38] s'est intéressé à l'amélioration de l'énergie à rupture en résilience d'un acier 4340 au moyen de traitements thermomécaniques à haute température. Trois échantillons, qu'on nommera ici A, B et C pour faciliter la lecture, ont été préparés conformément aux cycles thermiques du tableau I.3. Ce dernier donne également les propriétés mécaniques en traction. On note une baisse des propriétés mécaniques en traction de l'échantillon C comparativement aux échantillons A et B, un effet attribué à l'augmentation de sa température de revenu. La microstructure de chacun des trois échantillons est fournie sur la fig.I.26. Les trois microstructures présentent des lattes de martensite, avec des carbures dispersés de manière hétérogène et par endroit des cellules de dislocations. Les autres mettent également en avant la présence de carbures de cémentite grossiers aux joints de grains austénitiques dans l'échantillon C.

Tableau I.3 : Cycle thermique des microstructures A, B et C d'un acier 4340, d'après Tomita, 1991 [38].

Designation	Traitements thermiques	$Rm(MPa)$	$R_{0.2}(MPa)$	$A\%$
A	Austé. 900°C-2h, 50% forgeage à chaud, trempe à l'huile et revenu à 150°C-2h	2000	1700	15
B	Austé. 1200°C-2h, 50% forgeage à chaud, trempe à l'huile et revenu à 180°C-2h	1900	1500	18
C	Austé. 900°C-2h, 50% forgeage à chaud, trempe à l'air, reausté. 900°C-2h puis trempe à l'huile et revenu à 200°C-2h	1800	1400	10

La fig.I.27 présente les courbes de transition des trois échantillons. On note une augmentation de l'énergie au plateau ductile de l'échantillon B, comparativement à l'échantillon A. Cependant, la température de transition est dégradée. L'échantillon C quant à lui présente les caractéristiques les moins bonnes, concrètement, aucune amélioration n'est notée, par comparaison avec l'échantillon A ; pire, on observe une dégradation dans le domaine de transition. Le premier résultat met en avant les effets des températures d'austénitisation et de

revenu (B-A) sur la courbe de transition. Le second résultat aborde la contribution d'une austénitisation supplémentaire.

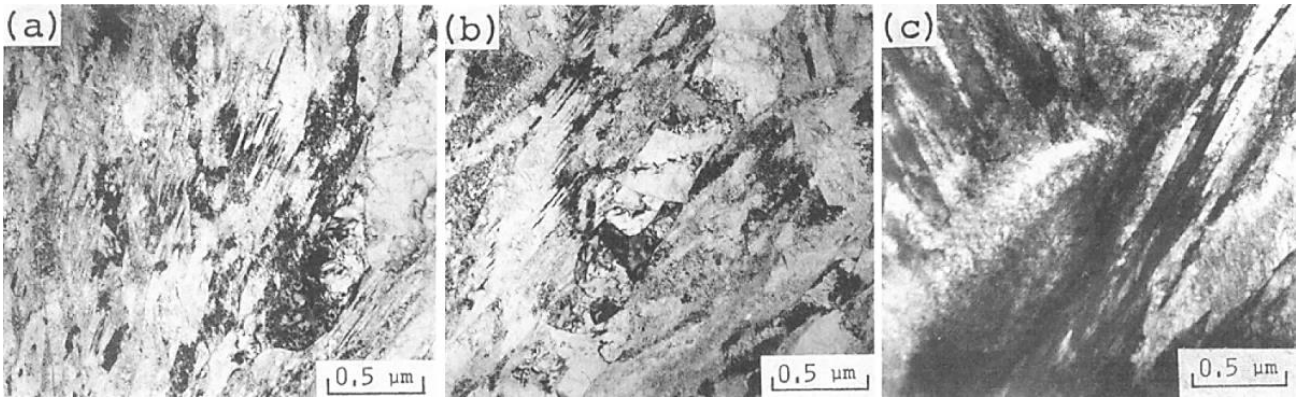


Figure I.26 : Microstructure en transmission des échantillons A, B et C, d'après Tomita, 1991 [38].

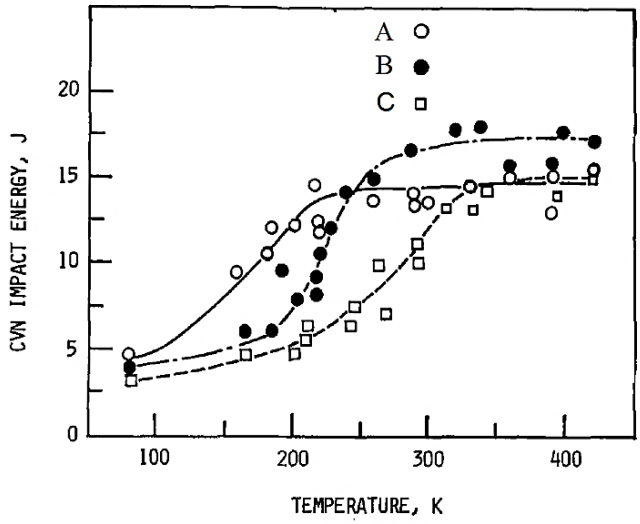


Figure I.27 : Courbes de transition ductile-fragile des échantillons A, B et C, d'après Tomita, 1991 [38].

Puisque les énergies au plateau ductile des échantillons A et C sont similaires, sachant qu'ils ont la même taille de grain austénitique, alors que l'énergie de l'échantillon B est améliorée, on en déduit que cette amélioration ne résulte pas d'un affinement de la taille de grain austénitique. Les faciès de rupture dans le domaine ductile présentent des cupules fines et des cupules grossières pour l'ensemble des trois échantillons. Les auteurs mettent en avant la précipitation de fines particules de cémentite lors du revenu pour expliquer l'amélioration du plateau ductile de l'échantillon B. Dans le domaine de transition, le faciès de l'échantillon C présente plus de facettes de clivage comparativement aux deux autres échantillons A et B. Dans la même étude, une corrélation affine est proposée entre la température de transition ductile-fragile et l'inverse de la taille de grain austénitique. Aucun rapprochement n'est fait entre la présence des particules de cémentite grossières et la dégradation du domaine de transition de l'échantillon C. Il est

néanmoins rapporté que la densité et la taille des carbures de cémentite aux joints de grains austénitiques et aux joints de lattes peuvent dégrader la température de transition ductile-fragile des aciers à haute résistance parce qu'ils favorisent la fragilisation au revenu (Krauss et *al.* 1979 [39], Briant et *al.* 1989 [40]). Notons que pour les trois échantillons, l'énergie au plateau fragile tend vers une valeur commune autour de 6J.

Pour terminer, même si dans le cas de l'échantillon C de Tomita, 1991 [38] la double austénitisation a détérioré le domaine de transition sans pour autant améliorer le plateau ductile, les travaux de Chang et *al.* 1994 [41] apportent de la lumière sur l'effet de la double austénitisation sur un acier martensitique de type 0.34C-Ni-Cr-Mo-V. Il semble qu'une austénitisation à haute température (1000°C dans l'étude) suivie d'une autre à une température relativement basse (800°C) aide à la dissolution complète des carbures résiduels de type VC. Ce constat a été mis en évidence au moyen des clichés de diffraction sur des répliques extractives au carbone. En parallèle de la dissolution des carbures VC, une meilleure redistribution des carbures M_7C_3 lors de leur précipitation en remplacement des carbures grossiers M_3C est notée.

Les travaux de Im et *al.* 2001 [42] sur des aciers bainitiques trempés-revenus Mn-Mo-Ni montrent que l'amélioration du plateau ductile peut être obtenue par une modification de la séquence de précipitation. Plus précisément, les auteurs constatent entre deux échantillons une amélioration d'au moins 150J de l'énergie au plateau ductile et une baisse de 50°C de la température de transition ductile-fragile.

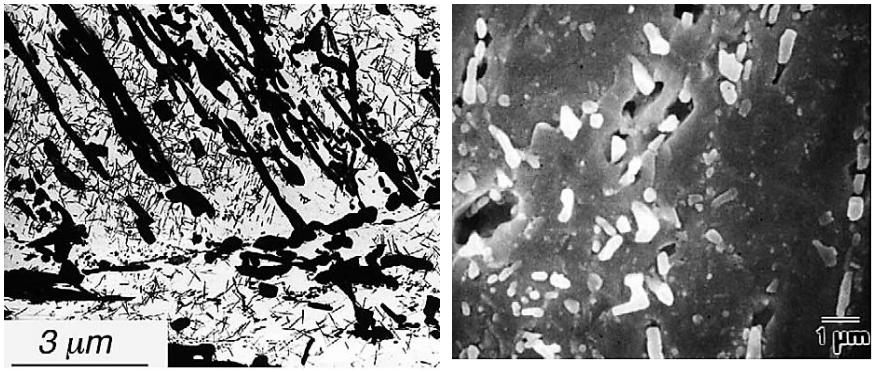


Figure I.28 : a) Réplique extractive au carbone typique d'un acier SA508 cl. III observé en transmission et b) coupe polie sous le faciès d'une éprouvette de traction uniaxiale, d'après Im et *al.* 2001 [42].

L'amélioration observée est attribuée à la diminution de la teneur en carbone de 0.2 à 0.06% tout en augmentant les teneurs en nickel et en molybdène, ce qui conduit à des niveaux de résistance en traction équivalents. L'amélioration du plateau ductile et de la température de transition résultent d'une substitution des carbures grossiers de cémentite en forme de bâtonnets (lignes noires épaisses sur la fig.28.a) par des carbures fins en forme d'aiguilles de type M_2C (lignes noires fines sur la fig.28.a). Cette combinaison a pour effet de limiter les sites de germination des

cavités ductile sur les particules de cémentite grossières (fig.28.b). Ce résultat a également été consolidé par la même équipe dans Kim et *al.* 2001 [43].

L'effet de la taille de grain austénitique sur les courbes de résilience est rapporté par les travaux de Takebayashi et *al.* 2013 [44]. A partir d'une barre d'un acier à 0.3C-0.5Si-2Mn-0.001P-0.001S-0.05Al-0.004N, deux échantillons ont été fabriqués en fixant la température d'austénitisation respectivement à 880°C et 1100°C pour les échantillons 1153 et 1373. La valeur moyenne de la taille de grains austénitiques est de 6µm et 60µm respectivement. Ces deux échantillons ont ensuite été trempés puis revenus à 450°C. Les deux échantillons sont martensitiques. Les propriétés mécaniques des deux échantillons sont fournies dans le tableau I.4 et leur microstructure est donnée sur la fig.I.29. Il est précisé que pour les deux microstructures, la fraction d'austénite résiduelle est négligeable.

Tableau I.4 : Caractérisation des échantillons 1153 et 1373, d'après Takebayashi et *al.* 2013 [44].

Designation	$Rm(MPa)$	$R_{0.2}(MPa)$	$A\%$
1153	1050	1000	20
1373	1050	980	16

Sur la fig.I.30, il est évident que l'échantillon 1153 présente le plateau ductile le plus élevé, un écart d'au moins 40J est noté. Pourtant sur le tableau I.4 les deux échantillons présentent des propriétés mécaniques en traction assez proches. On note également une température de transition plus basse pour l'échantillon 1153. Les études fractographiques à la température ambiante mettent en évidence la présence d'un mélange entre facettes de clivage et rupture intergranulaire pour l'échantillon 1373 alors que le faciès de l'échantillon 1153 est globalement ductile avec des cavités de taille proche du micromètre. Les auteurs mettent en avant la présence de cémentite de taille grossière identifiée aux joints de grains austénitiques de l'échantillon 1373, notamment les particules de taille proche de 2 à 3µm qui ne sont pas présentes dans les échantillons 1153. Remarquons une fois de plus que l'énergie au plateau fragile semble n'être affectée, ni par la taille de grain austénitique, ni par celle des particules de cémentite.

Il est rapporté que la distance entre particules de seconde phase affecte considérablement l'énergie à rupture dans le domaine de la rupture ductile, car elle affecte directement l'endommagement ductile lors de la rupture. Hipsley et *al.* 1983 [45] est l'un des précurseurs de cette assertion. Ils ont mené une étude sur un acier maraging trempé-revenu 300M de microstructure martensitique. Pour expliquer l'augmentation de l'énergie au plateau ductile pour l'acier de cette étude et par la suite la forme des cavités observées sur les faciès de rupture. L'illustration du mécanisme de rupture ductile en jeu est donnée sur la fig.I.31. Dans les aciers 300M, qui sont des aciers trempés-revenus à haute résistance, la microstructure est constituée à la fois d'inclusions (taille micrométrique) et de carbures M_3C (taille nanométrique ou

submicrométrique). La germination suivie de la croissance des cavités se mettent en place lorsque la déformation locale ε est suffisante pour faire apparaître une cavité au voisinage d'une particule. Cette cavitation prend corps lorsque la déformation locale ε dépasse la « déformation critique de germination » ε_n au voisinage de la particule distante de sa plus proche voisine de λ.

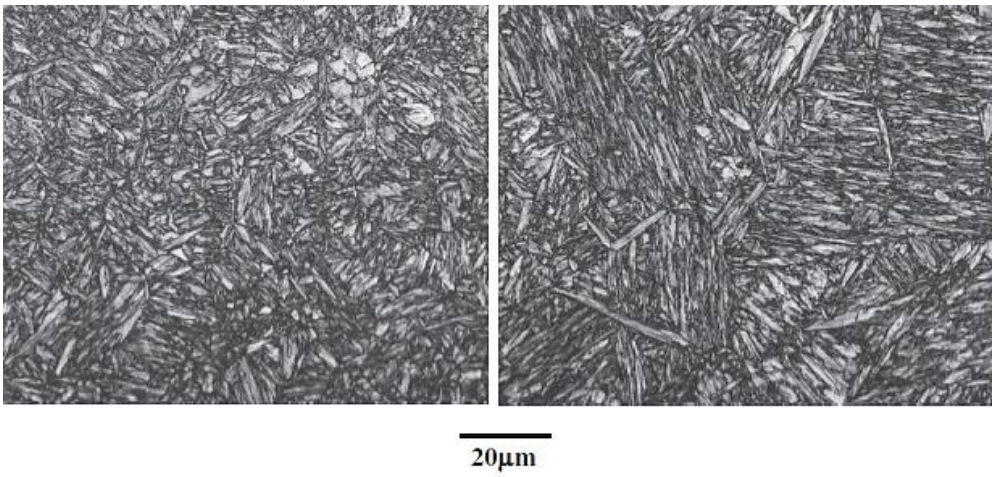


Figure I.29 : Microstructures des échantillons 1153 et 1373 trempés et revenus à 450°C pendant 90min, d'après Takebayashi et *al.* 2013 [44].

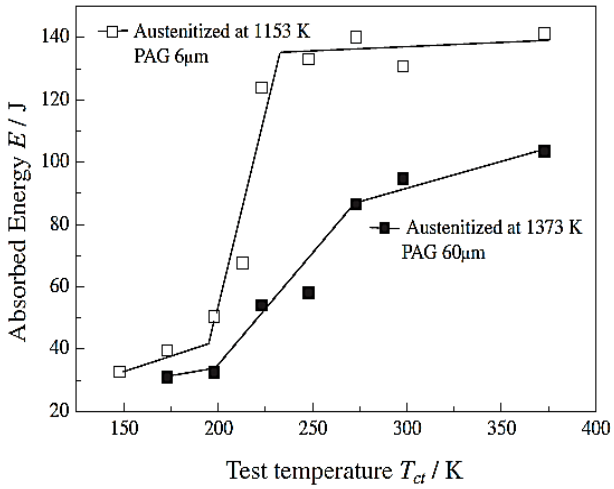


Figure I.30 : Transition ductile-fragile des échantillons 1153 et 1373 trempés et revenus à 450°C pendant 90min, d'après Takebayashi et *al.* 2013 [44].

Sur la fig.I.31 les auteurs définissent λ_1 et ε_{n1}, puis λ_2 et ε_{n2} la distance interparticules et la déformation de germination respectivement, pour les inclusions (indice 1) et les carbures M_3C (indice 2). En général, on a $\lambda_1 \gg \lambda_2$. On distingue deux cas de figure :

- Dans un cas extrême où l'on a $\varepsilon_{n2} \gg \varepsilon_{n1}$, les cavités se forment au voisinage des inclusions en premier lieu dès que ε_n atteint ε_{n1} (fig.I.31.b). La déformation ε_{n2}est si importante que les cavités ayant amorcé au voisinage des inclusions doivent coalescer avant qu'une cavitation suffisante se forme au voisinage des carbures (fig.I.31.c et fig.I.31.d). Ce processus conduit à des taille de cupules proche de $\lambda_1$car les carbures sont inactifs dans le processus.
- Dans le deuxième cas où ε_{n2} est abaissée comparativement au cas précédent, les cavités se forment au voisinage des inclusions dès les premiers stades du chargement ou dès que la résistance maximale est atteinte (fig.I.31.e et fig.I.31.f). Par la suite, ces cavités vont croître mais de nouvelles cavités vont germer au voisinage des carbures dès que ε_{n2} sera localement atteinte (fig.I.31.g). La coalescence des cavités va prendre corps en même temps que les cavités suivantes vont se former avec l'augmentation du chargement global. Hipsley et Druce ajoutent que ce dernier processus conduit à de larges cupules reliées par des zones de cupules fines de taille proche de λ_2, c'est ce cas qui est le plus souvent rencontré dans les aciers trempés-revenus à haute résistance. Pour terminer, il est mis en avant qu'une augmentation de λ_2 pourrait expliquer l'augmentation de l'énergie au plateau ductile pour l'un des échantillons de cette étude, par un effet de retardement de la coalescence des cavités formées sur carbures.

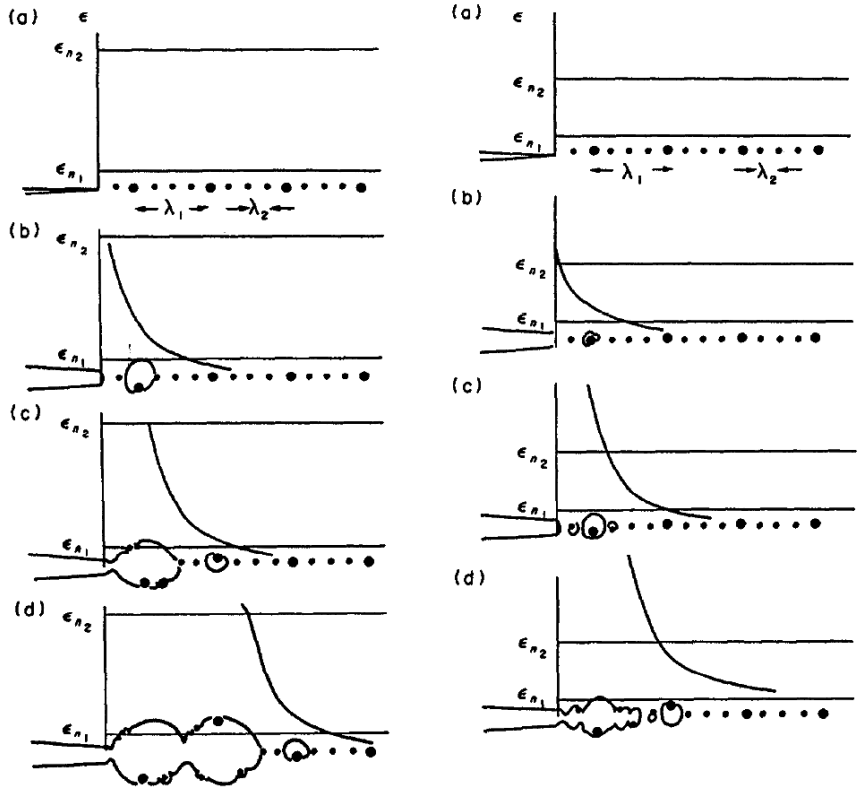


Figure I.31 : Illustration du mécanisme de rupture ductile dans un acier contenant une distribution duale de particules avec en a) cas où $\varepsilon_{n1} << \varepsilon_{n2}$ et a) cas où $\varepsilon_{n1} < \varepsilon_{n2}$, d'après Hippsley et Druce, 1983 [45].

Plus récemment, l'effet de la distance intercarbures sur l'énergie au plateau ductile a été mentionnée entre autres dans les travaux de Chatterjee et *al.* 2014 [46] sur un acier 9Cr-1Mo, Hong et *al.* 2016 [47] sur des aciers SA508 pour cuve de réacteur sous pression puis par Chaterjee et *al.* 2018 [48] de nouveau sur du 9Cr-1Mo. La dernière phrase de la première étude est en ces termes : "*Inter-particle spacing, which in turn depends on the amount of precipitates present in the matrix, dictates the absorbed energy within the upper shelf regime*". La distance entre particules apparaît être un paramètre intéressant pour comprendre l'augmentation de l'énergie au plateau ductile des aciers trempés-revenus, notamment dans le cas où les échantillons proviendraient d'une même austénitisation donc auraient des tailles de grains austénitiques similaire. Cependant, il faut préciser qu'aucune étude ne propose de corrélation quantitative entre la distance intercarbures et l'énergie sur le plateau ductile. Les affirmations mentionnées plus haut relèvent généralement de comparaisons qualitatives entre microstructures.

Pour comprendre l'effet de la taille de grain sur la température de la transition, on s'est reporté sur le cas simple des aciers ferritiques, très peu d'études disponibles évoquent le cas des aciers martensitiques. Dans le domaine de la transition, les travaux de Mintz et *al.* 1979 [49] comptent parmi les investigations qui proposent, à partir d'une base de données de dizaines de microstructures, les liens entre la taille des grains ferritiques et l'épaisseur des carbures avec la température de transition. Il ressort que, à taille de carbures fixée, la diminution de la taille de grain entraîne une baisse de la température de transition ; les mêmes observations sont faites si l'on fixe la taille des grains ferritiques en variant celle des carbures (fig.I.30). Petch, 1981 [50] prolonge et consolide cette réflexion à partir d'une approche théorique ; il a calculé les températures de transition à partir des résistances au clivage afin de dégager l'effet couplé de la taille de grain ferritique, et de la taille des carbures sur la température de transition. Sur la fig.I.33, on présente les résultats de l'approche proposée par Petch. Ce graphe confirme les observations expérimentales de Mintz, en définissant également les domaines de validité de l'effet des deux paramètres sur la température de transition. Ajoutons que les travaux récents de Pallaspuro et *al.* 2018 [51] indiquent qu'il faut parfois considérer la taille moyenne des grains estimé au 80^{e} percentile de la distribution pour obtenir une corrélation satisfaisante avec la température de transition ductile-fragile en cristallinité.

Au-delà de ces principes de base illustrés au moyen des aciers ferritiques, le cas des aciers trempés-revenus à haute résistance apparaît plus délicat, du fait des échelles microstructurales en jeu lors de la rupture et des contraintes liées aux procédés d'industrialisation. La corrélation empirique la plus répandue relie l'inverse de la taille de grain austénitique à la température de transition en cristallinité. A travers l'étude de Maropoulos et *al*, 2004 [52], on voit que à la fois l'inverse de la racine carrée de la taille de grain austénitique et de la taille des paquets de lattes de martensite se corrèlent bien avec la température de transition ; c'est l'illustration de la fig.I.34. Ce résultat est en relation avec le lien entre la taille des paquets et celle des grains austénitiques de la fig.I.5.a.

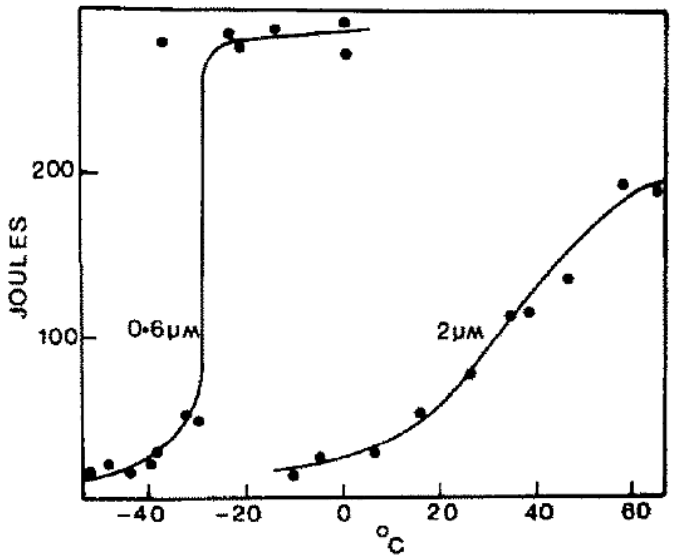


Figure I.32 : Effet de la taille des carbures sur la transition ductile-fragile d'un acier ferritique, d'après Petch, 1981[50].

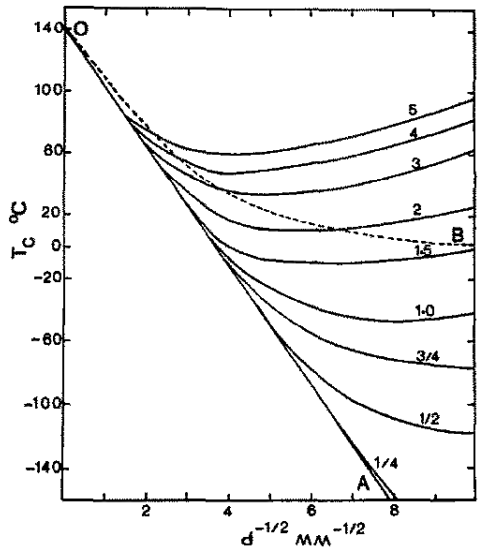


Figure I.33 : Effet de la taille des carbures et de la taille des grains sur la température de transition, d désigne la taille de grain ferritique, OA et OB délimitent le domaine de validation des résultats du modèle avec l'expérience, d'après Petch, 1981[50].

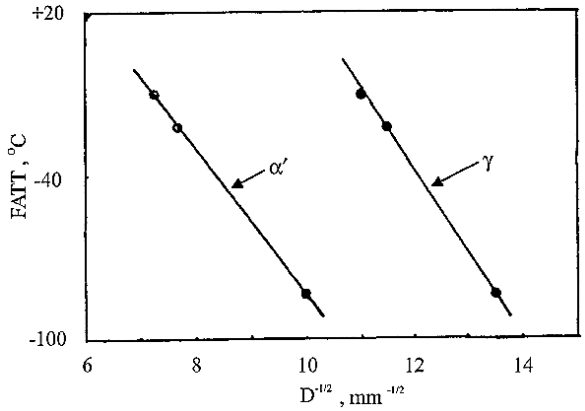


Figure I.34 : Dépendance de la température de transition mesurée en cristallinité avec la taille de grain austénitique γ et celle des paquets de lattes α', d'après Maropoulos et *al.* 2004 [52].

I.4. Synthèse sur le lien entre comportement mécanique et microstructure des aciers trempés-revenus à haute résistance

On a vu qu'il faut s'attendre à une réponse mécanique différente lorsqu'on associe plus ou moins de bainite supérieure ou de bainite inférieure avec la martensite. La bainite supérieure dégrade les propriétés mécaniques en traction alors que la bainite inférieure les améliore, du moins jusqu'à une teneur de 25% environ. Ces baisses en niveau de résistance sont en opposition avec l'augmentation de la déformation et la réduction de diamètre à rupture, qui elles augmentent. Les différences de comportement sont interprétées par le contraste mécanique à l'interface entre bainite et martensite. De manière générale, pour une fraction de bainite donnée, les propriétés mécaniques de l'acier sont meilleures lorsque la martensite est associée à la bainite inférieure.

Nous avons également regardé les entités microstructurales pertinentes pour expliquer l'amélioration des microstructures dans les domaines de rupture fragile, de transition ductile-fragile et dans le domaine ductile. Cette recherche bibliographique était orientée par l'idée de dégager les éléments microstructuraux pertinents pour se projeter vers un modèle prédictif de la courbe de résilience. Le tableau I.5 récapitule les éléments majeurs à considérer ; il s'agit notamment de la taille de grain austénitique, de la taille moyenne des carbures et de la distance intercarbures.

Aucune étude ne semble proposer de lien quantitatif entre la distance intercarbures et l'énergie au plateau ductile, pourtant elle est évoquée dans les études récentes comme paramètre microstructural pour expliquer les écarts en énergie au plateau ductile. C'est donc là une piste de réflexion intéressante. Dans le domaine de la transition, il semble pertinent de considérer à la fois la taille des carbures et la taille de grain austénitique pour expliquer l'écart en température de transition. L'énergie dans le domaine de rupture fragile semble indépendante des entités microstructurales. Pour établir un lien entre la microstructure et les propriétés à rupture à froid, il

semble pertinent de d'adopter l'approche locale de la rupture fragile, de manière à estimer une contrainte critique de rupture par clivage et la relier à la taille des carbures. Des études similaires sont disponibles dans la littérature [53]–[56], mais le cas particulier de la nuance 40CrMo4 semble ne pas avoir été abordé. Ces études et d'autres bibliographies disponibles vont enrichir les discussions dans la partie où l'approche locale sera traitée. Enfin, on a vu au passage que l'endommagement ductile semble prendre naissance au voisinage des carbures grossiers.

Tableau I.5 : Récapitulatif du lien entre le comportement en résilience et la microstructure.

Entités microstructurales	**Plateau fragile**	**Domaine de transition** *le domaine de transition est décalé vers les basses températures lorsque…*	**Plateau ductile** *l'énergie au plateau ductile augmente lorsque…*
Taille de grain austénitique γ	-	…la taille des grains austénitiques est affinée	-
Taille moyenne des carbures	-	…les carbures sont fins	…les carbures sont fins
Couple taille de grain et taille des carbures	-	…les grains austénitiques sont fins, ainsi que les carbures situés aux joints de grains	…les carbures sont fins ainsi que les grains austénitiques
Distance intercarbures	-	-	…les carbures sont éloignés les uns des autres

[1] H. K. D. H. Bhadeshia et S. R. Honeycombe, *Steels: Microstructure and Properties - 3rd Edition*. Butterworth-Heinemann, 2006.
[2] A. Kelly et Nicholson, *Strengthening methods in crystals*. Amsterdam ; New York : Elsevier Pub. Co, 1971.
[3] H. Mohrbacher, « Reverse metallurgical engineering towards sustainable manufacturing of vehicles using Nb and Mo alloyed high performance steels », *Adv. Manuf.*, vol. 1, n° 1, p. 28-41, mars 2013.
[4] B. Hutchinson *et al.*, « Microstructures and hardness of as-quenched martensites (0.1–0.5%C) », *Acta Mater.*, vol. 59, n° 14, p. 5845-5858, août 2011.
[5] F. Maresca, V. G. Kouznetsova, et M. G. D. Geers, « On the role of interlath retained austenite in the deformation of lath martensite », *Model. Simul. Mater. Sci. Eng.*, vol. 22, n° 4, mai 2014.
[6] S. Long, Y. Liang, Y. Jiang, Y. Liang, M. Yang, et Y. Yi, « Effect of quenching temperature on martensite multi-level microstructures and properties of strength and toughness in 20CrNi2Mo steel », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 676, p. 38-47, oct. 2016.
[7] H. Godin, J.-D. Mithieux, C. Parrens, G. Badinier, M. Sennour, et A.-F. Gourgues-Lorenzon, « Effects of cooling path and resulting microstructure on the impact toughness of a hot stamping martensitic stainless steel », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 742, p. 597-607, janv. 2019.
[8] Y. Liang *et al.*, « The important role of martensite laths to fracture toughness for the ductile fracture controlled by the strain in EA4T axle steel », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 695, p. 154-164, mai 2017.
[9] A. B. Greninger, « The martensite Thermal arrest in iron-carbon alloys and plain carbon steels », *Trans ASM*, vol. 30, p. 1-26, 1942.
[10] W. Steven et A. G. Haynes, « The temperature of formation of martensite and bainite in low alloy steels », *J Iron Steel Inst.*, vol. 183, p. 349-359, 1956.
[11] K. W. Andrews, « Empirical formulae for the calculation of some transformation temperatures », *J Iron Steel Inst.*, vol. 203, p. 1443-1453, 1965.
[12] M. Izumiyama, M. Tsuchiya, et Y. Imai, « Effect of alloying element on supercooled transformation », *J Jpn. Inst Met*, vol. 34, p. 291-295, 1970.
[13] H.-S. Yang et H. K. D. H. Bhadeshia, « Austenite grain size and the martensite-start temperature », *Scr. Mater.*, vol. 60, n° 7, p. 493-495, avr. 2009.
[14] Mehl, *Hardenability of alloy steels (medium and low alloy steels--up to 5% alloy)*. American Society for Metals, 1939.
[15] H. Ohtani, S. Okaguchi, Y. Fujishiro, et Y. Ohmori, « Morphology and Properties of low-Carbon Bainite », *Metall. Trans. A*, vol. 21A, p. 877-884, 1990.
[16] A. F. Gourgues, H. M. Flower, et T. C. Lindley, « Electron backscattering diffraction study of acicular ferrite, bainite, and martensite steel microstructures », *Mater. Sci. Technol.*, vol. 16, n° 1, p. 26-40, janv. 2000.
[17] 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 Mater.*, vol. 52, n° 8, p. 2337-2348, mai 2004.
[18] H. K. D. H. Bhadeshia, *Bainite in steels : transformations, microstructure and properties*, 2nd ed. London : IOM Communications, 2001.
[19] M. Takahashi et H. K. D. H. Bhadeshia, « Model for transition from upper to lower bainite », *Mater. Sci. Technol.*, vol. 6, n° 7, p. 592-603, juill. 1990.
[20] G. Baozhu et G. Krauss, « The effect of low-temperature isothermal heat treatments on the fracture of 4340 steel », *J. Heat Treat.*, vol. 4, n° 4, p. 365-372, 1986.
[21] G. Krauss, « Tempering and structural change in ferrous martensitic structures, Phase Instrumentations in Ferrous Alloys », *TMS-AIME*, p. 101-123, 1984.
[22] A. Constant et G. Henry, *Les principes de bases du traitement thermique des aciers*, PYC-Edition. Paris, 1986.
[23] C. S. Roberts, B. L. Averbach, et M. Cohen, « The Mechanism and Kinetics of the First Stage of Tempering », *Trans. Am. Soc. Met.*, vol. 45, p. 576, 1953.
[24] G. R. Speich et W. C. Leslie, « Tempering of steel », *Metall. Trans.*, vol. 3, n° 5, p. 1043-1054, mai 1972.

[25] E. C. Bain et H. W. Paxton, *Alloying elements in steel*, 2nd ed. Metals Park, Ohio : Amer. Soc. for Metals, 1961.
[26] P. Michaud, D. Delagnes, P. Lamesle, M. H. Mathon, et C. Levaillant, « The effect of the addition of alloying elements on carbide precipitation and mechanical properties in 5% chromium martensitic steels », *Acta Mater.*, vol. 55, nº 14, p. 4877-4889, août 2007.
[27] D. Delagnes, F. Pettinari-sturmel, M. H. Mathon, R. Danoix, F. Danoix, C. Bellot, P. Lamesle, A. Grellier., « Cementite-free martensitic steels: A new route to develop high strength/high toughness grades by modifying the conventional precipitation sequence during tempering », *Acta Mater.*, vol. 60, nº 16, p. 5877-5888, 2012.
[28] G. Krauss, « Heat Treated Martensitic Steels: Microstructural Systems for Advanced Manufacture », *ISIJ Int.*, vol. 35, nº 4, p. 349-359, 1995.
[29] « AISI-SAE Classification of sfteels ». Air Liquide.
[30] D. A. Curry et P. L. Pratt, « The Role of Second Phase Particles in the Ductile Fracture of Higher Carbon Steels », *Mater. Sci. Eng.*, vol. 37, p. 223-235, 1979.
[31] Y. Tomita et K. Okabayashi, « Mechanical properties of 0.40 pct C-Ni-Cr-Mo high strength steel having a mixed structure of martensite and bainite », *Metall. Trans. A*, vol. 16, nº 1, p. 73-82, 1985.
[32] Y. Tomita, « Effect of martensite morphology on mechanical properties of low alloy steels having mixed structure of martensite and lower bainite », *Mater. Sci. Technol.*, vol. 7, nº 4, p. 299-306, 1991.
[33] K. Abbaszadeh, H. Saghafian, et S. Kheirandish, « Effect of Bainite Morphology on Mechanical Properties of the Mixed Bainite-martensite Microstructure in D6AC Steel », *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 28, nº 4, p. 336-342, 2012.
[34] L. J. Leach, C. W. Siyasiya, et W. E. Stumpf, « Effect of dual phase microstructure on the toughness of a Cr-Mo low-alloy plate steel », *J. South. Afr. Inst. Min. Metall.*, vol. 113, nº 2, p. 109-113, 2013.
[35] G. Charpy, « Sur l'influence de la température sur la fragilité des métaux », *Mémoire et compte rendu de la sociétés des ingénieurs civils de France*, p. 562-569, 1906.
[36] O. M. Akselsen et Ø. Grong, « Prediction of weld metal Charpy V notch toughness », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 159, nº 2, p. 187-192, 1992.
[37] I. C. Gutiérrez, « Effect of microstructure on the impact toughness of high strength steels », *Revisita Metall. 50*, vol. 50, 2014.
[38] Y. Tomita, « Low- Temperature improvement of mechanical properties of aisi 4340 steel through high-temperature thermomechanical treatment », *Metall. Trans. A*, vol. 22, nº 5, p. 1093-1102, 1991.
[39] J. P. Materkowski et G. Krauss, « Tempered martensite embrittlement in SAE 4340 steel », *Metall. Trans. A*, vol. 10, nº 11, p. 1643-1651, 1979.
[40] C. L. Briant, « Role of carbides in tempered martensite embrittlement », *Mater. Sci. Technol.*, vol. 5, nº 2, p. 138-147, févr. 1989.
[41] E. Chang, C. Y. Chang, et C. D. Liu, « The effects of double austenitization on the mechanical properties of a 0.34C containing low-alloy Ni-Cr-Mo-V steel », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 25, nº 3, p. 545-555, 1994.
[42] Y.-R. Im, Y. Jun Oh, B.-J. Lee, J. Hwa Hong, et H.-C. Lee, « Effects of carbide precipitation on the strength and Charpy impact properties of low carbon Mn–Ni–Mo bainitic steels », *J. Nucl. Mater.*, vol. 297, nº 2, p. 138-148, août 2001.
[43] S. Kim, S. Lee, Y.-R. Im, H.-C. Lee, Y. J. Oh, et J. H. Hong, « Effects of alloying elements on mechanical and fracture properties of base metals and simulated heat-affected zones of SA 508 steels », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 32, nº 4, p. 903-911, avr. 2001.
[44] S. Takebayashi, K. Ushioda, N. Yoshinaga, et S. Ogata, « Effect of Carbide Size Distribution on the Impact Toughness of Tempered Martensitic Steels with Two Different Prior Austenite Grain Sizes Evaluated by Instrumented Charpy Test », *Mater. Trans.*, vol. 54, nº 7, p. 1110-1119, 2013.
[45] C. A. Hippsley et S. G. Druce, « The influence of phosphorus segregation to particle/matrix interfaces on ductile fracture in a high strength steel », *Acta Metall.*, vol. 31, nº 11, p. 1861-1872, 1983.

[46] A. Chatterjee, A. Moitra, A. K. Bhaduri, D. Chakrabarti, et R. Mitra, « Effect of Heat Treatment on Ductile-Brittle Transition Behaviour of 9Cr-1Mo Steel », *Procedia Eng.*, vol. 86, p. 287‑294, 2014.

[47] S. Hong, J. Song, M.-C. Kim, K.-J. Choi, et B.-S. Lee, « Effects of microstructural variation on Charpy impact properties in heavy-section Mn-Mo-Ni low alloy steel for reactor pressure vessel », *Met. Mater. Int.*, vol. 22, nº 2, p. 196‑203, 2016.

[48] A. Chatterjee, A. Ghosh, A. Moitra, A. K. Bhaduri, R. Mitra, et D. Chakrabarti, « Role of hierarchical martensitic microstructure on localized deformation and fracture of 9Cr-1Mo steel under impact loading at different temperatures », *Int. J. Plast.*, vol. 104, p. 104‑133, 2018.

[49] B. Mintz, W. B. Morrison, et A. Jones, « Influence of carbide thickness on impact transition temperature of ferritic steels », *Met. Technol.*, p. 252‑260, juill. 1979.

[50] N. J. Petch, « The influence of grain boundary carbide and grain size on the cleavage strength and impact transition temperature of steel », *Acta Metall.*, vol. 34, nº 7, p. 1387‑1393, juill. 1986.

[51] S. Pallaspuro, A. Kaijalainen, S. Mehtonen, J. Kömi, Z. Zhang, et D. Porter, « Effect of microstructure on the impact toughness transition temperature of direct-quenched steels », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 712, p. 671‑680, 2018.

[52] S. Maropoulos, N. Ridley, et S. Karagiannis, « Structural variations in heat treated low alloy steel forgings », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 380, nº 1–2, p. 79‑92, 2004.

[53] X. Z. Zhang et J. F. Knott, « Cleavage fracture in bainitic and martensitic microstructures », *Acta Mater.*, vol. 47, nº 12, p. 3483‑3495, 1999.

[54] D. A. Curry et J. F. Knott, « Effects of microstructure on cleavage fracture stress in steel », *Met. Sci.*, vol. 12, nº 11, p. 511‑514, nov. 1978.

[55] A. Martín-Meizoso, I. Ocaña-Arizcorreta, J. Gil-Sevillano, et M. Fuentes-Pérez, « Modelling cleavage fracture of bainitic steels », *Acta Metall. Mater.*, vol. 42, nº 6, p. 2057‑2068, juin 1994.

[56] I. Kawata, H. Nakai, et S. Aihara, « Experimental evaluation of effective surface energy for cleavage microcrack propagation across grain boundary in steels », *Acta Mater.*, vol. 150, p. 40‑52, 2018.

Chapitre II : **Matériau de l'étude**

II.1. Présentation de l'acier 40CrMo4 42
II.1.1. Composition chimique et cycles thermiques 42
II.1.2. Prélèvements des échantillons de l'étude 44
II.1.3. Microstructures à l'état brut de trempe et fraction des constituants 45
II.1.4. Conception des microstructures additionnelles de l'étude 57
II.1.5. Calcul des phases en équilibre 58
II.1.6. Conclusions sur la présentation de l'acier 40CrMo4 61
II.2. Micrographie des microstructures de l'étude 61
II.2.1. Microstructure au Microscope Optique (MO) 62
II.2.2. Microstructure au Microscope Electronique à Balayage (MEB) 66
II.2.3. Microstructure à l'échelle des lattes de martensite 68
II.2.4. Conclusions sur l'étude micrographique 71
II.3. Etude des entités microstructurales de seconde phase 72
II.3.1. Analyse inclusionnaire 72
II.3.2. Etude des carbures 76
II.3.3. Etude de l'austénite 83
II.3.4. Conclusions sur les entités microstructurales 84
II.4. Analyse de la microtexture 85
II.4.1. Microtexture à l'échelle des ex-grains d'austénite primaire 85
II.4.2. Microtexture à l'échelle des paquets de lattes 90
II.5. Conclusions sur le matériau de l'étude 92

II.1. Présentation de l'acier 40CrMo4

Cette partie introduit l'acier étudié. La composition chimique et le cycle thermique des barres sont présentés dans la section II.1.1. La barre étant de diamètre important, on a varié la position de prélèvement des échantillons (section II.1.2) afin de partir de deux microstructures ayant le même taux de carbone. L'une des particularités était que les barres d'acier obtenues pour l'étude avaient subi une trempe suivie d'un revenu ; on a donc refabriqué les microstructures brutes de trempe (section II.1.3) afin de mettre en lumière les effets d'auto revenu notamment. Par la suite, quatre autres microstructures destinées à l'étude ont été conçues (section II.1.4) en faisant varier les températures de revenu pour faire varier la précipitation. Cette partie se termine avec la prévision des phases en équilibre (section II.1.5) à diverses températures de revenu.

II.1.1. Composition chimique et cycles thermiques

On reporte dans le tableau II.1 la composition chimique de l'acier 40CrMo4 mesurée par spectroscopie sur la barre d'acier. La teneur en éléments d'addition étant inférieure à 5%, il s'agit d'un acier faiblement allié [1]. Les éléments d'addition majeurs sont Cr, Mo et Mn. Le pourcentage en soufre est porté à 50ppm afin de faciliter l'usinage des pièces de forage *off-shore*.

Tableau II.1 : Composition chimique moyenne de la barre en pourcentages massiques

C	Cr	Mo	Mn	Si	Ni	Cu	P	S	Al	Fe
0.40	1.25	0.32	1.14	0.25	0.20	0.11	0.011	0.005	0.018	base

Figure II.1 : Lingots sur le parc à lingots juste après démoulage, d'après Dumerger et *al.* 2013 [2]

Dans le cadre de cette étude, nous sommes partis d'une barre d'acier provenant d'une coulée dont le métal liquide a été coulé dans des lingotières. Une fois démoulé, on obtient des lingots de 7.5 tonnes environ et de section 400 × 400 mm (fig.II.1). Les lingots vont ensuite subir une

déformation au cours du laminage à chaud, généralement à une température au-dessus de 900°C, pour obtenir une barre cylindrique de diamètre 180mm et de longueur proche de 2m. La taille de grain austénitique moyenne de la barre de l'étude se situe entre 6 – 9 ASTM, soit de 16 à 45µm.

Pour atteindre des niveaux de résistance adaptés aux domaines d'application de cet acier, une fois laminé, les barres cylindriques doivent subir des traitements thermiques, notamment une trempe suivie d'un ou plusieurs revenus. Partant d'une microstructure ferrito-perlitique (cas général), les traitements thermiques réalisés consistent en une austénitisation à une température au-dessus de Ac_3, un refroidissement rapide (trempe), puis un revenu à une température en dessous de Ac_1. La fig.II.2 illustre un cycle typique de traitement thermique. Cette courbe est généralement obtenue lors d'études paramétriques au CREAS en soudant des thermocouples sur des lopins cylindriques avant la mise en traitement. Dans des conditions idéales, les phases de montée en température et de refroidissement sont des droites, avec des pentes plus ou moins raides suivant la vitesse du traitement. La courbe théorique est impossible à tenir industriellement, compte tenu notamment du diamètre des barres à traiter, de la prise de température et des équipements de la ligne de production, puisque les barres sont généralement traitées en nappes.

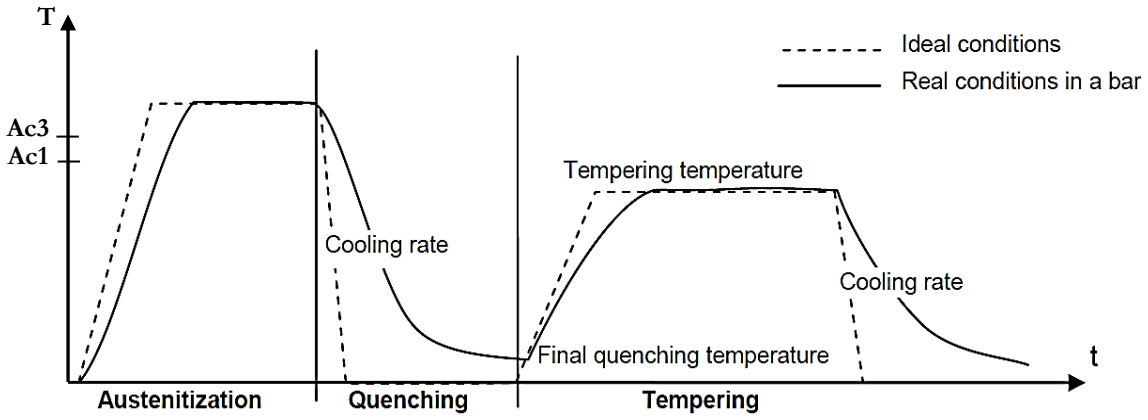


Figure II.2 : Comparaison entre conditions idéales et réelles de l'évolution de la température au sein d'une barre [3]

Le diamètre de la barre a une influence claire sur la vitesse de refroidissement, à la fois lors de la trempe et du revenu. En effet, la vitesse de refroidissement n'est pas la même qu'on soit proche de la peau de la barre ou au niveau du cœur ; cet effet est marqué lorsque le diamètre des barres à traiter est important. En guise d'exemple, on présente que la fig.II.3 le cycle de refroidissement d'un lopin de diamètre 210 mm, il est issu d'une étude paramétrique où le lopin a été austénitisé jusqu'à 875°C, puis trempé à l'eau. On peut voir que la vitesse de refroidissement est plus importante au voisinage de la peau et qu'elle diminue lorsqu'on tend vers le cœur de la barre. On verra dans la section II.1.2 que cette différence de cinétique de refroidissement induit des différences en termes de macrodureté, qu'on soit proche de la peau ou du cœur de la barre. Plus

loin dans la section II.1.3, nous verrons que cette différence de macrodureté est liée à une variation des constituants de la microstructure.

Pour le cas précis des barres Ø180mm de l'étude, elles ont subi une austénitisation à 875°C pendant 25 min environ, suivi d'une trempe à l'eau. À la suite de la trempe, un revenu à 600°C a été réalisé pendant 3h, suivi d'un refroidissement à l'huile. Ce niveau de traitement correspond à l'état de commercialisation des barres. Dans ce manuscrit, on le désignera par traitement T1 ce revenu à 600°C – 3h.

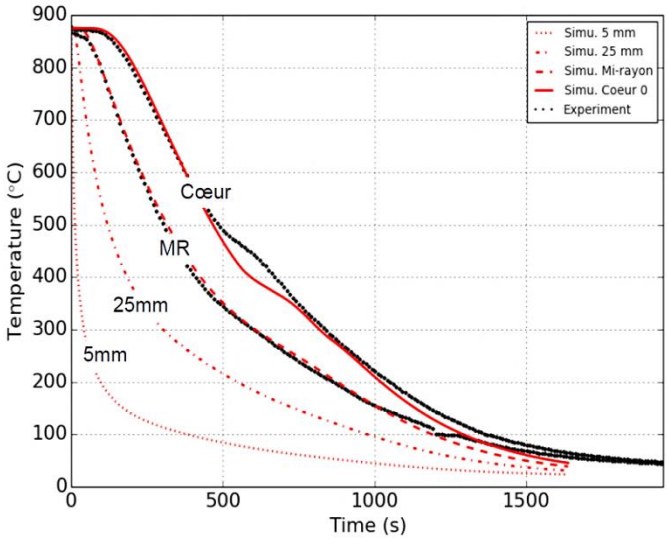


Figure II.3 : Evolution de la température à plusieurs distances de la peau au cours de la simulation de trempe dans des lopins Ø210mm trempés à l'eau, d'après Michel Saby, 2014 [4]

II.1.2. Prélèvement des échantillons de l'étude

On présente sur la fig.II.4 l'évolution de la macrodureté Vickers et du profil de teneur en carbone le long du rayon de la barre. Ces mesures ont été faites sur barre au terme du traitement T1. Pour la macrodureté, le voisinage de la peau apparaît plus dur et la dureté diminue considérablement lorsqu'on se rapproche du cœur de la barre. On y reviendra dans la section II.1.3 pour justifier l'origine de cette différence de réponse mécanique. Pour l'instant, on note en particulier une baisse drastique de la macrodureté au voisinage de 35 à 45 mm de la peau de la barre ; il s'agit de la zone voisine du mi-rayon de la barre. Dans ce même domaine, le profil de carbone présente un pic à 0.43%. Il est connu que ce domaine est celui de transition entre croissance dendritique colonnaire et équiaxe lors de la solidification. En effet, une fois le métal en fusion introduit dans la lingotière, le refroidissement du lingot se produit de la peau vers le cœur de la future barre et il commence par une croissance colonnaire des dendrites. Or pendant la solidification, les éléments chimiques en excès sont rejetés dans le liquide au front de solidification. La pointe des dendrites de la zone colonnaire se trouve ainsi plus riche en éléments d'alliage qui

sont piégés au voisinage du mi-rayon par la croissance dendritique équiaxe venant du centre du lingot (qui elle aussi rejette des solutés). Le taux de carbone important dans ce domaine de transition a donc pour origine les micro-ségrégations chimiques lors du refroidissement du lingot [2].

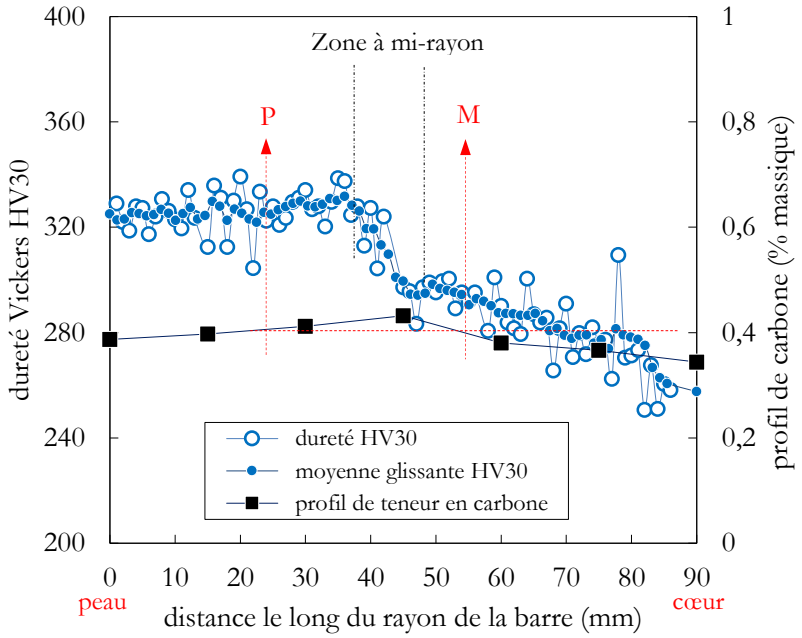


Figure II.4 : Effet peau-cœur sur la macrodureté Vickers et le profil de carbone. L'incertitude sur la teneur en C est de l'ordre de ±0.003. Les mesures ont été faites sur barre en usine

Dans le cadre de cette étude, afin de disposer des microstructures ayant un taux de carbone conforme au cahier des charges client, soit 0.4%, les échantillons ont été prélevés à 1 pouce et à mi-rayon + 10mm de la peau de la barre ; on les désigne respectivement par les lettres P et M. Il s'agit ici de la « variabilité 1 », qui traduit le choix des microstructures à partir de la position de prélèvement. Le niveau de résistance visé par le traitement T1 étant 130ksi (soit un $Rp_{0.2}$ d'environ 900MPa au prélèvement P), ces échantillons porteront le nom de 130P et 130M. **Dans ce manuscrit, on parlera de microstructures de la configuration 130ksi pour désigner les microstructures 130P et 130M.**

II.1.3. Microstructures à l'état brut de trempe et fraction des constituants aux positions P et M

On a vu dans la section II.1.1 que l'état de réception des barres de l'usine est celui de la configuration 130ksi, à savoir une barre trempée et revenue. On ne dispose donc pas de l'état brut de trempe des microstructures P et M. Or cet état est indispensable pour accéder aux constituants des microstructures des prélèvements P et M, puis améliorer notre connaissance de l'évolution microstructurale de l'acier étudié. L'ensemble de ces éléments constituent l'objet de cette section.

La première démarche adoptée et présentée ici repose dans un premier temps sur le ModelAsco.Jominy (MAJ). Le MAJ a permis d'estimer les vitesses de refroidissement aux positions P et M, cette dernière induit la fraction des constituants du point de vue du diagramme TRC. Du fait de ségrégations chimiques évoquées dans la section II.1.1, on peut s'attendre à des teneurs différentes en éléments d'alliage qu'on soit au prélèvement P ou M, d'où la détermination de la composition chimique locale des microstructures 130P et 130M qui servirons de données d'entrée au modèle. Nous analyserons les limites de cette approche et on introduira la deuxième méthode adoptée pour accéder aux microstructures brutes de trempe.

Composition chimique locale aux positions P et M de la barre

L'analyse de la composition chimique locale a été faite à la microsonde de Castaing sur les microstructures 130P et 130M. On a choisi de limiter l'analyse aux éléments chimiques majeurs. Plus de 400 points distants de 10µm ont été analysés pour chacune des deux microstructures avec une taille de la sonde de 10µm. Les mesures ont été faites avec un faisceau défocalisé, ce qui permet de réduire les effets de pollution. On présente sur la fig.II.5 l'évolution des éléments chimiques majeurs au voisinage des positions P et M. Une échelle logarithmique a été utilisée pour que les fluctuations soient marquées. On observe que, contrairement aux autres éléments chimiques, le profil du Ni fluctue beaucoup dans le 130M. Pour le reste, aucune différence majeure ne se dégage sur le profil des autres éléments d'alliage.

Les mesures du profil de C faites à la microsonde ont donné un taux moyen proche de 0.26% massique, ce qui est très bas en comparaison avec les mesures faites sur barre (0.4% massique). Il semble que la microsonde ne soit pas adaptée pour estimer le taux de carbone dans les conditions utilisées; ce qui nous a conduit à adopter une estimation de la teneur en carbone à partir de la dureté de la martensite.

Estimation de la teneur en carbone

Pour les martensites dans les aciers au carbone et faiblement alliés, on a vu au Chapitre I que la principale cause de dureté élevée est la présence des atomes de carbone qui saturent la solution solide. La teneur en carbone a été estimée par une approche inverse basée sur la mesure de la dureté des martensites brutes de trempe. Pour obtenir une martensite brute de trempe, deux ébauches (environ $15 \times 15 \times 60$ mm^3) provenant des positions P et M issus du traitement T1 ont été austénitisées à 875°C pendant 25min, puis trempées par immersion dans un bac d'eau agitée. Par la suite, plus de 10 mesures de macrodureté Vickers et les valeurs moyennes des deux microstructures P et M restent assez proches ; elles se situent autour de 633 ± 18. Pour le cas précis des aciers à haute résistance développés au CREAS, T. Sourmail et *al.*, 2007 [5] ont proposé l'expression II.1, où le carbone est en % massique, pour l'estimation de la dureté de la martensite au moyen du pourcentage en carbone.

$$HV_{martensite} = 226 + 788\,(C - 0.021)^{0.68} \qquad \text{(II.1)}$$

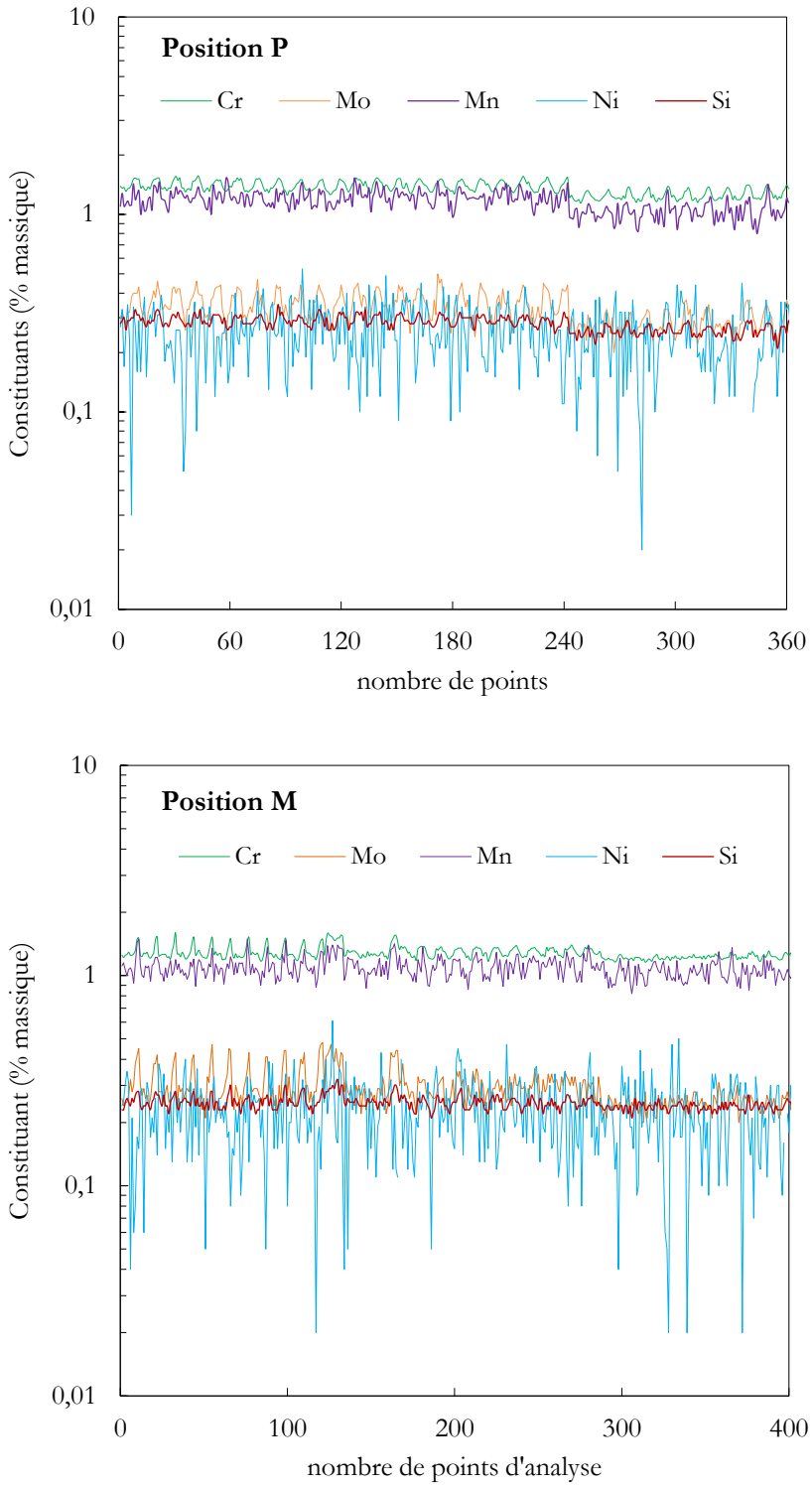


Figure II.5 : Composition chimique des éléments d'addition majeurs à l'échelle locale. Les mesures ont été faites à la microsonde de Castaing avec une distance entre points de 10µm

Le pourcentage en carbone estimé est 0.39 pour les microstructures P et M, ce qui est proche des mesures globales fournies précédemment. Les valeurs moyennes des compositions chimiques sont récapitulées dans le tableau II.2. Globalement, si on prend en compte les incertitudes de mesure, on retient que la différence en teneur des éléments d'alliage entre prélèvements P et M est négligeable. Les données fournies dans ce dernier tableau vont nous servir de paramètre d'entrée du MAJ pour l'estimation des vitesses de refroidissement aux positions P et M de la barre.

Tableau II.2 : Composition chimique à l'échelle locale des microstructures P et M et comparaison avec la composition moyenne sur la barre. L'incertitude de mesure sur la barre est de ±0.004

	C	Cr	Mo	Mn	Si	Ni	Cu	P	S	Al
Barre	0.40	1.25	0.32	1.14	0.25	0.20	0.11	0.011	0.005	0.018
P	0.39	1.35	0.33	1.16	0.28	0.25	-	-	-	-
M	0.39	1.28	0.28	1.27	0.25	0.23	-	-	-	-
Incertitude	-	0.06	0.08	0.26	0.03	0.27	-	-	-	-

Estimation des vitesses de refroidissement

En plus de compositions chimiques des microstructures issues des positions P et M données dans le Tableau II.2, on entre dans le MAJ le diamètre de la barre, Ø180mm et on précise à chaque fois le prélèvement correspondant à la composition chimique, soit 25 et 55mm de la peau respectivement pour P et M. Les données de traitement thermique ont été précisées comme suit : austénitisation 875°C pendant 25min et une drasticité de 0.06 correspondant à une trempe à l'eau.

Pour les deux positions de prélèvement, le calcul prédit une vitesse de refroidissement de 4°C.s^{-1} et 2.8 °C.s^{-1} respectivement pour les positions P et M. La température de transformation martensitique est également similaire pour les deux positions, elle est proche de 300°C. De plus, en précisant les paramètres de revenu du traitement T1, à savoir 600°C pendant 3h, puis refroidissement à l'huile, on obtient la prédiction des propriétés mécaniques en traction et celle de la dureté Vickers. Les principaux résultats obtenus à la suite du calcul sont récapitulés dans le tableau II.3. On verra au Chapitre III si les prédictions des propriétés mécaniques en traction sont bonnes. Pour l'instant, il semble que la principale différence entre les microstructures 130P et 130M provienne de la différence en fraction de bainite présente dans le 130M, alors que le 130P serait globalement martensitique. On a vu au Chapitre I que pour ces aciers, la fraction de bainite supérieure notamment entraine une baisse des propriétés mécaniques ; sachant qu'on assiste à une baisse de la dureté lorsqu'on va de la position P vers la M, on peut considérer qu'on tient ici un indice qui renseigne que la bainite formée serait de type bainite supérieure. Cependant, les 70% de bainite probables à la position M nous ont semblé étranges. Plus loin dans cette étude, nous avons constaté que les données des traitements thermiques sur les barres Ø180mm ne sont pas intégrées dans la base de validation du MAJ, ce qui suggère que les prédictions des fractions des constituents

par MAJ seraient peu fiables pour notre cas précis. Pour valider cette hypothèse, les résultats des prédictions du MAJ ont été comparés aux résultats expérimentaux obtenus sur un TRC d'un acier de même grade, mais de chimie différente.

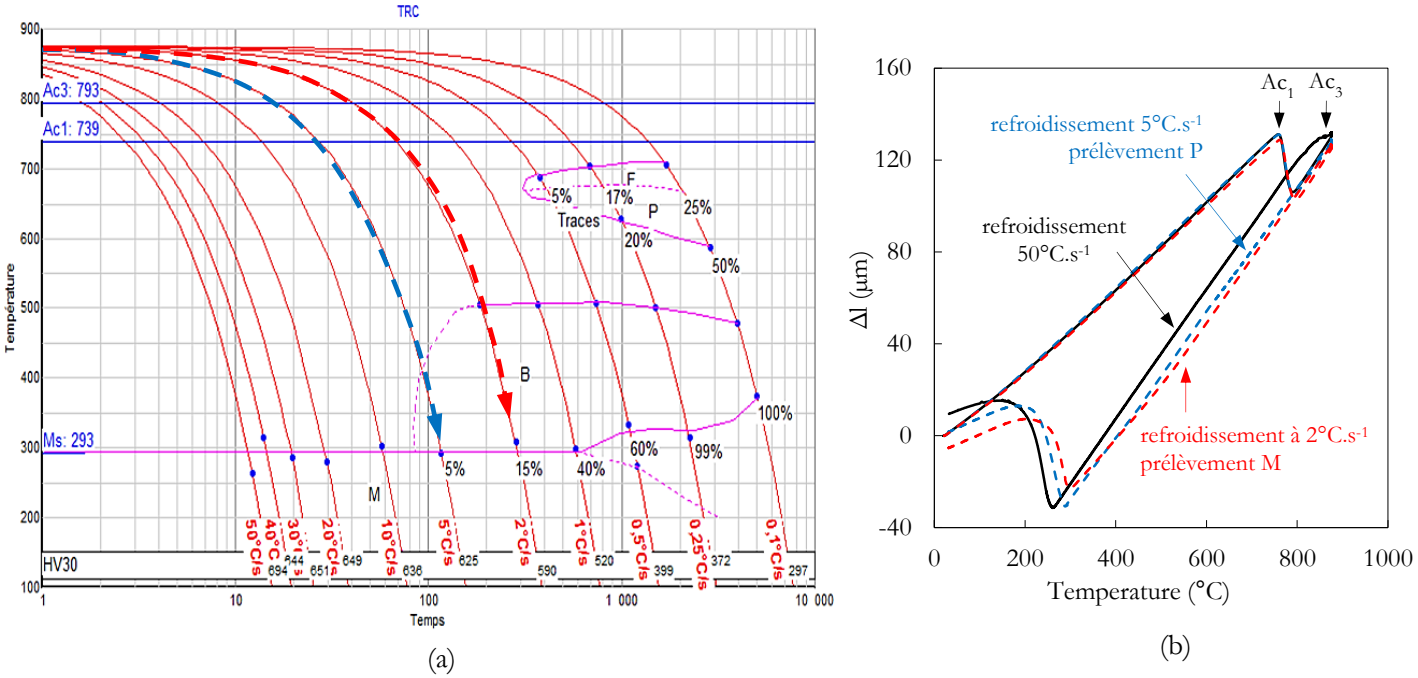
Tableau II.3 : Prédictions issues du calcul par le ModelAsco.Jominy. B : bainite, M : martensite

	Ac_1 (°C)	Ac_3 (°C)	M_s (°C)	B_s (°C)	% B	% M	HV	$Rp_{0.2}\ (MPa)$	$Rm\ (MPa)$
130P	743	788	300	488	8	92	310	901	1013
130M	743	787	309	502	70	30	281	764	927

Validité des résultats issues du MAJ

Dans cette partie, on se propose de comparer les prédictions des fractions de constituants du MAJ avec les mesures de dilatométrie. On s'appuiera sur le TRC présenté sur la fig.II.6 : c'est celui d'une nuance 40CrMo4 d'une autre coulée qu'on appellera ici « coulée TRC ». Le choix de ce TRC se justifie, au moins du point de vue macroscopique. En comparaison avec la barre étudiée, il s'agit du même grade d'acier, la teneur en carbone de cette coulée est proche de celle de la barre d'étude, les paramètres d'austénitisation et les points Ms sont également proches, respectivement 875°C pendant 20 min et 300°C (soit une différence de ±5°C qu'on néglige ici).

La composition chimique moyenne de l'acier TRC est donnée dans le tableau II.4, elle a été mesurée sur un lopin de diamètre 200mm. On note qu'en dehors du Si, l'acier TRC est moins riche en éléments trempants que celui de l'étude. Dans un premier temps, on a choisi les vitesses de refroidissement qui seraient à la fois proches de celles des positions P et M calculées précédemment, et des vitesses des essais réalisés sur le TRC. Par la suite on en a déduit la fraction des constituants en s'appuyant sur le diagramme TRC et les prédictions du TRC ont été comparées avec celles du MAJ.



(a) (b)

Figure II.6 : a) Diagramme TRC d'un acier 40CrMo4 nommée ici « acier TRC », austénitisé à 875°C pendant 20 min, b) Courbes de dilatométrie des microstructures aux positions P et M. d'après M. Saby, 2015 [4]

Tableau II.4 : Comparaison des compositions chimiques entre l'acier d'étude et celui de la coulée TRC

	C	Cr	Mo	Mn	Si	Ni	Cu	P	S	Al
Barre	0.40	1.25	0.32	1.14	0.25	0.20	0.11	0.011	0.005	0.018
Barre TRC	0.43	1.03	0.22	0.93	0.32	0.21	0.17	0.011	0.014	-

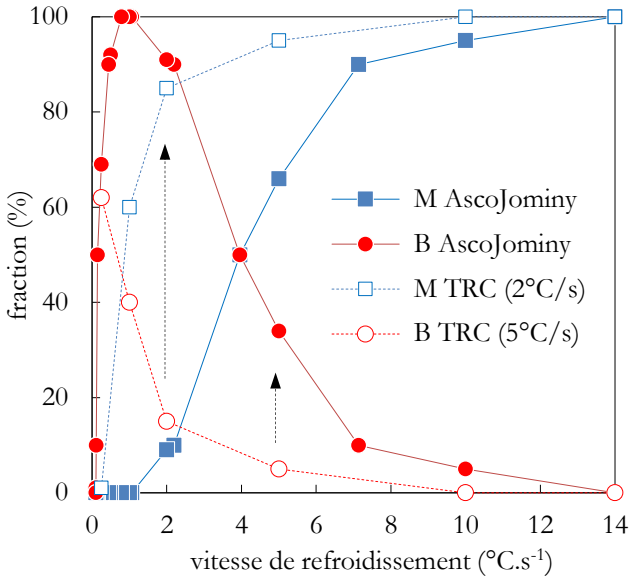


Figure II.7 : Evolution des fractions de bainite et de martensite présentes aux positions P et M. Comparaison entre calcul par MAJ et mesure expérimentale à la suite d'un TRC. M et B désignent respectivement la martensite et la bainite

A la lumière des vitesses de refroidissement des MAJ (4°C.s^{-1} et 2.8°C.s^{-1} respectivement pour les positions P et M), et sachant que les fractions de constituants formées à chacune des vitesses sur le TRC (fig.II.6) sont à considérer à ±5% près, on peut considérer les vitesses de refroidissement 5°C.s^{-1} et 2°C.s^{-1} représentatives des positions P et M. Pour ces vitesses de refroidissement, les fractions des constituants formées sont respectivement 95% de martensite – 5% de bainite, puis 85% de martensite – 15% de bainite. A ces vitesses, les résultats de dilatométrie donnent les points M_S du TRC respectivement à 292°C et 308°C, ce qui reste proche de ceux des microstructures P et M à ±5°C près. Cependant, les points B_S ne sont pas précisés sur le TRC. On distingue néanmoins que le point B_S de la microstructure M serait au-dessus de celui de la microstructure P, ce qui est cohérent avec les prédictions du MAJ.

L'écart en prédiction entre MAJ et TRC à différentes vitesses de refroidissement est donné sur la fig.II.7. En dessous de 1°C.s^{-1}, le MAJ et le TRC prévoient la présence de ferrite et perlite, non représentés ici. Aux vitesses de refroidissement des positions P et M, à savoir 5°C.s^{-1} et 2°C.s^{-1}, en termes de fraction de bainite prédite par le MAJ, on voit que l'écart de prédiction peut aller jusqu'à 60% au moins. Contrairement au MAJ, qui prévoyait 70% de bainite à la position M, le TRC se situe autour de 15%, une estimation qu'on considère plus proche de nos attentes.

A ce niveau, on voit qu'il n'est pas acceptable de considérer le MAJ pour l'estimation des fractions de constituants, le TRC semble plus adapté car il s'appuie sur des mesures expérimentales.

Comme on l'a fait remarquer plus haut, la chimie de l'acier TRC est moins riche en éléments trempants. De ce fait même si les prédictions du TRC nous semble pertinentes, on peut s'attendre à des écarts de fractions de constituants (martensite et bainite) entre l'acier TRC et celui de l'étude. On a donc poursuivi l'étude des microstructures brutes de trempe avec des essais de dilatométrie sur des éprouvettes issues des positions P et M ; c'est au moyen de ces dernières qu'on estimera les fractions de constituants.

Estimation des fractions des constituants aux prélèvements P et M

Dans cette partie, on a fait le choix de conserver la vitesse de refroidissement pour la position P à 5°C.s^{-1}. Pour la position M, dont on a vu qu'elle serait constituée de martensite et de bainite supérieure, on a varié la vitesse de refroidissement de manière à obtenir des fractions de bainite allant de 0 à 20% environ.

Quatre essais de dilatométrie ont été réalisés sur un dilatomètre Bähr DIL805A à chauffage par induction. Les éprouvettes sont cylindriques de diamètre 4mm. Elles sont placées entre deux tiges en silice, une fixe et une mobile. C'est la tige mobile qui liée, au système piézoélectrique, permet la mesure de la dilatation. La mesure de la température est faite grâce à un thermocouple soudé sur l'éprouvette et l'essai se produit dans une chambre sous vide secondaire (inférieur à 10^{-3} Pa), ce qui limite la décarburation. Pour l'ensemble des essais, le cycle débute par un chauffage à une vitesse de 3°C.s^{-1} jusqu'à 875°C, cette vitesse de chauffage est celle couramment utilisée au CREAS. Le cycle se poursuit avec un maintien pendant 25min, puis un refroidissement jusqu'à l'ambiante.

On présente sur la fig.II.8 les courbes de dilatométrie obtenues au terme des essais. Le cas particulier de l'éprouvette M montre qu'à la fin du cycle, la longueur de l'éprouvette conserve une déformation permanente. Ce constat a par exemple été souligné par Catteau et *al.*, 2016 [6] sur des nuances 40CrMo4. Deux microstructures ont été considérées : une avec bandes orientées dans le sens long de l'éprouvette, puis une microstructure homogénéisée à 1280°C pendant 48h. Les auteurs soulignent que la déformation permanente est intrinsèque aux microstructures avec bandes de ségrégation et trois origines peuvent expliquer cet écart : une déformation anisotrope des éprouvettes pendant le cycle de dilatométrie, la formation de carbures par auto-revenu, ce qui modifierait le volume de matière ou une transformation incomplète liée à la différence de densité entre l'austénite et le volume de matière transformée. Ce qui semble évident est que cette déformation augmente quand la vitesse de refroidissement diminue ; c'est ce qu'on observe pour l'éprouvette TDIL262.

Pour estimer la fraction de bainite formée à la position M, la règle des bras de levier a été adoptée en posant deux hypothèses majeures : 1) le cycle de chauffage étant identique pour l'ensemble des essais, la courbe de chauffage est prise comme référence, 2) lors du refroidissement, l'écart angulaire de l'échantillon TDIL161, en comparaison avec le TDIL160, est inférieur à 2° ; on considère le TDIL161 comme étant 100% martensitique.

En considérant la température M_S à 300°C est prise comme ligne de référence. **Les résultats récapitulés dans le tableau II.5 indiquent qu'on peut s'attendre à une fraction de bainite allant de 0 à 20% dans les échantillons M, tandis que la microstructure P serait martensitique**.

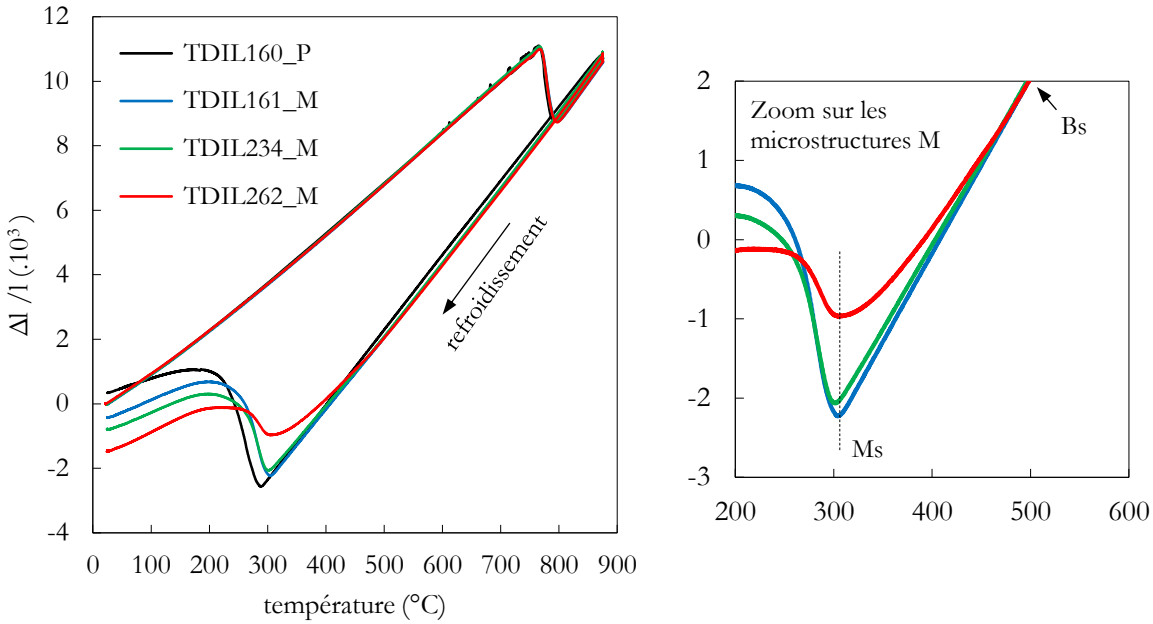


Figure II.8 : Courbes de dilatométrie visant à reproduire les microstructures brutes de trempe aux positions P et M

Tableau II.5 : Duretés Vickers moyenne des microstructures issues des essais de dilatométrie

Prélèvement	Eprouvettes	Vitesse (°C.s^{-1})	$HV_{0.3}$	Fraction martensite
P	TDIL160	5	671 ±19	100%
M	TDIL161	2	618 ±23	100% [1]
	TDIL234	1	602 ±41	98%
	TDIL262	0.5	546 ±95	80%

[1] Par hypothèse

Micrographies des « probables » microstructures aux positions P et M à l'état brut de trempe

La fig.II.9 présente les micrographies optiques des microstructures de chacune des éprouvettes de dilatométrie. Les microstructures présentent à la fois des zones claires et sombres, on remarque également un effet marqué de la vitesse de refroidissement, qui se traduit par l'augmentation de la fraction des zones sombres.

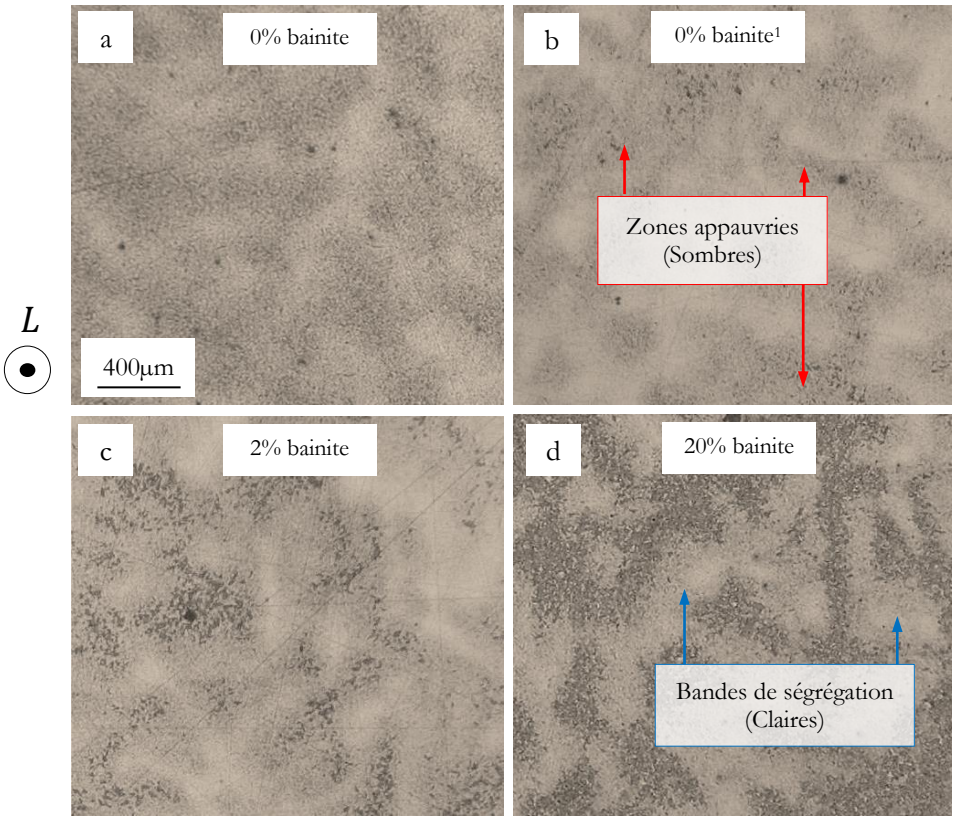
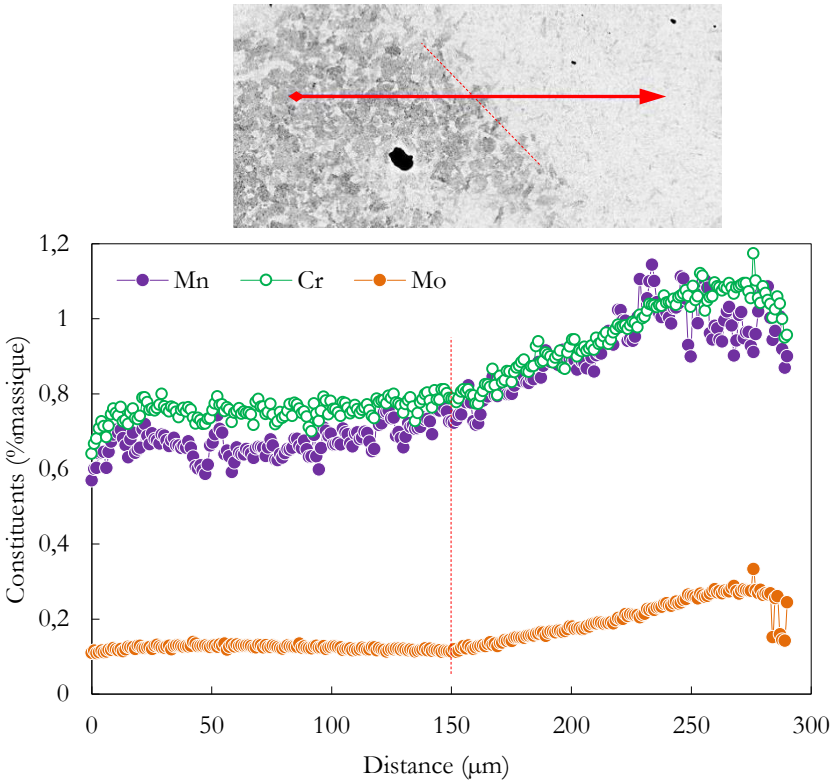


Figure II.9 : Micrographie en optique des éprouvettes de dilatomètrie : a) TDIL160, b) TDIL161, c) TDIL234 et d) TDIL262.

Un profil EDS illustré sur la fig.II.10 nous renseigne que les éléments chimiques Mn, Cr et Mo ont ségrégé dans les zones claires, on en déduit que les zones claires sont des bandes de ségrégation provenant des ségrégations mineures lors du refroidissement du lingot. Ce résultat met en exergue des hétérogénéités chimiques des microstructures aux positions P et M. On note enfin que c'est dans les zones ségrégées que la composition nominale des éléments Mn, Cr et Mo est conforme à la composition chimique de la barre (Tableau II.1). Pour vérifier si les zones ségrégées sont le cœur ou la peau des ex-dendrites, on a réalisé un calcul d'équilibre sur ThermoCalc avec la base TCFE7. On y a extrait la composition en éléments d'alliage Mn, Cr et Mo à 1447°C, température à laquelle le lingot serait constitué de 10% de liquide et de 90% de solide (austénite).

On peut voir sur la fig.II.11 qu'à cette température, le liquide est plus enrichi en éléments d'alliage que le solide formé, ce qui suggère que les zones ségrégées sont les dernières parties du lingot à solidifier et qu'elles appartiennent probablement à la peau des « ex-dendrites ».



Elements	Austénite γ (90%)	Liquide (10%)
Mn	0.0107	0.0140
Cr	0.0122	0.0154
Mo	0.028	0.0058

Figure II.11 : Profil EDS des éléments majeurs entre une zone ségrégée et zone appauvrie. Mesures faites sur l'échantillon de dilatométrie TDIL262 (M) contenant 20% de bainite. Prédiction des teneurs par calcul T-Calc.

On présente sur la fig.II.12 les micrographies au MEB des microstructures des éprouvettes de dilatométrie. Les zones ségrégées étant martensitiques, on s'est particulièrement intéressé aux zones appauvries. On identifie dans ces zones une structure dépourvue de lattes de martensite sur laquelle on trouve de la cémentite dispersée aléatoirement : il s'agit des paquets de bainite supérieure. Ces derniers sont davantage grossiers et en nombre important quand la vitesse de refroidissement diminue. On peut imaginer que les hétérogénéités chimiques ont conduit localement à deux diagrammes de transformation à refroidissement continu (TRC), respectivement dans les zones ségrégées et appauvries dans la barre. Ainsi le diagramme TRC des zones ségrégées a vu le nez de transformation bainitique s'éloigner vers la droite du fait des micro-ségrégations. La formation des paquets de bainite supérieure dans les zones appauvries résulte au premier ordre d'une cinétique de refroidissement lente et au second ordre d'une trempabilité plus faible que celle des zones ségrégées. Les particules de cémentite identifiées dans les paquets de bainite peuvent

provenir soit de la diffusion pendant (ou juste après) la formation des lattes de bainite, soit par auto-revenu lors du refroidissement.

Au final, l'évolution du profil de microdureté sur la fig.II.13 laisse penser que l'alternance entre zones martensitiques et zones bainitiques confère aux microstructures des éprouvettes de dilatométrie des hétérogénéités locales de niveau de résistance. On voit notamment que le profil du TDIL160, dont la microstructure est martensitique, est moins dispersé du fait de son homogénéité. L'écart de dureté apparaît davantage marqué quand la fraction de bainite augmente, il est d'au moins 200HV entre les zones martensitiques et bainitiques dans le TDIL262.

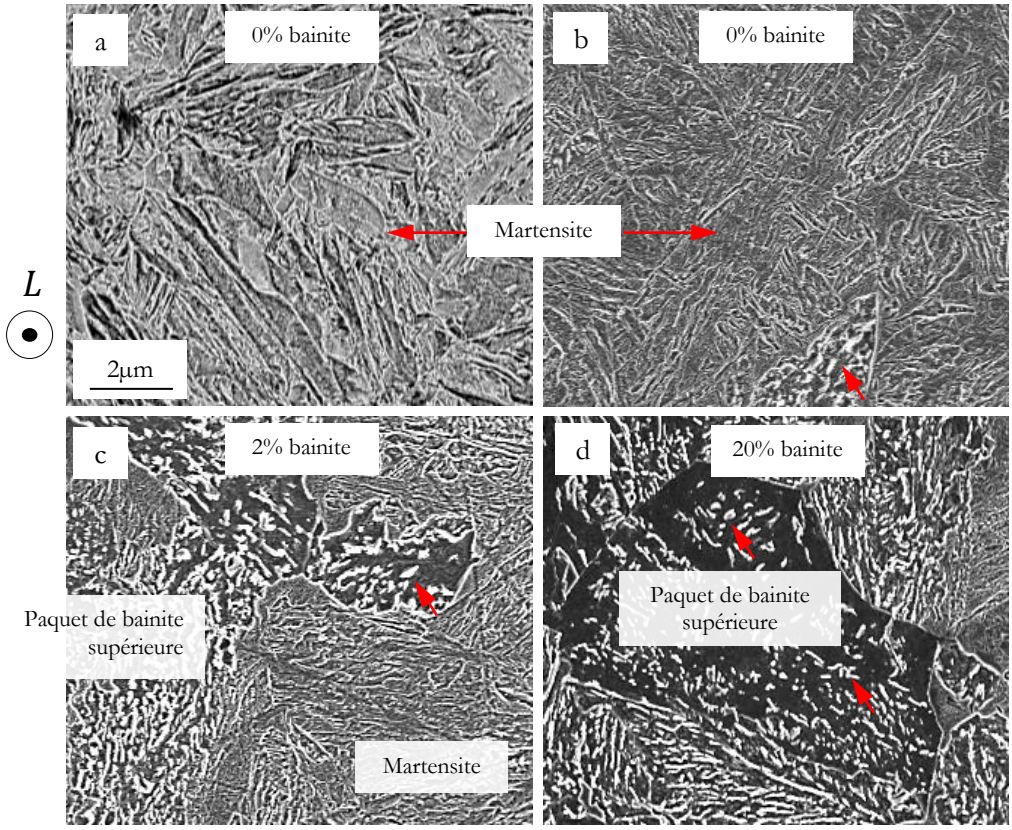


Figure II.12 : Micrographie au MEB – FEG des éprouvettes de dilatométrie : a) TDIL160, b) TDIL161, c) TDIL234 et d) TDIL262. Les images ont été acquises en électrons secondaires à travers le mode Inlens. Les flèches rouges indiquent la cémentite dans les paquets de bainite supérieure

Conclusion sur les microstructures brutes de trempe aux positions P et M

Les études conduites dans cette section avaient pour but d'accéder aux microstructures brutes de trempe aux positions P et M de la barre d'acier. Le MAJ nous a permis d'estimer les vitesses de refroidissement de ces positions à 4°C.s^{-1} et 2.8 °C.s^{-1}. Des essais de dilatométrie ont permis de constater que les microstructures des positions P et M sont respectivement de type martensitique et martensite – bainite. Plus précisément, la fraction de bainite varie de 0 à 20% dans les

microstructures M. Les micro-ségrégations ont conduit à des zones ségrégées et appauvries dans les microstructures. La bainite supérieure semble se former préférentiellement dans les zones appauvries et c'est elle qui est responsable de la baisse du niveau de dureté dans les zones appauvries. Enfin, c'est l'augmentation de la fraction de bainite supérieure, lorsqu'on va de la peau vers le cœur de la barre, qui explique la baisse de la macrodureté telle qu'on l'a observée dans la section II.1.2.

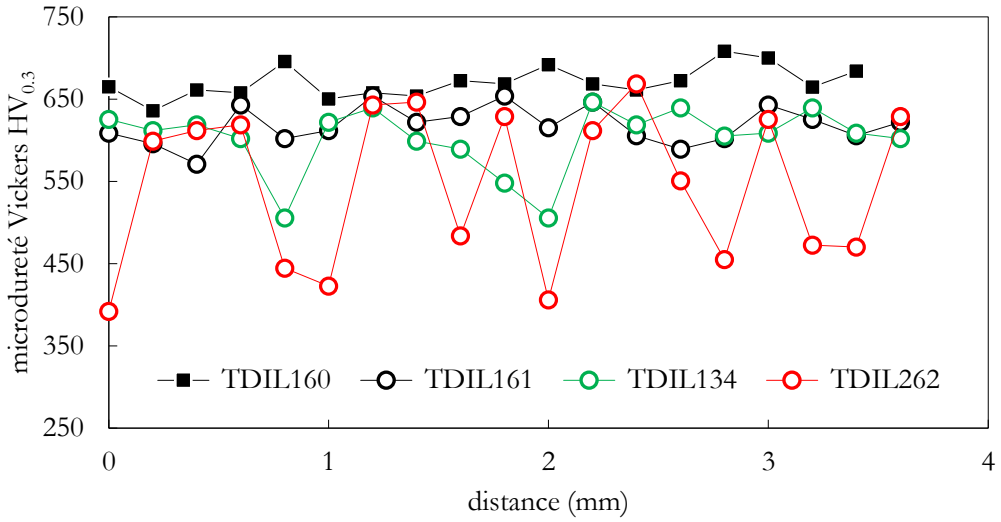


Figure II.13 : Filiations de microdureté Vickers le long du diamètre des éprouvettes de dilatométrie

II.1.4. Conception des microstructures additionnelles de l'étude

Dans cette section, on introduit la « variabilité 2 », qui traduit les revenus additionnels réalisés sur les microstructures de la configuration 130ksi. On a vu dans la section II.1.2 qu'à l'état de référence, la microstructure 130P est plus dure que la 130M, avec un écart de macrodureté proche de 40HV ; un écart qui s'explique (d'après la section II.1.3) par la présence de paquet de bainite supérieure dans la microstructure 130M.

En s'appuyant sur les modèles empiriques du CREAS qui prédisent les propriétés mécaniques en fonction de la température de revenu, deux revenus additionnels désignés respectivement par T2 et T3 ont été réalisés sur des ébauches des microstructures 130P et 130M. Ces traitements sont reportés dans le tableau II.6 et sont décrits comme suit :

- Traitement T2 : maintien pendant 1h aux températures 690°C et 665°C en vue d'obtenir les microstructures 110P et 110M respectivement. L'objectif du traitement T2 était d'harmoniser la limite d'élasticité entre les deux prélèvements. **Ici on cherche à disposer de deux microstructures P et M de même niveau de résistance, sachant qu'elles sont différemment constituées en bainite et en martensite.**

- Traitement T3 : maintien à 720°C pendant 4h des ébauches issues de 130P et 130M. L'objectif cette fois était, sachant qu'on part de microstructures ayant des fractions de constituants différentes, de pousser au plus loin l'état de précipitation à travers le grossissement des carbures.

Comme on l'a fait pour la configuration 130ksi, on désigne par configurations 110ksi et 90ksi, la configuration des microstructures P et M respectivement à la fin des traitements T2 et T3. Au final, dans le tableau II.7, on présente les six microstructures de l'étude dans le repère des variabilités 1 et 2. La structure de ce tableau reviendra plusieurs fois dans ce manuscrit.

Tableau II.6 : Traitements de revenu pour les microstructures des configurations 110ksi et 90ksi

Configurations	Désignation du revenu	Traitement de revenu
110ksi	T2	690°C – 1h pour le 110P 665°C – 1h pour le 110M
90ksi	T3	720°C – 4h pour le 90P et le 90M

Tableau II.7 : Récapitulatif des microstructures de l'étude en fonction des variabilités 1 et 2

			Variabilité 1	
	Revenus	Configurations	Prélèvements	
Variabilité 2	T1 : 600°C – 3h	130ksi	**130P**	**130M**
	T2 : 690°C/665°C – 1h	110ksi	**110P**	**110M**
	T3 : 720°C – 4h	90ksi	**90P**	**90M**

II.1.5. Calcul des phases à l'équilibre

La nature des phases à l'équilibre aux températures de revenu des configurations 130ksi, 110ksi et 90ksi a été déterminée avec deux logiciels : Thermocalc et MatCalc. Les bases de données utilisées sont respectivement TCFE3 et Fe data-6. Seuls les éléments majeurs du tableau II.8 ont été considérés. Précisons que pour le premier calcul, en prenant uniquement en compte les éléments C, Cr, Mo et Mn, les résultats des prédictions des deux logiciels sont très proches. L'ajout du Si pour le calcul sur ThermoCalc permet à la fois de se rapprocher de la composition réelle de la barre et d'évaluer son effet sur les phases à l'équilibre. Dans tous les cas, la formation des sulfures de type MnS notamment a été interdite car ils sont déjà présents à l'état brut de trempe (section II.1.3) et ils n'évolueront pas dans la gamme des revenus étudiés. S. Dépinoy, 2015 [7] précise que les MnS peuvent être stables jusqu'à 1300°C.

Tableau II.8 : Eléments chimiques majeurs retenus pour le calcul des phases en équilibre

	C	Cr	Mo	Mn	Si
ThermoCalc	0.40	1.25	0.32	1.14	0.25
MatCalc	0.40	1.25	0.32	1.14	-

On présente sur la fig.II.14 l'évolution des phases en équilibre avec la température. **Quel que soit le logiciel utilisé, aux températures de revenu T1, T2 et T3, on peut s'attendre à trois types de carbures : M_7C_3, M_3C et $M_{23}C_6$.** Il se dégage également quelques particularités avec la présence de Si. Ce dernier semble, à la fois, favoriser la précipitation des M_7C_3 qui sont présents jusqu'à 675°C et retarder leur dissolution. Il retarde aussi la formation des M_3C et des $M_{23}C_6$, puisque celle-ci ne démarre qu'à partir de 570°C environ.

Au final, on présente dans le tableau II.9 les carbures attendus dans les six microstructures de l'étude. On y retrouve également la fraction des carbures dans les microstructures des configurations 130ksi, 110ksi et 90ksi. Il apparaît que les trois types de carbures seraient présents dans les microstructures 130P et 130M, alors que seuls M_3C et $M_{23}C_6$ seraient présents dans les configurations 110ksi et 90ksi. Les observations faites dans ce tableau seront confrontées avec l'étude des carbures qui fera l'objet de la section II.3.2. Les deux calculs prévoient pour la configuration 90ksi (720°C), une fraction de près de 28% d'austénite sur une fine plage de variation en température (710 – 725°C) ; on peut potentiellement s'attendre à de l'austénite de réversion dans les microstructures 90P et 90M.

Tableau II.9 : Fraction de carbures attendus dans les microstructures des configurations 130ksi, 110ksi et 90ksi

	M_7C_3	M_3C	$M_{23}C_6$
130ksi	5	1.3	0.7
110ksi	-	4.3	3.5
90ksi	-	0.8	4.2

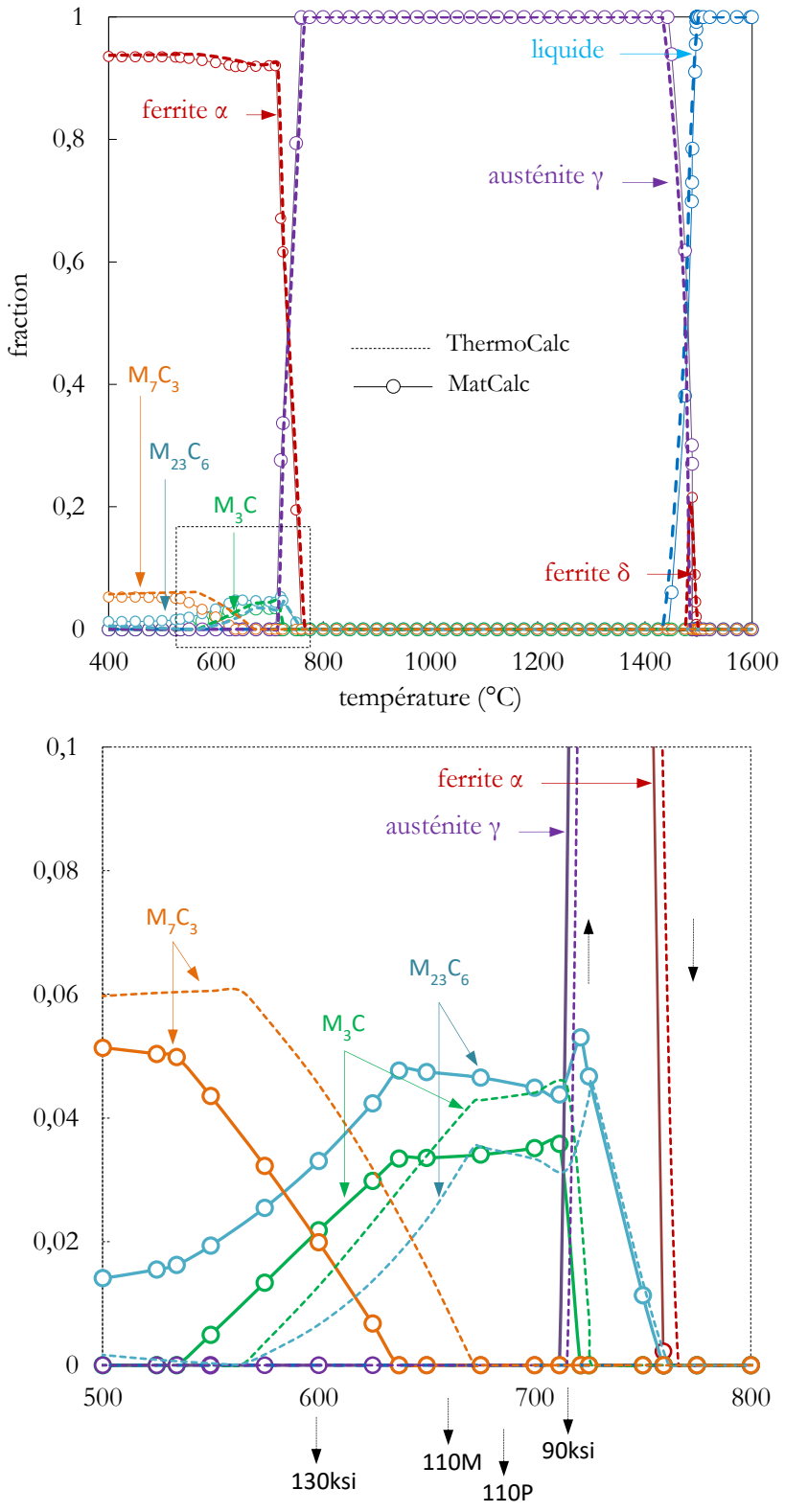


Figure II.14 : Phases en équilibre prédites par les logiciels MatCalc (sans Si) et Thermocalc (avec Si)

II.1.6. Conclusions sur la présentation de l'acier 40CrMo4

Dans cette partie nous avons introduit les microstructures de l'étude. La barre d'acier a un diamètre de 180mm et elle a été obtenue par voie lingot. A l'état brut de trempe, on note une augmentation de la fraction de bainite supérieure dans la barre lorsqu'on va de la peau vers le cœur. On a vu que la bainite supérieure s'est formée à mi-rayon de la barre dans les zones appauvries en éléments d'alliage alors que la martensite s'est formée dans les zones ségrégées.

Dans le cadre de l'étude, les barres ont été reçues à l'état trempé et revenu, ce qui correspond au niveau de résistance 130ksi qu'on a désigné par configuration 130ksi. Sur la base de la configuration 130ksi, deux variabilités ont été introduites pour construire la base de données matériaux et elles ont permis de fabriquer six microstructures destinées à l'étude :

- La **variabilité 1 :** en variant le prélèvement des échantillons sur la barre, on a obtenu les microstructures 130P et 130M pour la configuration 130ksi.

- La **variabilité 2 :** en variant les revenus additionnels réalisés sur des ébauches des microstructures 130P et 130M. Les deux revenus additionnels ont conduit aux microstructures 110P et 110M pour la configuration 110ksi, puis 90P et 90M pour la configuration 90ksi.

Pour terminer, les calculs de phase à l'équilibre suggèrent qu'aux températures de revenu des configurations 130ksi, 110ksi et 90ksi, on peut s'attendre, d'une part dans les six microstructures, à trois types de carbures : M_7C_3, M_3C et $M_{23}C_6$; puis à de l'austénite résiduelle dans les microstructures 90P et 90M. On verra plus loin dans ce chapitre, si ces prévisions sont valides. Pour l'instant, l'étude détaillée des six microstructures débute dans la section suivante avant les analyses micrographiques.

II.2. Micrographies des microstructures de l'étude

Dans cette partie, on prolonge l'étude des six microstructures des prélèvements P et M issues des configurations 130ksi, 110ksi et 90ksi. L'objectif majeur est d'analyser l'évolution de ces microstructures avec les variabilités 1 et 2. Différents moyens d'observation ont été exploités, afin de dégager, à différentes échelles, les différences et les similitudes entre les six microstructures. Nous avons en guise d'exemple : l'optique pour l'échelle micrométrique (section II.2.1), la microscopie électronique à balayage pour l'échelle submicrométrique (section II.2.2) et la microscopie en transmission qui nous a permis de descendre à l'échelle des lattes de martensite (section II.2.3). Cette partie va nous éclairer sur la morphologie des constituants des microstructures, les entités microstructurales en présence ainsi que leur évolution et le niveau de restauration de la matrice.

II.2.1. Microstructure au Microscope Optique (MO)

La préparation des échantillons pour l'observation au MO s'est faite en plusieurs étapes définies dans l'ordre comme suit : polissage des ébauches sur papier abrasifs SiC du grade 80 au grade 1200, demi-finition sur drap diamanté (7 et 3µm), puis finition à 1µm. Le passage des échantillons dans un bac ultrason a permis de nettoyer les échantillons entre chaque niveau de polissage. Les échantillons ont ensuite été attaqués au nital 4% pendant 10s environ pour révéler la structure en lattes de la martensite. Cet acier s'est montré très sensible à la durée de l'attaque.

La fig.II.15 présente les micrographies optiques des microstructures 130P et 130M à la fois dans les plans travers et long. Dans le plan travers, le 130P apparaît plutôt homogène (fig.II.15.a), on identifie à la fois des lattes fines aléatoirement réparties, typiques de la martensite et des « taches noires » de forme équiaxes, ce sont des inclusions. Ces dernières sont également identifiées sur le 130M (fig.II.15.b). Une étude détaillée des inclusions sera présentée dans la section II.3.1. Pour l'instant, on retient que dans le plan travers, les inclusions sont aléatoirement dispersées dans la matrice, de forme équiaxe et que leur taille est proche de 10µm. Contrairement au 130P, le 130M révèle la présence des zones appauvries (fig.II.15.b), parfois de forme équiaxe, qu'on retrouve disséminées par endroits dans la microstructure. Ces zones appauvries renvoient aux lieux de formation de la bainite supérieure (section II.1.3).

Les micrographies dans le plan long confirment le caractère homogène du 130P (fig.II.15.c), avec cette fois des inclusions allongées dans le sens long de la barre. Cependant, on identifie sur le 130M une alternance entre bandes sombres et claires qui corresponde respectivement aux bandes ségrégées et appauvries. Cette dernière observation est connue dans la littérature ; elle a été reportée sur les aciers de structure bas carbone par Maropoulos et *al.* 2004 [8]. Les auteurs indiquent que les bandes claires présentent une structure grossière alors que les bandes sombres sont riches en Ni, Cr, Mo et V. Ces observations confirment avec nos résultats EDS de la section II.2.3. Dix mesures de largeur sur cinq bandes ont permis de l'estimer entre 150 – 350µm.

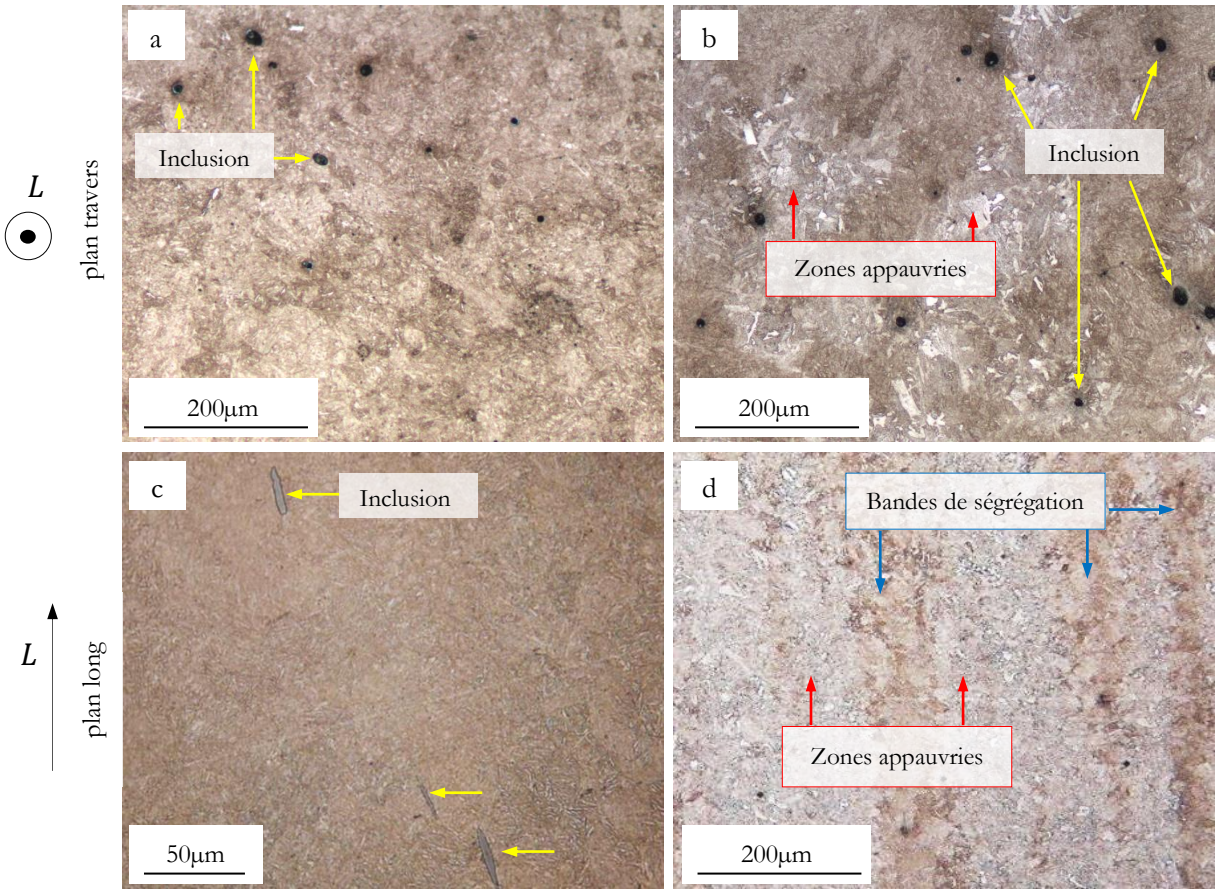


Figure II.15 : Micrographies en optique des microstructures : a-c) 130P, b-d) 130M respectivement sur les plans travers et long de la barre

Afin d'évaluer l'éffet des revenus additionnels sur les bandes de ségrégation, on présente sur la fig.II.16 les micrographies des microstructures 110M et 90M sur le plan long. Globalement, il semble que les revenus T2 (665°C – 1h) et T3 (720°C – 4h) aient dégradé le contraste entre bandes de ségrégation et zones hors bandes, en ce sens que la distinction apparaît moins marquée par comparaison avec leur référence, la microstructure 130M. Dans le cadre du stage de master préalable aux travaux de thèse, des mesures de microdureté Vickers avaient été réalisées au moyen de filiations le long de la direction diamétrale [9]. L'idée étant de balayer les bandes de ségrégation et ainsi quantifier leur effet probable sur le niveau de résistance à l'échelle locale. La charge et le temps d'attente sous charge étaient respectivement 300g et 10s. Pour le cas particulier du 130M, où le contraste entre bandes est plus marqué, la taille des empreintes de microdureté varie suivant qu'elles soient situées sur une bande de ségrégation ou non : c'est l'illustration de la fig.II.16. Plus concrètement, la taille des empreintes de dureté sur les bandes de ségrégation (flèches bleues) est moins importante que celle des empreintes des zones hors bandes (flèches rouges). Dans le même stage, ces informations ont été confrontées aux filiations de la fig.II.17. Précisons que ces dernières ont été faites au voisinage des positions P et M à ±5mm pour le 130P et 130M, puis ±2.5mm pour

les microstructures des configurations 110ksi et 90ksi. En complément avec les résultats du tableau II.10, on fait les remarques suivantes :

- On observe trois niveaux de dureté pour le 130M. Les résultats montrent que le matériau est globalement plus dur sur les bandes de ségrégation (HV0.3 = 352±24), alors que les zones hors bandes le sont moins (HV0.3 = 276±24), soit un écart relatif de 20% environ du niveau de dureté dans la même microstructure.
- Les valeurs de microdureté des microstructures 130P, 110P, 110M, 90P et 90M varient peu avec la position de l'empreinte. Ce qui consolide le caractère homogène des microstructures P d'une part, et d'autre part valide la baisse du contraste mécanique entre bandes dans les microstructures 110M et 90M d'autre part.
- Entre deux prélèvements des configurations 110ksi ou 90ksi, les valeurs de microdureté sont assez proches. Ce qui implique que les objectifs de la variabilité 2 seraient atteints ; on verra au Chapitre III si ces résultats se prolongent sur les caractéristiques mécaniques en traction simple.

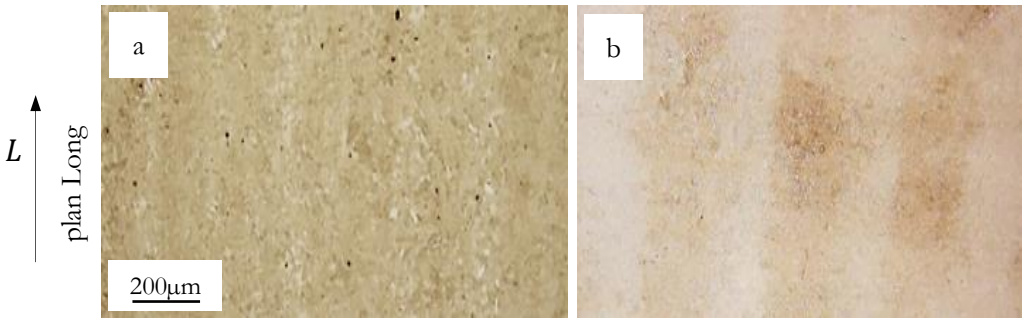


Figure II.15 : Evolution des bandes de ségrégation avec le revenu pour les microstructures : a) 130M, b) 110M et 90M

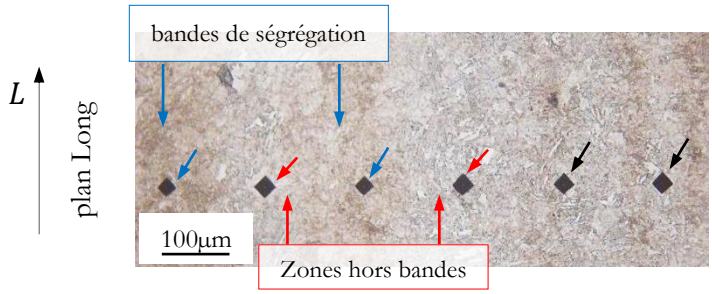


Figure II.16 : Filiation de microdureté Vickers et micrographie du 130M en optique correspondante [9]

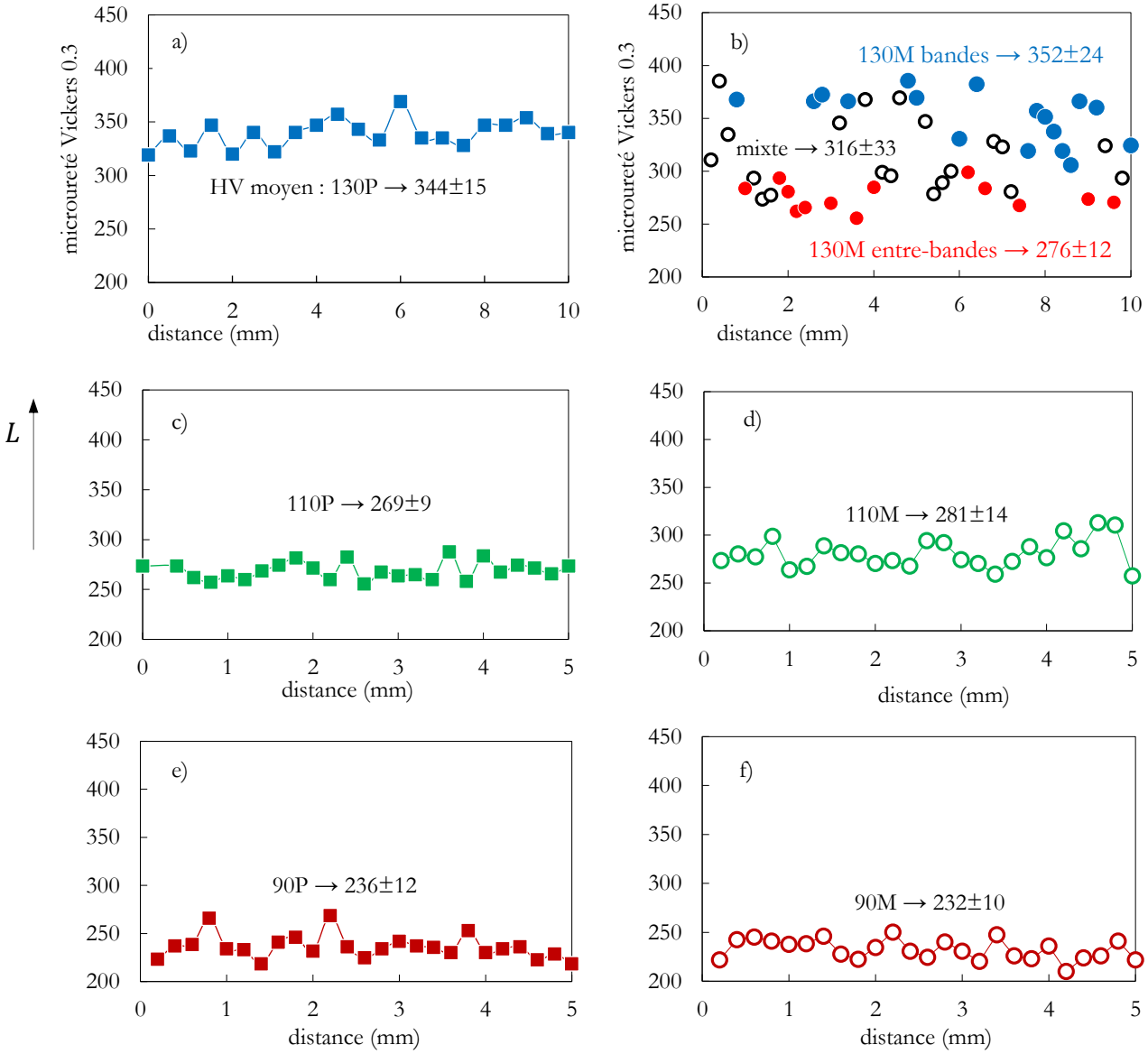


Figure II.17 : Evolution de la microdureté Vickers au voisinage des prélèvements P et M pour les microstructures : a) 130P, b) 130M, c) 110P, d) 110M, e) 90P et f) 90M

Tableau II.10 : Récapitulatif des valeurs moyennes des valeurs de microdureté Vickers. Les incertitudes indiquent la dispersion de la moyenne sur les filiations.

130ksi		110ksi		90ksi	
130P	130M	110P	110M	90P	90M
344±15	316±33	269±9	281±14	236±12	232±10

Au final, on retient que les microstructures P sont plutôt homogènes, à la fois sur les plans métallurgique et mécanique, du moins en microdureté. On confirme également les hétérogénéités identifiées à l'état brut de trempe dans les microstructures M avec les revenus additionnels. Globalement, l'augmentation de la température de revenu a eu un double effet : la diminution de la dureté, puis, pour le cas particulier des microstructures M, la dégradation du contraste entre bandes de ségrégation et bandes appauvries.

II.2.2. Microstructure au Microscope Electronique à Balayage (MEB)

La fig.II.18 présente la micrographie au MEB des six microstructures. Ces images ont été prises sur des lames minces. Ce choix s'explique en ce sens que les premières observations ont été faites sur massif en début de thèse. Puis, une fois que les lames ont été préparées pour la microscopie en transmission, les micrographies faites sur ces dernières étaient meilleures en résolution comparé à celles faites sur massif.

Pour la fabrication des lames, des carottes de diamètre 3 mm ont été prélevées au fil sur des ébauches de chaque microstructure. Les étapes de préparation se déclinent comme suit : 1) découpage de trois échantillons d'épaisseur 300nm pour chacune des microstructures, ce qui permet d'assurer au moins une lame réussie par microstructure. 2) Polissage sur papier SiC 1200 des deux faces jusqu'à une épaisseur inférieure à 80nm, afin de réduire au mieux les effets du magnétisme sur la déviation du faisceau. Lors de cette étape, l'arrosage se faisait à l'eau. 3) Amincissement électrolytique à l'ambiante des échantillons dans une solution contenant 45% de butoxyéthanol, 45% d'acide acétique et 10% d'acide perchlorique. Les paramètres de polissage étaient réglés à 30V et 20mA respectivement pour la tension et le courant. Au terme de ces étapes, les échantillons ont été nettoyés au plasma. Les images ont été prises en électrons rétrodiffusés.

Sur les six microstructures, on identifie la structure en lattes de la martensite et la présence de plusieurs carbures dispersés dans la matrice martensitique. Il s'agit de la martensite revenue. On peut également identifier par endroits l'ex-joint de grains d'austénite primaire (fig. II.18.a-b). On identifie également sur les microstructures 130M (fig. II.18.b) et 110P (fig. II.18.c), des lattes d'épaisseur proche de 300nm ayant un seul variant de carbure, orienté d'environ 55° par rapport aux joints de latte. Ce type de lattes est reporté dans la littérature (Chapitre I) et aussi par Ohmori et *al.* 1971 [10] puis Ohmori et Honeycombe, 1971 [11] sur des aciers à 0.8C. Pour ce dernier, les auteurs précisent que cette structure est observée sur les aciers à partir d'une composition massique de 0.4C et qu'il s'agit de la bainite inférieure.

Après le traitement T3 (720°C – 4h), la structure en lattes des microstructures 90P et 90M (fig.II.18.e et fig.II.18.f) apparait moins marquée que celles des configurations 130ksi et 110ksi. Il semble également que les carbures soient plus grossiers dans cette configuration comparée aux configurations 130ksi et 110ksi. Ici, il n'est pas évident de distinguer les lattes de bainite inférieure, les deux matrices semblent assez homogènes.

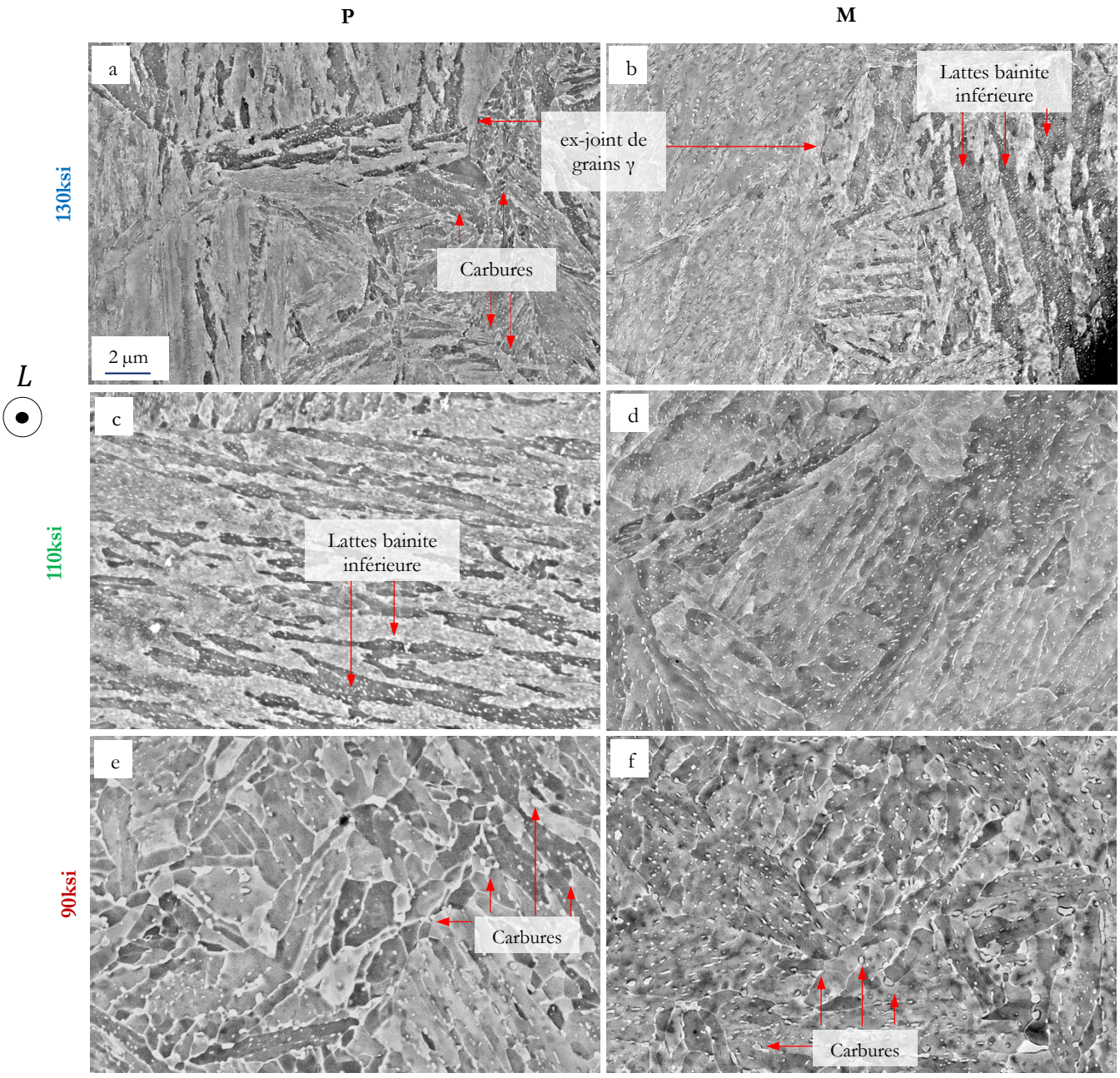


Figure II.18 : Microstructure sur lames minces des microstructures a) 130P, b) 130M, c)110P, d) 110M, e) 90P et f) 90M. Observations faites au MEB en électrons rétrodiffusés

Précisons qu'il n'est pas évident d'identifier les zones ségrégées ou non à l'échelle du MEB. On a tout de même pu trouver par endroits dans le 130M, des paquets de bainite supérieure de taille proche de 10µm, c'est l'illustration de la fig.II.19. **À ce niveau, on peut affirmer que les microstructures M sont constituées à la fois de bainite supérieure et inférieure, alors que la bainite identifiée dans les microstructures P est de type inférieure.**

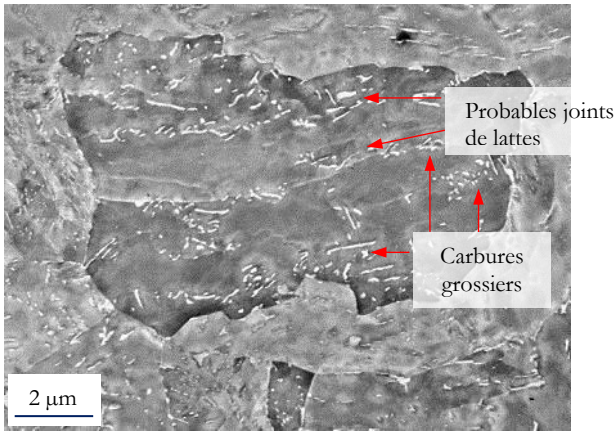


Figure II.19 : Probable paquet de bainite supérieure observé en électrons rétrodiffusés dans le 130M

Pour terminer, on observe un effet marqué des revenus T2 et T3 sur l'état de précipitation dans les configurations 110ksi et 90ksi, avec les carbures qui apparaissent plus grossiers dans la configuration 90ksi. L'étude des carbures est détaillée dans la section II.3.2, mais avant d'y arriver, dans la section suivante, nous sommes descendus à l'échelle des lattes pour analyser l'effet du revenu sur les microstructures étudiées.

II.2.3. Microstructure à l'échelle des lattes

La fig.II.20 présente les images en champ clair de la structure en lattes des six microstructures. Elles ont été acquises avec un MET Tecnai sur les lames minces préparées par le protocole décrit dans la section II.2.2.

Dans la configuration 130ksi, on identifie des carbures à la fois aux joints de lattes (inter lattes) et dans les lattes de martensite (intralattes) (fig.II.20.a et fig.II.20.b). La forme des carbures est assez variable, avec une majorité de carbures allongés. On identifie également plusieurs zones fibreuses et sombres à l'intérieur des lattes, probablement des structures de dislocations. La densité de ces structures semble diminuer avec l'augmentation de la température de revenu (variabilité 2). C'est ce qui explique que dans la configuration 90ksi, les microstructures 90P et 90M apparaissent moins sombres (fig.II.20.e et fig.II.20.f). Ces dernières informations traduisent une évolution du niveau de restauration de la matrice avec le revenu. Etant donné le niveau de revenu lors du traitement T3, à savoir 720°C, on peut considérer les microstructures de la configuration 90ksi comme ayant une matrice de « martensite très restaurée ».

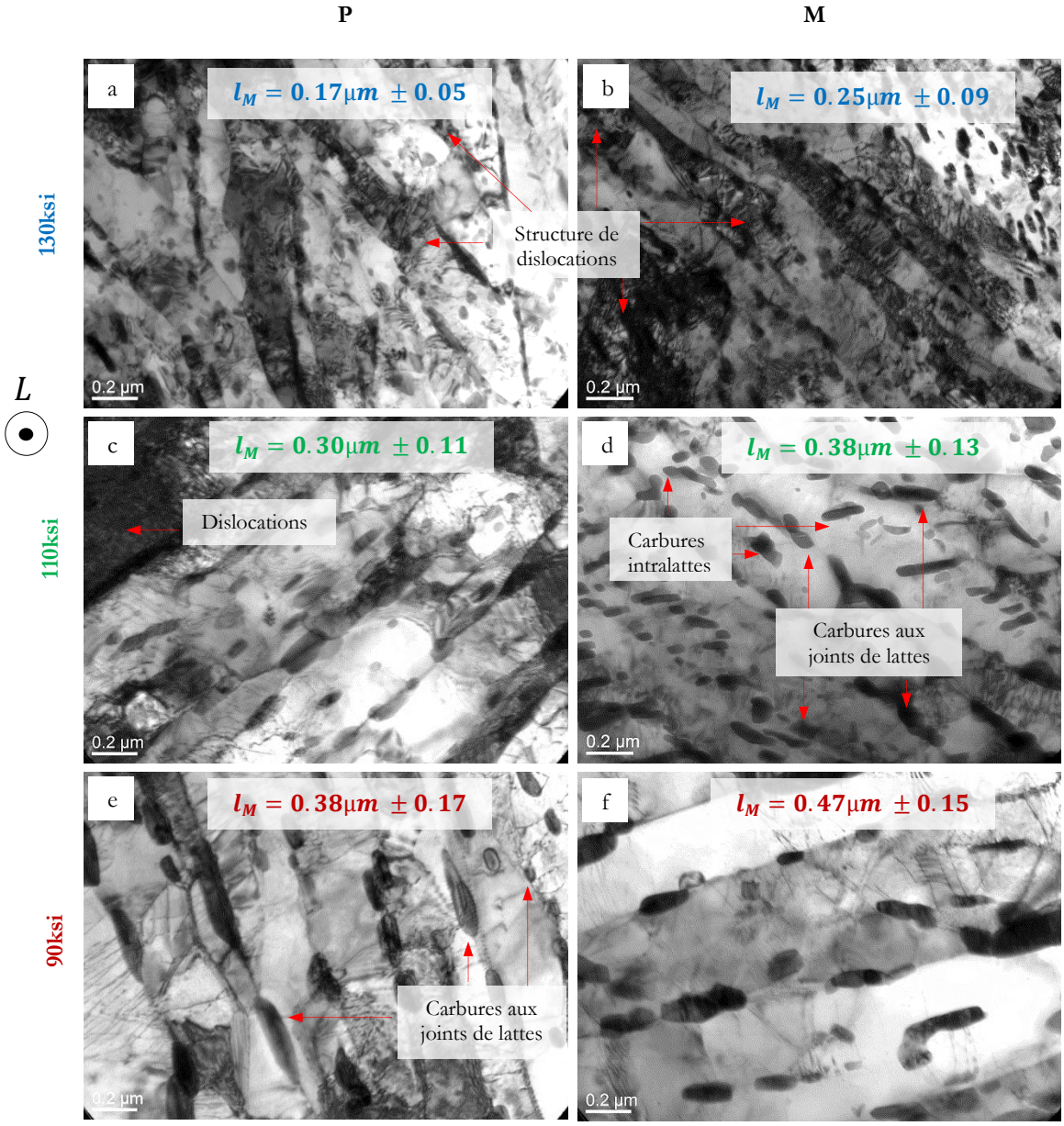


Figure II.20 : Micrographies MET en champ clair à l'échelle des lattes des microstructures : a) 130P, b) 130M, c) 110P, d) 110M, e) 90P et f) 90M. Images faites en champ clair sur lames minces.

Sous un autre aspect, les microstructures à cette échelle révèlent également une évolution de l'état de précipitation des carbures. Par comparaison avec la configuration 130ksi, les carbures intralattes sont peu présents dans la configuration 110ksi et quasi inexistants dans la configuration 90ksi. Dans cette dernière, on identifie très majoritairement dans les deux microstructures 90P et 90M, des carbures grossiers préférentiellement aux joints de lattes. **Les observations faites ici suggèrent un schéma de précipitation par une dissolution des carbures intralattes et grossissement des carbures interlattes avec l'augmentation de la température de revenu**.

La taille moyenne des lattes de martensite a été estimée en considérant au moins dix mesures par latte, et au moins 60 mesures par microstructure. Les résultats de ces mesures et leurs écarts relatifs sont aussi fournis sur la fig.II.20. Ils indiquent une augmentation de la taille de lattes de martensite avec le revenu, elle va de 170 à 470 nm environ. Cette évolution de la largeur des lattes est connue dans la littérature ; elle est reportée par H. F. Li et al. 2018 [13] sur des aciers à très haute résistance de type 4340. Ces derniers ont notamment observé une augmentation de la taille moyenne des lattes de 100 à 400 nm pour des températures de revenu allant de 180°C à 500°C. Dans notre étude, en plus de l'effet de revenu (variabilité 2), il faut également noter celui du prélèvement (variabilité 1). En effet, pour les microstructures M, des mesures faites sur des lattes de bainite supérieure auraient conduit à des largeurs de lattes plus importantes car la bainite supérieure est grossière. C'est probablement ce qui explique que les largeurs de lattes des microstructures M sont de 90nm au moins plus élevées que celles des microstructures P.

Si on reste dans la configuration 90ksi, les microstructures 90P et 90M, on identifie localement deux singularités dans ces microstructures :

- **L'annihilation de certains joints de lattes** (fig.II.21.a). On a identifié la présence de zones à carbures alignés sans présence de joints, même en faisant varier l'inclinaison de la lame. Ici, il est probable que l'augmentation de la largeur des lattes provienne des joints détruits par le revenu à 720°C. Les probables joints de lattes concernés par cette annihilation ont été identifiés au moyen d'une analyse EBSD à l'échelle des paquets de lattes qui sera présentée dans la section II.4.2.
- **Un début de recristallisation de la matrice** (fig.II.20.b). Cette restauration se traduit par l'apparition de zones à grains équiaxes dont la taille est proche de 0.5µm. Il n'est pas évident de conclure quant à la fraction de ces zones dans les microstructures 90P et 90M, c'est un phénomène qui semble s'être produit très localement. On verra lors des analyses fractographiques si ces grains sont des maillons faibles face à la rupture.

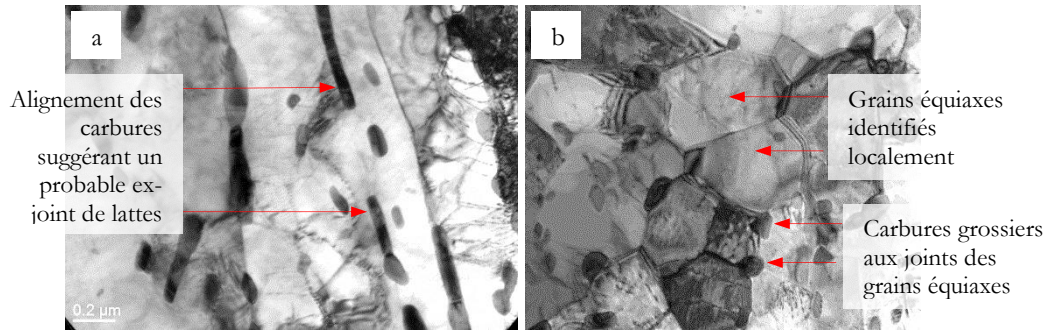


Figure II.21 : Détails de la microstructure 90P au MET en champ clair : a) zones dépourvues de joints de lattes et b) probable début de recristallisation de la martensite restaurée.

II.2.4. Conclusions sur l'étude micrographique

Dans cette partie, on a relevé les différences entre les six microstructures à travers des observations à différentes échelles. Les analyses ont notamment été faites en mettant en relief l'effet des revenus additionnels sur les microstructures.

Les revenus additionnels ont eu pour effet d'altérer le contraste mécanique entre les bandes de ségrégation et les bandes appauvries, rendant les microstructures 110M et 90M plus homogènes que leur référence le 130M. Cette homogénéité a en effet été mise en exergue au moyen des observations en optique et des filiations de microdureté.

Du point de vue morphologique, les microstructures P sont de type martensite et bainite inférieure, alors que les microstructures M contiennent, en plus de ces deux constituants, de la bainite supérieure. On sait que c'est cette dernière qui est responsable du moindre niveau de dureté des bandes appauvries en éléments d'alliage.

On a aussi noté une évolution de l'état de précipitation des carbures avec le revenu. Cette évolution se serait potentiellement produite par dissolution des carbures intralattes, au profit du grossissement des carbures interlattes. On a également remarqué, localement dans la configuration 90ksi, l'annihilation de certains joints de lattes et un début de recristallisation des lattes de martensite.

Dans la partie suivante, on va s'intéresser plus en détails aux entités microstructurales de seconde phase. Ces dernières sont en effet connues pour affecter le comportement élastoplastique et à rupture des aciers trempés – revenus à haute résistance.

II.3. Etude des entités microstructurales de seconde phase

Les entités de seconde phase considérées ici sont les inclusions, les carbures et l'austénite. On a vu au Chapitre I que ces dernières influencent le niveau de résistance et les propriétés à rupture des aciers à haute résistance de microstructure martensitique. Les inclusions se forment pendant la solidification du lingot et n'évoluent plus, en termes en nature et de fraction, avec les traitements thermomécaniques et thermiques qui suivent. Par contre, on a vu dans les sections II.2.2 et II.2.3 que l'état de précipitation des carbures a fortement évolué avec le revenu. Ces deux indications nous ont conduits à limiter l'analyse des inclusions à la seule configuration 130ksi (entre microstructure 130P et 130M) et à consacrer l'étude des carbures à toutes les six microstructures. L'austénite quant elle sera quantifiée avec pour objectif de dégager les différences majeures entre les microstructures.

II.3.1. Analyse inclusionnaire

Les résultats présentés dans cette partie s'appuient sur les notes internes du CREAS. On rapporte ici quelques résultats majeurs. Dans un premier temps, la nature des inclusions a été déterminée au moyen d'une technique couplant un MEB-FEG avec un système d'analyse chimique. La technique utilisée a permis de dégager les premiers éléments quantitatifs concernant la taille et la densité des inclusions. Ensuite, pour quantifier les inclusions sur des volumes plus importants de matière, le contrôle ultrason a été réalisé sur des plaquettes prélevées sur la barre.

Nature des inclusions au MEB et quantifications inclusionnaires de base

Une analyse des inclusions a été réalisée sur un MEB-FEG couplé au logiciel d'analyse d'images SPIRIT sur une zone d'intérêt de volume $50 \times 40 \times 0.3$ mm^3. Les paramètres d'analyse sont : le grossissement de balayage ×430, le grossissement d'analyse ×1600, la limite de détection de la taille des inclusions était de 2.8µm, un double seuillage oxydes - sulfures a été utilisé et au moins 70 inclusions ont été analysées.

Les résultats montrent que quelle que soit la direction de balayage (sens long ou sens travers), trois types d'inclusions sont présents dans la barre : majoritairement des oxydes de type Al_2O_3 et CaO, des sulfures de type MnS et des traces de nitrures. On peut voir sur la fig.II.22 que dans le sens long, les oxydes sont majoritairement craquelés. Cet état a pour origine les fortes déformations subies pendant le laminage des lingots, les oxydes étant connus pour être très fragiles. On remarque au passage que les sulfures et les nitrures ont un contour plutôt lisse. Pour les deux premiers types d'inclusions, on observe également qu'ils sont préférentiellement allongés suivant l'axe de la barre et qu'ils sont de forme équiaxe sur le plan travers de la barre. On verra au Chapitre III que cette anisotropie de forme des inclusions a un effet sur le comportement en traction simple, et au Chapitre IV qu'elle influence peu le comportement à rupture par choc Charpy dans les conditions testées. La forme des nitrures est plutôt équiaxe qu'on soit sur le plan L ou T. Puisque les nitrures n'ont été identifiés qu'en trace, on focalisera davantage la suite des études inclusionnaires sur les oxydes et les sulfures.

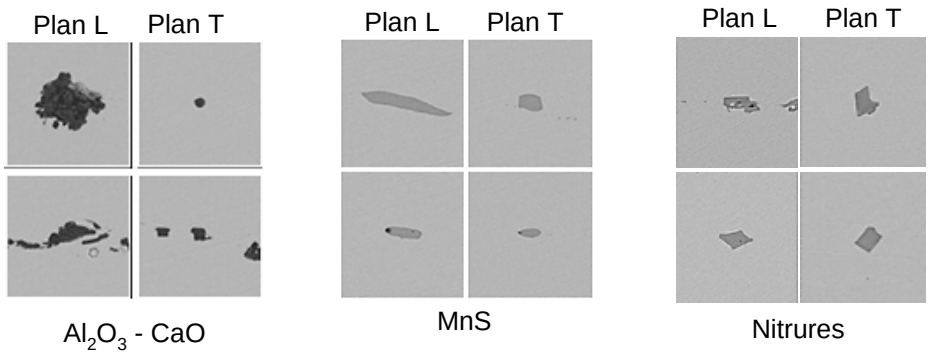


Figure II.22 : Illustration des inclusions identifiées dans la barre d'acier d'étude

Tableau II.11 : Récapitulatif des mesures de taille et densité des oxydes et sulfures suivant le plan d'analyse

	Diamètre moyen (µm)		Densité (nbre.mm^{-2})	
	Oxyde	Sulfure	Oxyde	Sulfure
Plan Long	6	7.6	1.6	1.7
Plan Travers	5.2	4.8	1.8	4.2

Le tableau II.11 récapitule les mesures de tailles moyennes en diamètre de cercle équivalent des inclusions (oxydes et sulfures) et leur densité sur les plans longs et travers. Sur les deux plans, la différence en taille des inclusions n'est pas marquée. **On note néanmoins que la densité des oxydes ne varie pas avec le plan d'observation alors que celle des sulfures et plus importante sur le plan travers en comparaison avec le plan long.**

Tableau II.12 : Récapitulatif des mesures de taille et densité des oxydes et sulfures dans les zones de bord à mi-rayon, puis mi-rayon au centre (voisines des prélèvements P et M respectivement). Les mesures ont été faites sur le plan travers

	Diamètre moyen (µm)		Densité (nbre.mm^{-2})	
	Oxyde	Sulfure	Oxyde	Sulfure
Bord à mi-rayon	5.2	6.6	1.0	1.9
Mi-rayon à centre	6.6	8.3	1.2	1.5

Pour tenir compte de la position de prélèvement des échantillons, on présente dans le tableau II.12 le couple taille et densité des inclusions dans les zones voisines des prélèvements P et M. Pour les deux positions, les sulfures semblent plus grossiers que les oxydes dans les zones du bord à mi-rayon, puis de mi-rayon à centre. La densité des sulfures est également plus importante que celles des oxydes dans les deux zones citées précédemment. Il est envisageable que la majorité des inclusions identifiées sur les micrographies de la (fig.II.13) soient des sulfures.

Etude quantitative des inclusions

L'objectif dans ici est de dégager des éléments quantitatifs qui permettront d'affiner, plus tard dans ce manuscrit, notre compréhension du lien entre entités microstructurales et mécanisme de rupture. Les données analysées dans cette partie ont été obtenues par des sondages ultrasons (US) à 80 MHz. Cette technique a l'avantage de pouvoir analyser un volume plus important de matière comparé à la méthode utilisée plus haut. Les réflecteurs identifiés ici peuvent être des inclusions ou des porosités. Des vérifications ont été faites pour s'assurer que les réflecteurs mesurés sont bien des inclusions. En plus de la fréquence d'analyse, le pas de sondage est de 10µm.

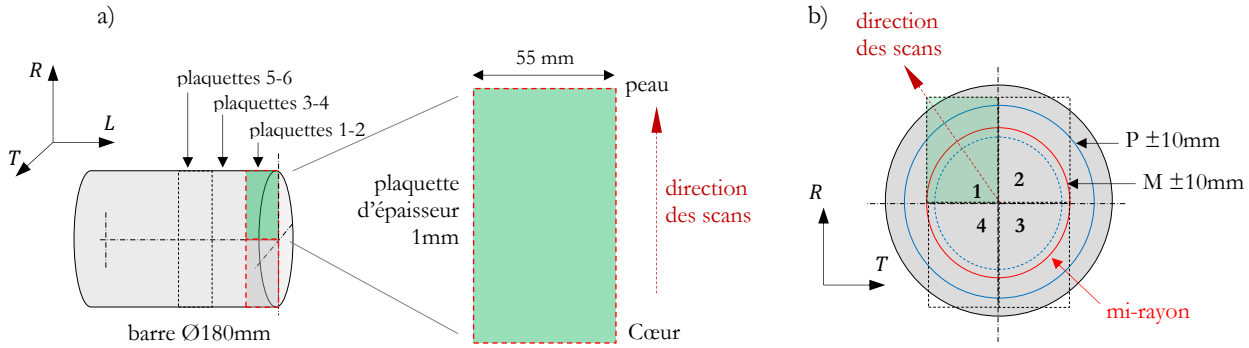


Figure II.23 : Illustration du prélèvement des plaquettes pour l'analyse des inclusions par contrôle US 80MHz suivant les plans : a) Long et b) Travers.

Deux aspects nous ont intéressés dans cette étude quantitative :

- La répartition des inclusions d'un bord à l'autre de la barre. Elle a été quantifiée sur le plan long et sur six plaquettes. Le prélèvement des plaquettes est indiqué sur la fig.II.23.a. A la fin des scans sur chacune des plaquettes, les « demi-résultats » ont été raboutés de manière à disposer de trois plaques. Ainsi, trois distributions ont été construites en allant d'une extrémité de la barre à une autre.
- La comparaison de la taille des inclusions entre les prélèvements P et M. Elle s'inscrit à la suite de celle faite précédemment, mais sur un volume de matière plus important. Elle se justifie en ce sens que (et on le verra aux Chapitre III et IV) le sens long étant celui de sollicitation des pièces en service, le plan travers est celui de propagation de la fissure macroscopique. On a vu plus haut que sur ce dernier plan, les inclusions sont davantage équiaxes, ce qui justifie dans la suite une estimation de la taille des réflecteurs en diamètre de cercle équivalent. La fig.II.23.b présente le prélèvement des quatre plaquettes dédiées à cette quantification. Ici, des scans US ont été réalisés suivant la diagonale des plaquettes. Le dépouillement des résultats a été fait en insistant sur les zones à ±10mm, voisines des prélèvements P et M.

Les résultats issus des trois et quatre plaques respectivement pour chacun des aspects évoqués plus haut étant similaires, on présente ici uniquement ceux issus des plaques 1. Ces résultats se déclinent comme suit :

- On présente sur la fig.II.24 la distribution des réflecteurs de taille supérieure à 20µm. Il apparaît évident que les inclusions sont majoritaires dans la zone proche du cœur de la barre. Le voisinage de la peau quant à lui semble globalement plus propre. La fig.II.25.a donne l'évolution de la densité de réflecteurs par classe de diamètre équivalent. Qu'on s'intéresse aux prélèvements P ou M, le diamètre moyen des réflecteurs majoritaires est compris entre 20 et 25µm. Pour les classes de taille inférieure à 40µm, la densité des inclusions au voisinage de la position M est de l'ordre de cinq fois celle de la position P. Des réflecteurs de taille supérieure à 50µm sont également présents au prélèvement M, consolidant que les microstructures M contiennent des inclusions plus grossières.

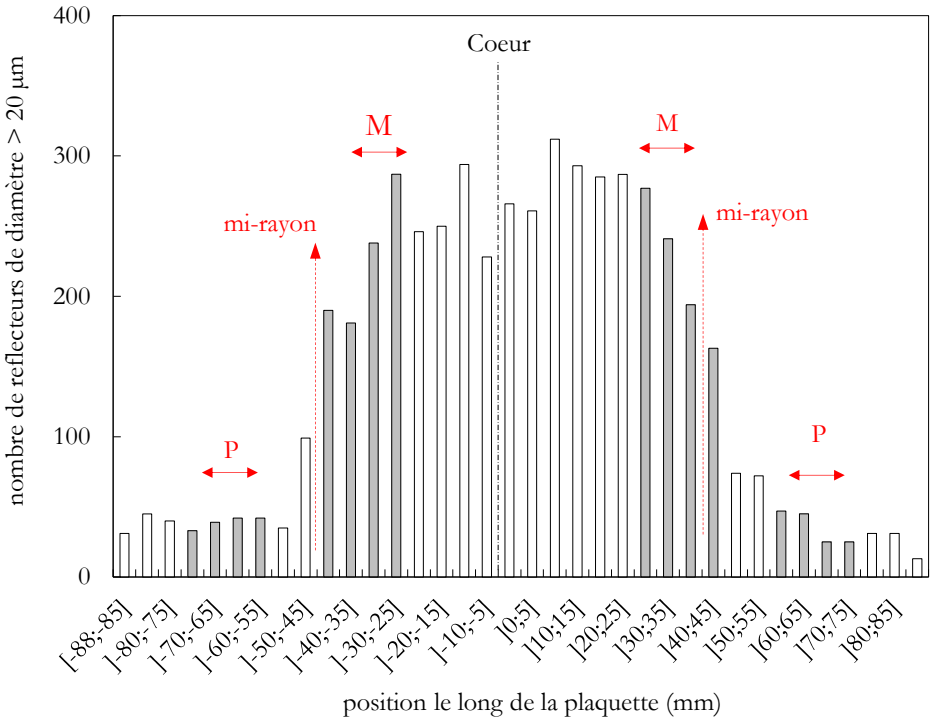


Figure II. 24 : Distribution de la répartition des réflecteurs de la peau vers le cœur de la barre suivant le plan travers.

- La fig.II.25.b montre la répartition de la taille moyenne des réflecteurs sur le plan travers. Pour les deux prélèvements, les réflecteurs les plus nombreux se situent dans la classe 10-15µm,

une fois de plus en nombre plus important à la position M comparé à la P. La taille moyenne des réflecteurs est de l'ordre de 6µm et 18µm respectivement pour les deux positions de prélèvement.

Au vu de ce qui précède, on retient que **les inclusions sont plus nombreuses et plus grossières au voisinage des microstructures M, comparé aux microstructures P**. **On peut donc s'attendre à rencontrer un effet plus marqué des inclusions sur les mécanismes de rupture des microstructures M.** On y reviendra lors des analyses fractographiques aux Chapitres III et IV. A une échelle en dessous de celle des inclusions, on s'intéresse dans la section suivante aux carbures.

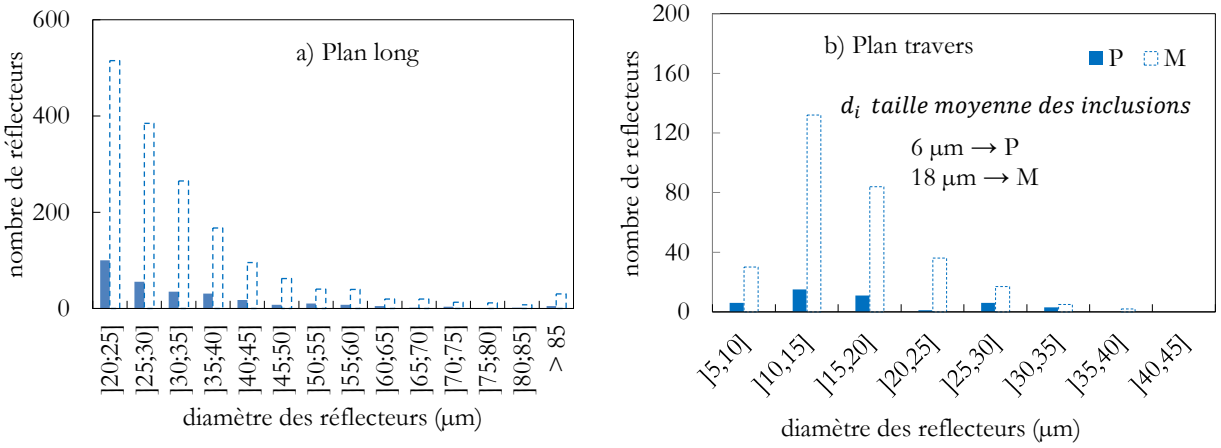


Figure II.25 : répartition du diamètre des réflecteurs dans les zones voisines des prélèvements P et M sur les plans a) long, b) travers

II.3.2. Etude des carbures

Les carbures ont été caractérisés par la méthode des répliques extractives. On a ainsi pu identifier leur nature au MET et déterminer leur taille par analyse d'images. Une méthode d'estimation de la distance intercarbures a été développée et appliquée sur les répliques.

Approche expérimentale : les répliques extractives au carbone

Les répliques ont été fabriquées à partir des échantillons préparés pour l'observation de la microstructure sur massif. Les principales étapes de préparation sont : 1) dépôt d'un film de carbone d'épaisseur 50nm environ sur un évaporateur, 2) découpe du film de carbone en carrés de côté 1mm environ au moyen d'un *cutter* afin de faciliter le décollement de ces derniers et 3) immersion de l'ensemble dans une solution nital 10%. Au bout d'une quinzaine de minutes, les répliques se décollent et remontent en surface de la solution nital 10%. Elles ont ensuite été nettoyées par immersion dans une solution contenant 95% d'eau distillée et 5% d'éthanol et récupérées au moyen d'une grille de cuivre adaptée pour l'imagerie. Pour l'identification des carbures, on a acquis, pour

chacune des microstructures, au moins six images en haute résolution au MET. Ces derniers ont servi pour la détermination de la nature et la composition chimique des carbures. Pour la quantification de la distribution spatiale des carbures, au moins cinq images de taille 1024 × 768 pixels ont été acquises au MEB-FEG, aux grandissements ×10.000 et ×20.000. Elles ont respectivement servi à l'estimation de la distance intercarbures et de la taille des carbures. On présente sur la fig.II.26 un exemple de répliques pour chacune des six microstructures.

Nature des carbures

On présente sur la fig.II.27 des micrographies faites au MET en champ clair et des résultats de diffraction des carbures. Les clichés de diffraction ont été réalisés en sélectionnant les carbures et en utilisant un diaphragme de sélection d'aire. **Pour toutes les microstructures, l'ensemble des carbures identifiés et analysés sont de type M_3C, ce sont des particules de cémentite.** Ce résultat est complété par l'analyse cristallographique par imagerie haute résolution de la fig.II.27.c. L'indexation de la transformée de Fourier rapide (FFT) de l'image, équivalente à un diagramme de diffraction, a mis en évidence qu'il s'agit d'une maille de cémentite (fig.II.27.d). Ce résultat n'est pas en accord avec le calcul des phases à l'équilibre de la section II.1.5. En effet, le calcul d'équilibre des phases prévoyait, en plus des M_3C, les carbures de type M_7C_3 et $M_{23}C_6$. Le présent résultat peut se comprendre pour au moins deux raisons : la cinétique de précipitation a eu un effet au premier ordre sur les carbures en équilibre puis les traitements T2 et T3 sont un prolongement d'un état déjà revenu à 600°C (voire déjà auto-revenu au cours de la trempe) et que les microstructures des configurations 110ksi et 90ksi ne proviennent pas directement de l'état brut de trempe.

En plus de l'analyse EDX, des cartographies chimiques EFTEM (*Energy-Filtered TEM*) ont été réalisées pour avoir une idée sur la répartition des éléments chimiques majeurs présents dans les particules de cémentite. Précisons que cette technique fonctionne très bien autant pour les éléments légers que ceux de transition. La fig.II.27 présente les cartographies des éléments chimiques majeurs identifiés dans les carbures analysés. La présence de cuivre provient vraisemblablement des grilles support des échantillons. La concentration en carbone serait influencée par la présence du film de carbone et la contamination des échantillons. **On peut voir que sur la même zone d'analyse, les carbures sont majoritairement riches en Fe**. Les teneurs en Cr et Mn semblent équivalentes et le Mo serait présent en trace. Le rapport d'intensité Cr/Fe atteint environ 3.8 % pour l'analyse 1 alors qu'il est proche de 10% dans l'analyse 2. De toute évidence, le Fe apparaît comme l'élément métallique majeur de la cémentite.

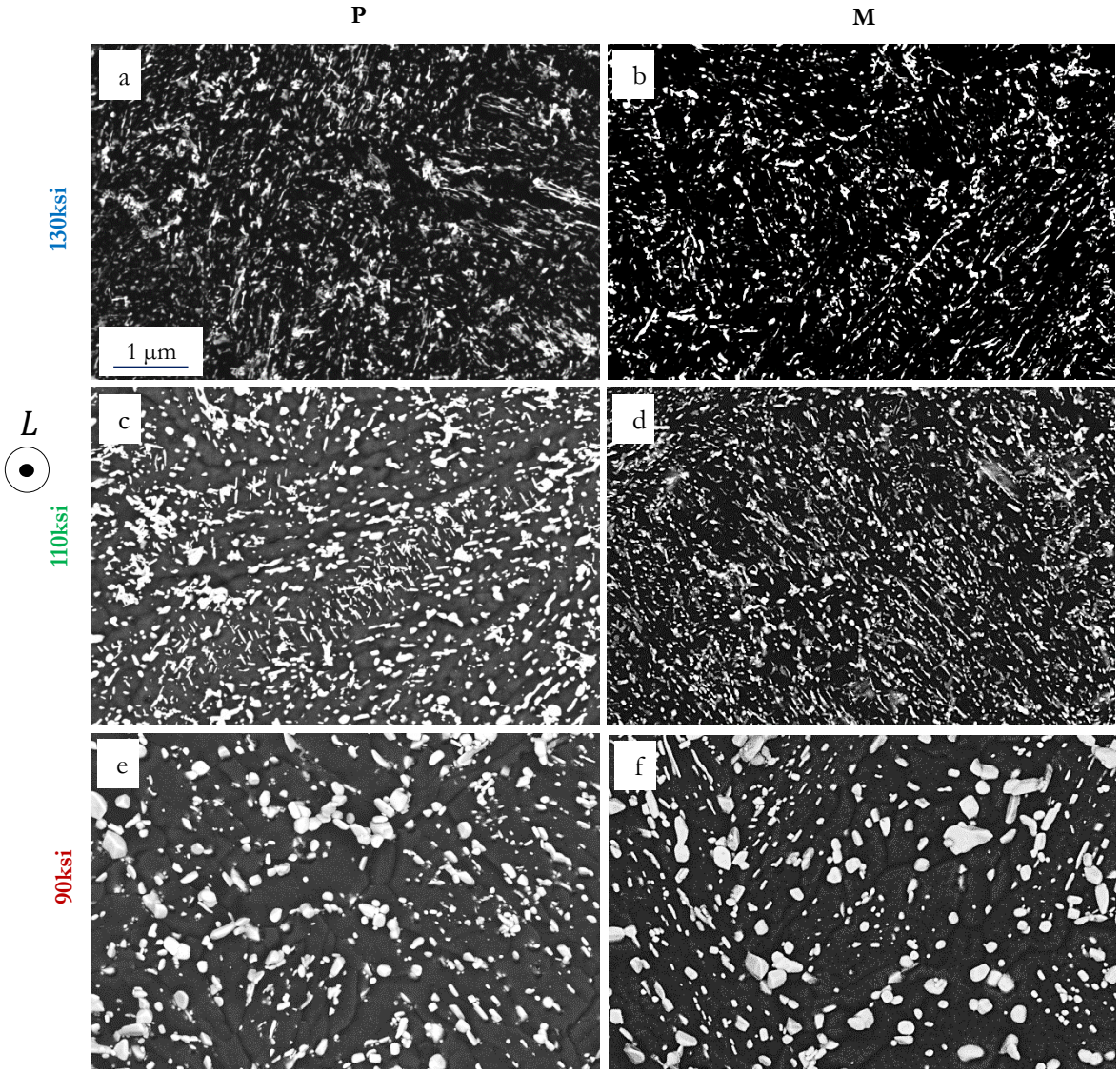


Figure II.26 : Répliques extractives au carbone des microstructures : a) 130P, b) 130M, c) 110P, d) 110M, e) 90P et f) 90M. Images réalisées en électrons rétrodiffusés au MEB – FEG à un grandissement de ×10.000

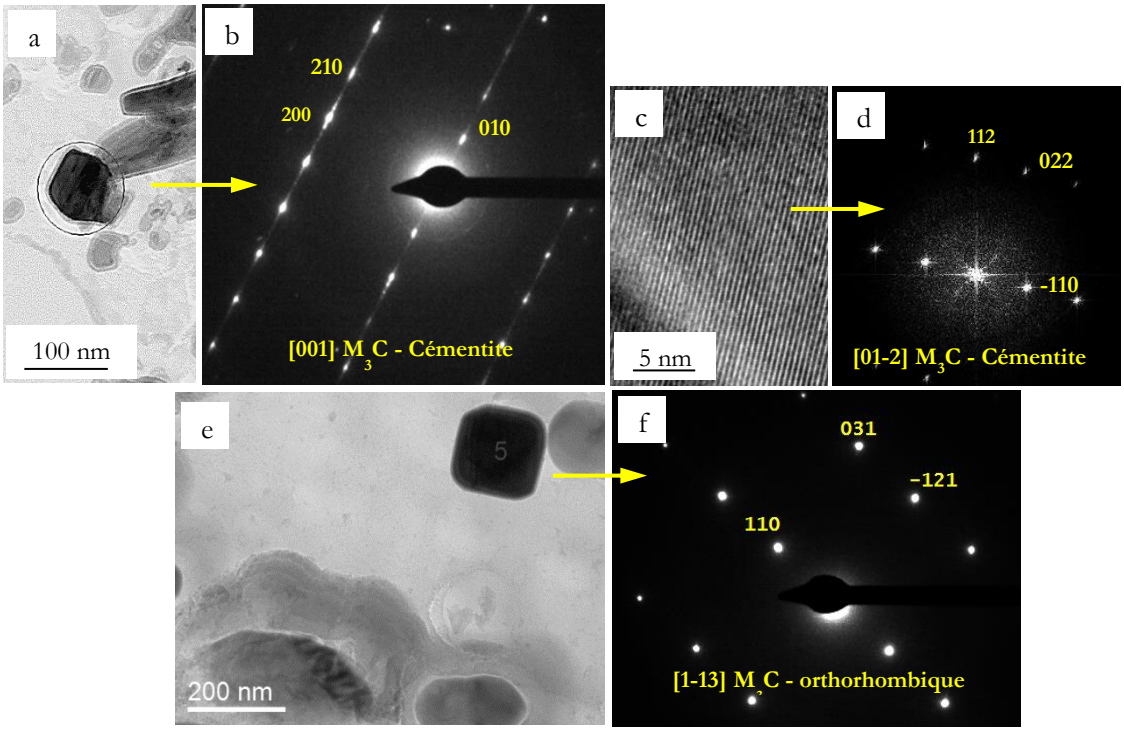
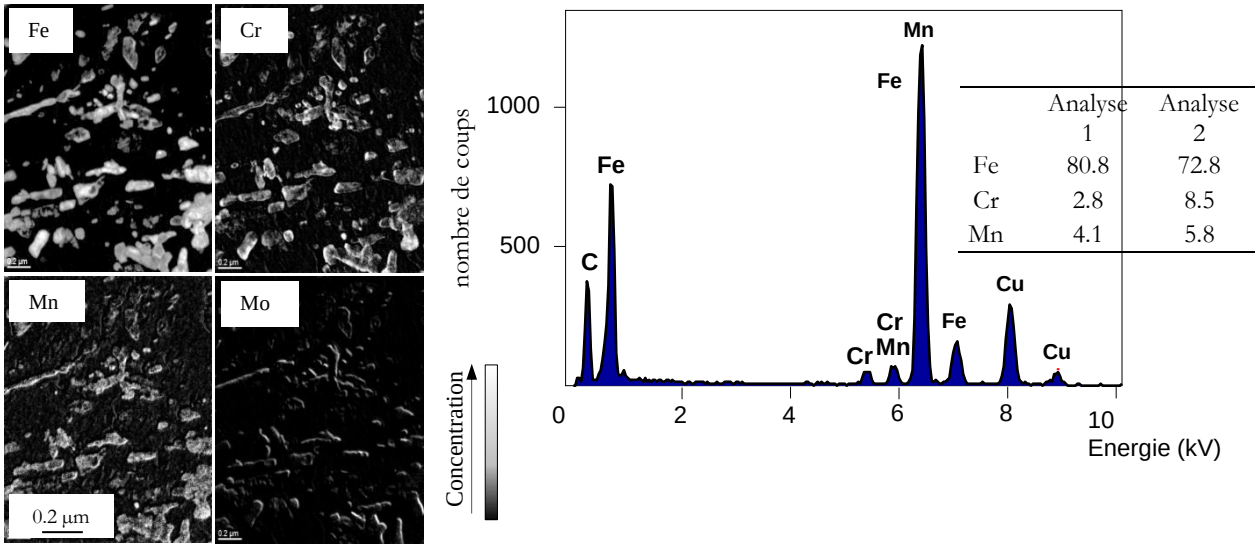


Figure II.27 : a-b) Micrographie MET obtenue en mode champ clair sur une réplique extractive du 130M et cliché de diffraction correspondant, c) Imagerie haute résolution réalisée sur un carbure du 130M, d) transformée de Fourier rapide de l'image c) ; e-f) Micrographie MET obtenues en mode champ clair sur une réplique extractive du 90P et cliché de diffraction correspondant



	Analyse 1	Analyse 2
Fe	80.8	72.8
Cr	2.8	8.5
Mn	4.1	5.8

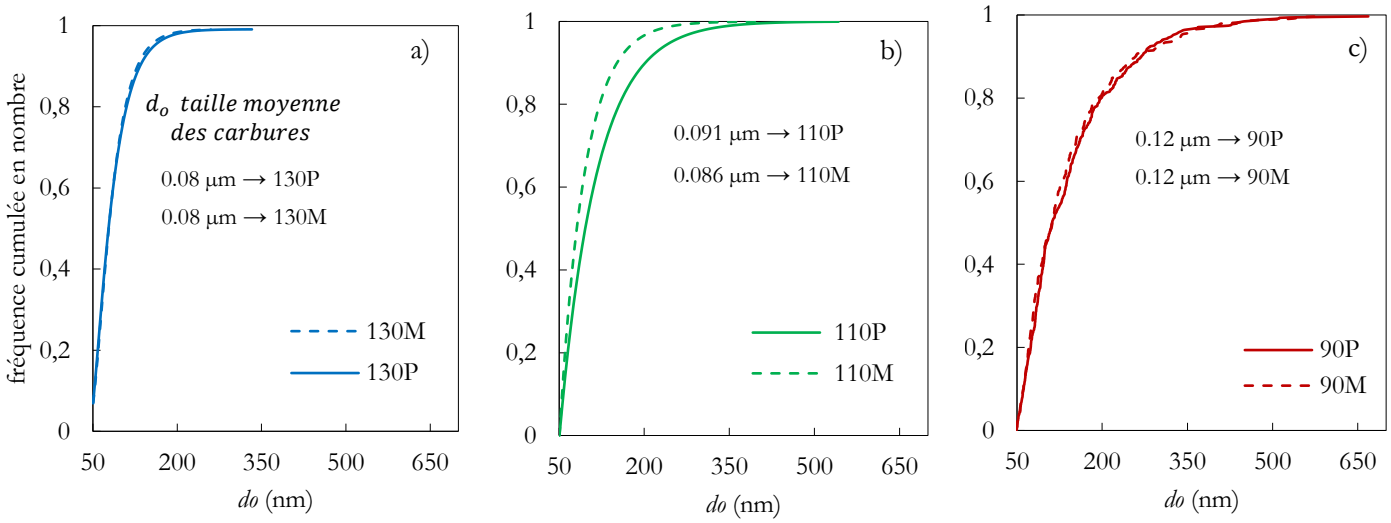
Figure II.28 : Cartographies EFTEM sur une réplique du 130M et spectre EDX des éléments métalliques majeurs présents sur les carbures de cémentite. On présente ici le cas du 130M.

Etude quantitative des carbures

Au moyen d'une dizaine d'images de type fig.II.26 par microstructure, on a estimé la taille moyenne des particules de cémentite et la distance intercarbures. La taille moyenne des particules de cémentite a été estimée au moyen des options de seuillage du logiciel ImageJ. Plus de 2000 carbures ont été considérés par microstructure et la taille minimum de carbures est 40nm. On donne sur la fig.II.29, la répartition des tailles de carbures pour les configurations 130ksi, 110ksi et 90ksi. **Pour une configuration donnée, la taille moyenne des carbures (au 50ème percentile) varie peu entre les microstructures P et M de la même configuration ; elle est proche de 80nm, 90nm et 120nm respectivement dans les configurations 130ksi, 110ksi et 90ksi.**

On note une différence marquée de l'évolution de la distribution de la taille des particules de cémentite entre 110P et 110M. A partir du 60ème percentile, les carbures apparaissent plus fins dans le 110M (fig.II.29.b). Précisons quand même que compte tenu du champ analysé, il est envisageable que les quantifications soient faites uniquement dans la martensite. Mais on peut s'attendre à ce que dans les microstructures M, les carbures situés dans la bainite supérieure soient plus grossiers que ceux de la martensite.

Figure II.29 : Distribution de la taille des particules de cémentite (*do*) en diamètre de cercle



équivalent : a) configuration 130ksi, b) configuration 110ksi et c) configuration 90ksi. Les mesures ont été faites sur des répliques extractives au carbone du plan travers

Pour l'estimation de la distance intercarbures, on distingue plusieurs approches. On peut les classer en trois familles tel que présenté dans le tableau II.13. Les méthodes de comptage et celles basées sur des formules empiriques ne donnent accès qu'à une valeur moyenne de distance interparticules. Il faut passer à des méthodes à champ complet, type Voronoi, pour obtenir des données plus quantitatives, avec des distributions de distance interparticules. Seulement, la méthode de Voronoï est pertinente lorsqu'elle estime la distance entre particules suffisamment éloignées les

unes des autres, tel qu'on les assimile à leur centre de masse. Or sur les micrographies (section II.2.2) et sur les répliques (fig.II.26), on observe que la taille des carbures est non négligeable devant la distance intercarbures. Cette information à la fois, disqualifie les méthodes précédentes pour une estimation plus rigoureuse de la distance intercarbures, notamment si l'on cherche la distance du bord d'un carbure à un autre. D'autre part, il faut prendre en compte la forme des particules dans une approche rigoureuse de l'estimation de la distance intercarbures, ce qui pourrait nous intéresser dans le cas de la rupture ductile.

Tableau II.13 : Récapitulatif des mesures de taille et densité des oxydes et sulfures dans les zones de bord à mi-rayon, puis mi-rayon au centre (voisines des prélèvements P et M respectivement). Les mesures ont été faites sur le plan travers

Famille de méthode	Technique	Exemple d'application
Comptage	Cercle concentriques Proposée par Kocks,1966 [14]	Estimation de la distance interinclusion dans un acier Ni-Cr-Mo Kumar et *al.*1984
Basée sur des formules empiriques	-	Détermination de la distance interparticules dans un acier 300M maraging Hippsley et *al.*1966 [15]
		Distance intercarbures dans des aciers bainitique pour réacteur de cuve sous pression Lee et *al.* 2002 [16]
Champ complet	Voronoï	-

Une méthode simple et robuste d'estimation de la distance intercarbures a été proposée dans le cadre de ces travaux. Elle est basée sur les lois de morphologie mathématique et s'appuie sur le principe des « bassins versants ». Elle prend notamment en compte la forme des particules pour l'estimation de la distance entre ces derniers. La méthode fait l'objet d'une publication (Tioguem et *al.* 2019). La fig.II.30 présente le principe de cette méthode. On cherche à déterminer la distance entre deux particules voisines X_1 et X_2 de forme quelconque. Partant des contours des particules, il va se produire des dilatations successives des particules suivant des iso valeurs λ (fig.II.30.a), qui vont remplir les bassins versants entre les deux particules. La ligne de partage des eaux (fig.II.30.b) est définie comme le lieu de rencontre locale des dernières couches de dilatation. Une fois la ligne de partage des eaux construite, les valeurs, en pixels, récupérées le long de la ligne de partage des eaux sont les demi-distances de la bordure d'une particule à celle de sa voisine. Entre deux particules, on ne définit donc plus une distance unique (le nombre minimal de dilatations pour une rencontre des bassins versants), mais une distribution de distances qui tienne compte de la géométrie locale (forme et emplacement des particules).

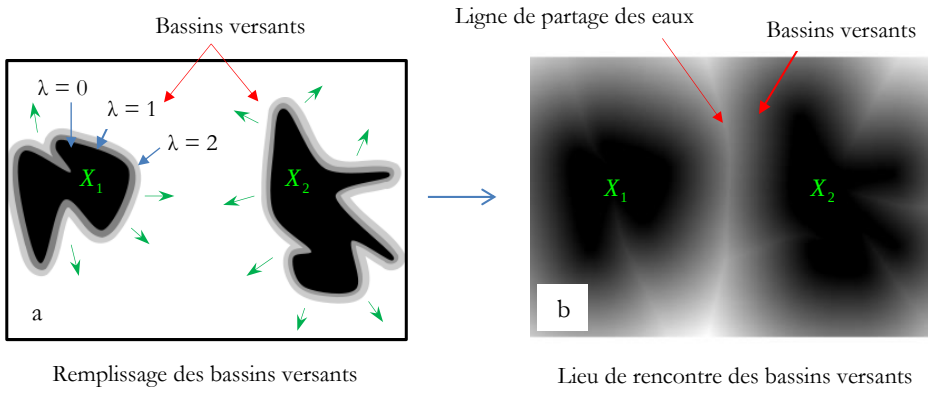


Figure II.30 : Illustration du principe d'estimation de la distance intercarbures avec : a) Dilatation des particules X_1 et X_2, b) Ligne de partage des eaux obtenues à la fin du processus de remplissage des bassins versants

On présente sur la fig.II.31 le résultat de l'application de la méthode sur une réplique extractive. Les étapes de seuillage des carbures sur les répliques (fig.II.31.b) et le script de construction des lignes de partage des eaux (fig.II.31.c) ont été programmées sous MatLab au Centre des Matériaux pour un traitement automatique des images. Le traitement automatique des images dure 2min environ. Dans Tioguem et *al.* 2019, on montre qu'en moyenne les résultats obtenus sont de 100nm environ inférieurs à ceux de la méthode de Voronoï ; cette dernière méthode largement utilisée apparaît moins précise que celle des bassins versants.

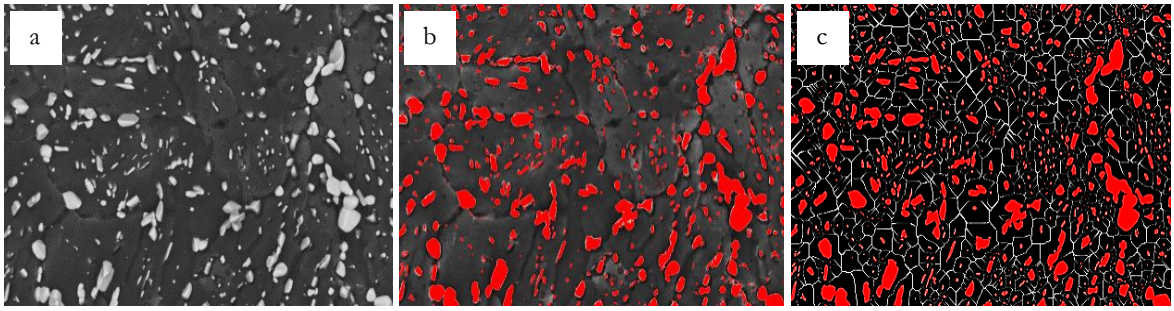


Figure II.31 : Illustration des étapes de l'application de la méthode d'estimation de la distance intercarbures. Cas de la microstructure 90P. Méthode des bassins versants

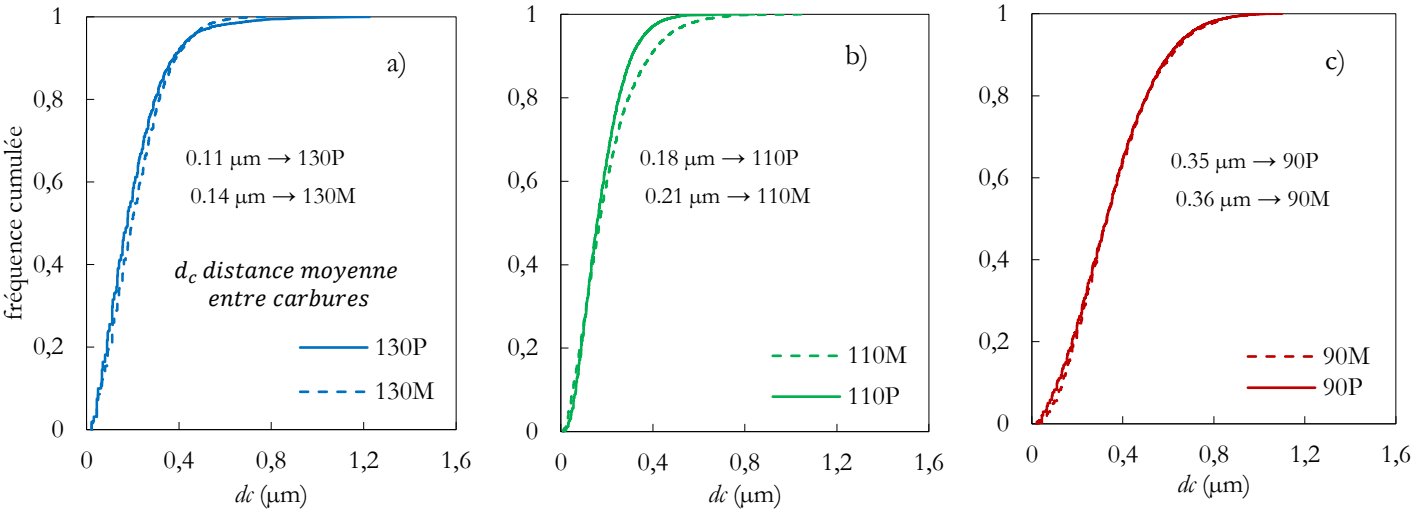


Figure II.32 : Distribution des distances intercarbures (*dc*) pour les microstructures des configurations : a) 130ksi, b) 110ksi et c) 90ksi

Au final, les distributions de la distance intercarbures (*dc*) des six microstructures ainsi que leurs valeurs moyennes sont fournies sur la fig.II.32. **De manière générale, les carbures semblent légèrement plus près les uns des autres dans les microstructures P, l'effet est marqué dans la configuration 110ksi**. Dans une configuration de revenu donnée, les valeurs proches de *dc* entre les microstructures P et M laissent penser que tous les échantillons des répliques proviendraient des zones martensitiques. On a vu sur la fig.II.19 que la bainite supérieure est moins dense en carbures par comparaison avec la martensite ou la bainite inférieure. **On peut donc imaginer que les carbures sont plus distants les uns des autres dans la bainite supérieure, et que la prise en compte de cette dernière (ce qui n'a pas été fait ici) contribuerait à une augmentation de *dc dans* les microstructures M**. On retient que *dc* augmente avec la temperature de revenu, ce qui conforte les interprétations de la section II.2.3 sur le mécanisme de précipitation des carbures avec le revenu, à savoir une dissolution des carbures intralattes et une croissance des carbures situés aux joints de lattes.

II.3.3. Etude de l'austénite

Dans cette partie, on se propose de quantifier l'austénite (résiduelle et de réversion) présente dans les microstructures de l'étude. Deux techniques ont été adoptées : la Diffraction des Rayons X (DRX) et l'aimantation à saturation. La première étude a été réalisée au CREAS avec pour objectif de quantifier le taux d'austénite présent dans les six microstructures. Les résultats sont récapitulés dans le PV-PE-2018-126 [17]. On rapporte ici les éléments majeurs qui indiquent que pour l'ensemble des microstructures, le taux d'austénite varie de 1.7 à 2.3**%. Pour ce cas précis, l'incertitude de mesure de la DRX étant de 3%, il semble qu'aucune des six microstructures ne contienne une quantité d'austénite qui pourrait être quantifiée avec cette méthode.**

Même si les teneurs en austénite semblent négligeables, l'aimantation à saturation nous a permis de classifier la teneur probable en austénite. C'est une technique qui a été développée au LMT Cachan, son principe est détaillé dans M. Callahan et *al.* 2017 [18] et O. Hubert et *al.* 2017 [19]. L'idée est d'imposer un champ magnétique croissant à des échantillons parallélépipédiques de dimensions $10 \times 2 \times 50$ mm^3, tout en mesurant l'aimantation à saturation. Pour mettre en exergue l'effet de la température de revenu et compte tenu du temps imparti, l'étude a porté uniquement sur les microstructures 130P, 110P et 90P.

La fig.II.33 présente l'évolution de l'aimantation avec le champ d'excitation. Puisqu'une aimantation à saturation faible correspond à une teneur en austénite importante, **il est envisageable que les microstructures 90P et 110P contiennent davantage d'austénite que leur référence le 130P. Comme le 130P n'a pas formé d'austénite résiduelle (ou vraiment très peu), l'écart entre 130P et 110P peut s'expliquer par une différence de densité de dislocations.**

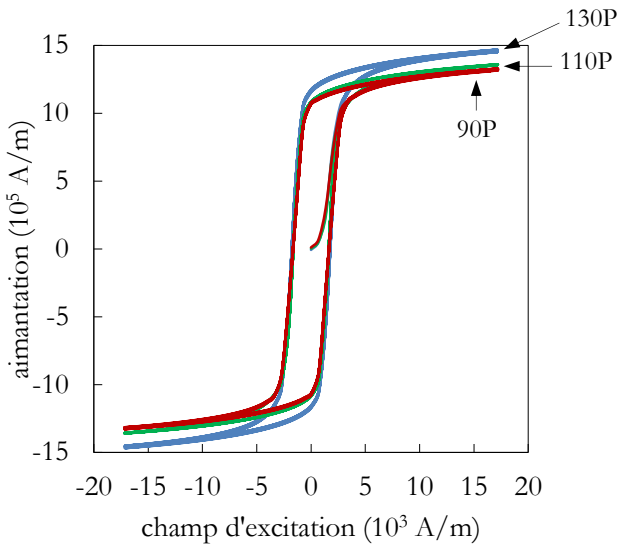


Figure II.33 : Evolution de l'aimantation à saturation avec le champ d'excitation sur des échantillons 130P, 110P et 90P

II.3.4. Conclusions sur les entités microstructurales de secondes phases

Les entités microstructurales étudiées dans ces parties sont les inclusions, les carbures et l'austénite résiduelle.

Les inclusions sont majoritairement des oxydes et des sulfures. Elles sont de forme équiaxes dans le plan travers de la barre et allongées dans la direction de laminage. Dans cette dernière direction, les oxydes sont principalement craquelés. Du point de vue de la teneur en inclusions, les microstructures des prélèvements P sont plus propres que les M, en ce sens que les inclusions identifiées au voisinage de la position M sont plus nombreuses et plus grossières.

L'ensemble des carbures identifiés dans les microstructures des configurations 130ksi, 110ksi et 90ksi sont de la cémentite, riche en fer. La taille moyenne des carbures varie peu entre les microstructures P et M d'une même configuration, alors qu'elle augmente considérablement avec la température de revenu. Les mêmes observations ont été faites pour la distance intercarbures. Mais contrairement à la taille des carbures, la distance intercarbures dans la martensite semble légèrement plus importante pour les microstructures M. De plus, on peut s'attendre à ce que la bainite supérieure contribue à l'augmentation de la distance intercarbures des microstructures M. Les carbures y sont en effet présents en plus faible densité comparé à la martensite.

Le taux d'austénite semble être très faible et similaire dans les six microstructures. Il est tout de même envisageable qu'il soit légèrement plus important dans les microstructures de la configuration 90ksi. Ceci serait dû au maintien des échantillons, pendant le traitement T3, à une température voisine de celle de début de transformation de la ferrite en austénite.

A la suite des analyses morphologiques, on s'intéresse dans la partie suivante à l'étude cristallographique des microstructures de l'étude.

II.4. Analyse de la microtexture

Cette partie est consacrée à l'étude cristallographique des microstructures des configurations 130ksi, 110ksi et 90ksi. Elle a été réalisée par EBSD, dans un premier temps à l'échelle des ex-grains d'austénite primaire. Ensuite, pour identifier les joints de lattes qui se sont annihilés avec le revenu (sections II.2.3), une seconde analyse a été réalisée sur lames minces à l'échelle des paquets de lattes. Les deux études sont respectivement présentées dans les sections II.4.1 et II.4.2.

II.4.1. Microtexture à l'échelle des ex-grains d'austénite primaire

L'étude de la microtexture à cette échelle a été conduite pour accéder : à la nature de la microstructure du point de vue cristallographique, à la taille des grains effectifs et au niveau de restauration de la matrice de chacune des microstructures.

Les paramètres d'acquisition des cartographies ont été réglés comme suit : tension d'accélération de 20kV, distance de travail 22mm, pas d'acquisition de 0.25µm, le temps d'acquisition de 2h et l'aire analysée de 320 × 320 μm^2. Au terme de l'acquisition, l'indexation a été faite en considérant la ferrite α ; on suppose en effet qu'au terme du revenu T1 (600°C – 3h), la martensite est suffisamment revenue, les atomes de carbone ont quitté la solution solide et lle réseau est cubique centré. Au terme de l'indexation, sur le logiciel OIM, les cartographies ont été nettoyées avec l'option *grain dilation* en considérant une désorientation de 5° et une taille minimum de 5 pixels dans la définition des grains. Les pourcentages de nettoyage sont : 28% (130P), 15% (130M), 8% (110P), 9% (110M), 6% (90P) et 3% (90M). Le cas des microstructures 130P et 130M semblent important, mais des vérifications ont été faites sur toutes les zones de la cartographie et elles montrent que les zones nettoyées sont majoritairement des pixels mal indexés du fait de la présence

des carbures. Le niveau de restauration de la matrice a été étudié au moyen des cartographies KAM (*Kernel Average Misorientation*) ; elles ont été construites en considérant le premier voisin.

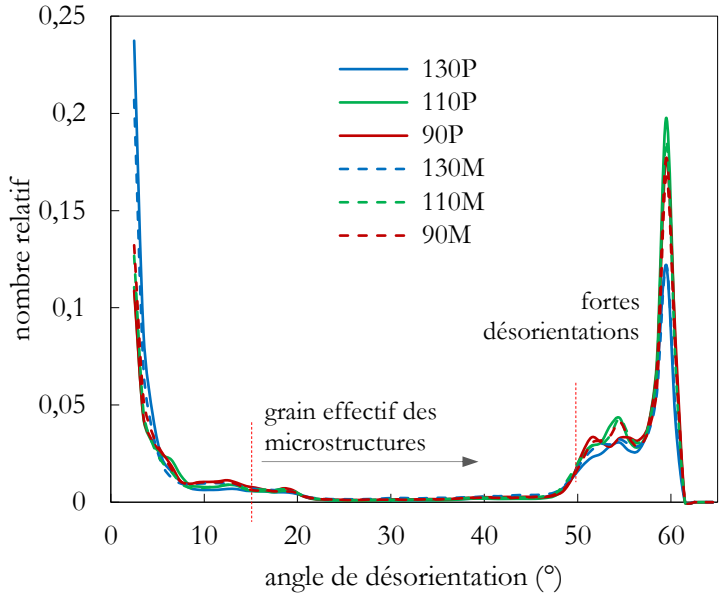


Figure II.34 : Evolution de la distribution des désorientations des joints de lattes

La fig. II.33 donne la distribution des angles de désorientations cristallines. C'est une distribution typique des microstructures constituées de martensite et bainite inférieure [20]. Elle se démarque par deux pics caractéristiques aux fortes désorientations, autour de 55° et 60°. La particularité ici est que le rapport du grand pic sur le petit est supérieur à 2 : c'est le cas pour toutes les six microstructures. Ce résultat conforte celui de la section II.1.3, où on a conclu que les microstructures P seraient constituées de martensite et de bainite inférieure. Par contre pour les microstructures M, le résultat actuel ne permet pas de statuer, du point de vue cristallographique, sur la présence de bainite supérieure, pourtant identifiée morphologiquement dans la section II.2.2. Il est probable que les cartographies EBSD des microstructures M ont été réalisées au moins en partie dans les bandes de ségrégation, qui sont des zones sans bainite supérieure. Parce que dans la section II.2.1, on a vu que la largeur des bandes de ségrégation dans la microstructure 130M est comprise entre 150 et 350µm. Or cette dimension est du même ordre de grandeur que la taille des cartographies EBSD présentés ici. En mettant bout à bout ces éléments, il vient que la distribution des angles de désorientations des microstructures M est de type martensite et bainite inférieure du fait de l'échantillonnage.

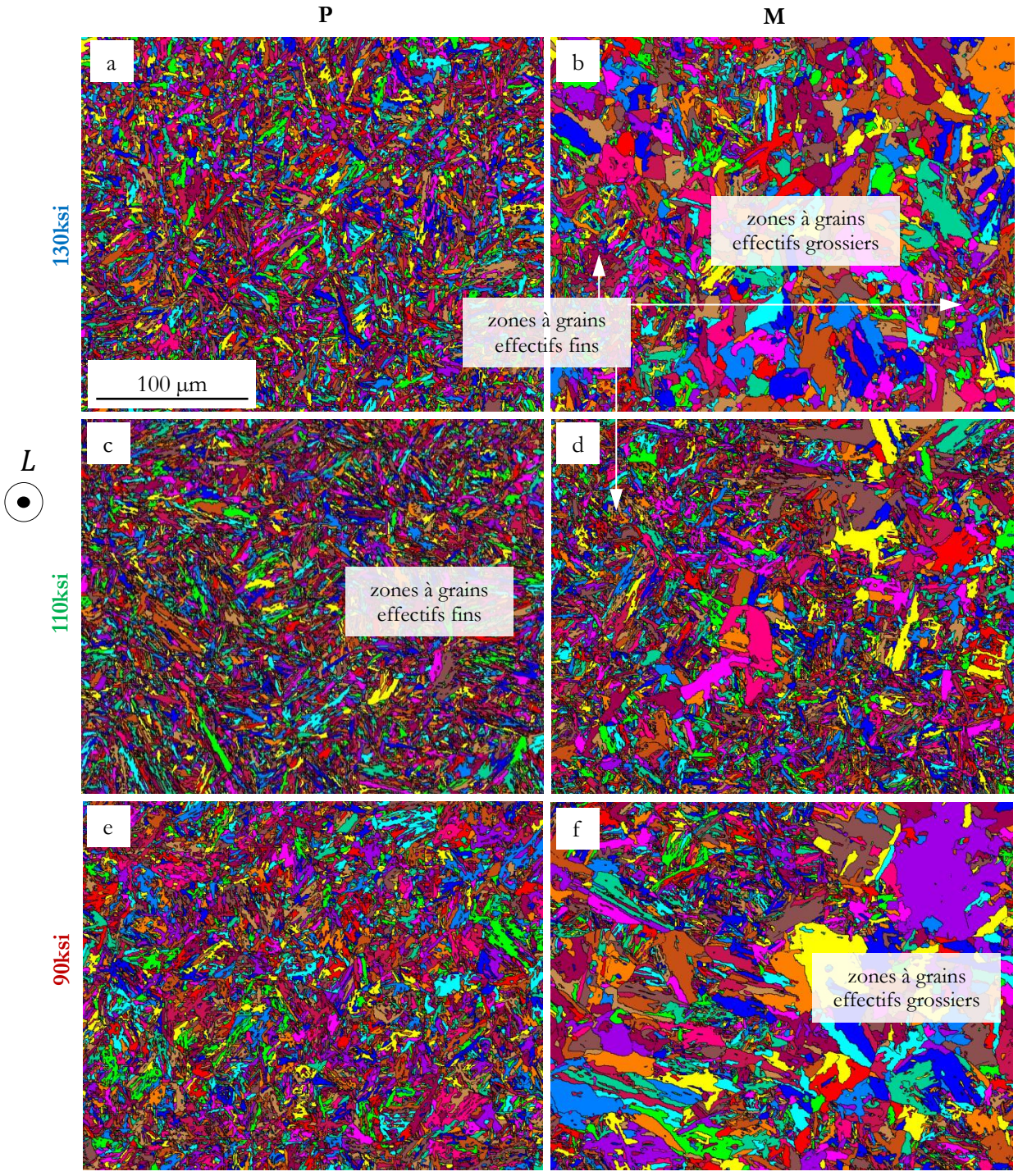


Figure II.35 : Cartographie des grains effectifs pour les microstructures sur le plan travers : a)130P, b) 130M, c) 110P, d) 110M, e) 90P et f) 90M.

Dans le cas des aciers martensitiques, le grain effectif qui traduit la taille de la microstructure et caractérise la résistance au clivage correspond aux grains ayant une désorientation supérieure à 15°. Cette valeur revient plusieurs fois dans la littérature. Elle est par exemple reportée par Ghosh et *al.* 2013 [21] et Pallaspuro et *al.* 2018 [22]. Dans ce manuscrit, on désigne par d_{eff} la taille de grain effectif. On fait le choix, par mesure simplificatrice, de l'exprimer en diamètre de cercle équivalent. On présente sur la fig.II.35 la cartographie des grains effectifs pour les six microstructures. Globalement, dans les zones analysées, on fait deux observations majeures :

a) Les microstructures P sont constituées de grains fins dont la répartition est plutôt homogène. À cette échelle, aucune différence majeure ne se dégage sur la structure des grains entre les microstructures 130P, 110P et 90P.

b) Les microstructures M sont constituées à la fois de grains fins, similaires à ceux des microstructures P, et de zones à grains grossiers. La confrontation de ces zones avec les micrographies correspondantes ne permet pas de conclure sur leur nature.

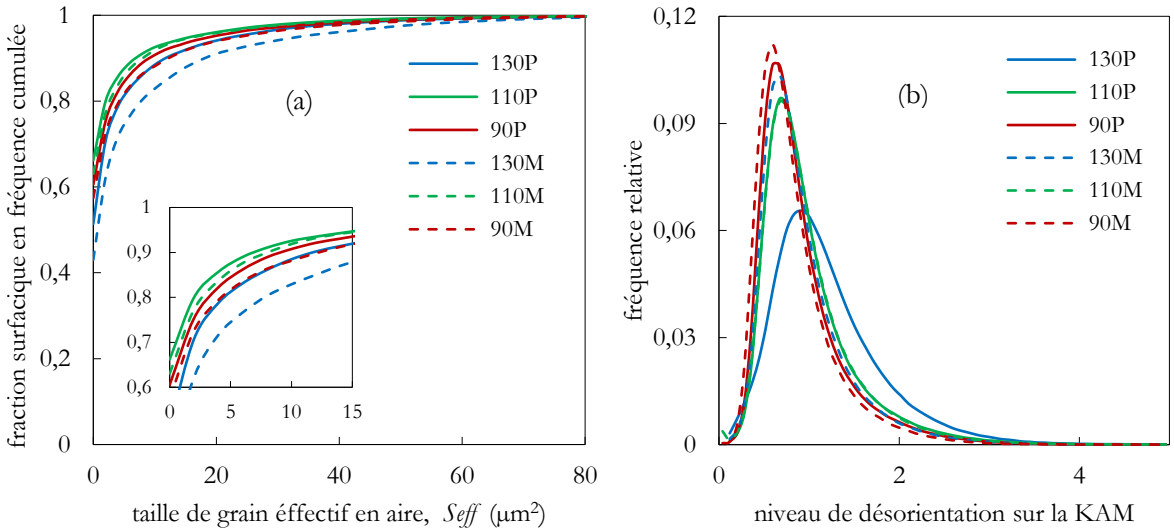


Figure II.36 : a) répartition de la taille des grains effectifs rapportés en aire et b) Distribution du niveau de désorientation locale sur les cartographies KAM. Ces résultats concernent les microstructures des configurations 130ksi, 110ksi et 90ksi

La fig.II.36.a fourni des éléments quantitatifs sur la taille de grains effectifs. Elle a été exprimée en aire pour que l'effet des zones à grains grossiers présents dans les microstructures M soit marqué. Pour les six microstructures, la médiane de d_{eff} reste proche de 1µm. Shengci Li et *al.* 2016 [23] montrent que pour les aciers martensitiques, les tailles de paquet et de bloc augmentent avec la taille de grain austénitique. Un lien similaire est rapporté par Zhou et *al.* 2016 [24] entre la taille des colonies de perlite et celle du grain austénitique. **Dans notre cas précis, le fait que la**

taille moyenne des paquets varie peu entre les six microstructures est cohérent, puisque les microstructures proviennent de la même barre austénitisée et trempée, elles ont donc la même taille de grain austénitique. De toute évidence, il faut aller au-delà du 80^{ième} percentile pour observer des écarts relativement importants sur la taille des paquets des différentes microstructures. En effet, pour une configuration donnée, d_{eff} dans les microstructures M apparaît plus importante par rapport aux microstructures P. Cet écart est davantage marqué dans la configuration 130ksi par rapport aux autres configurations.

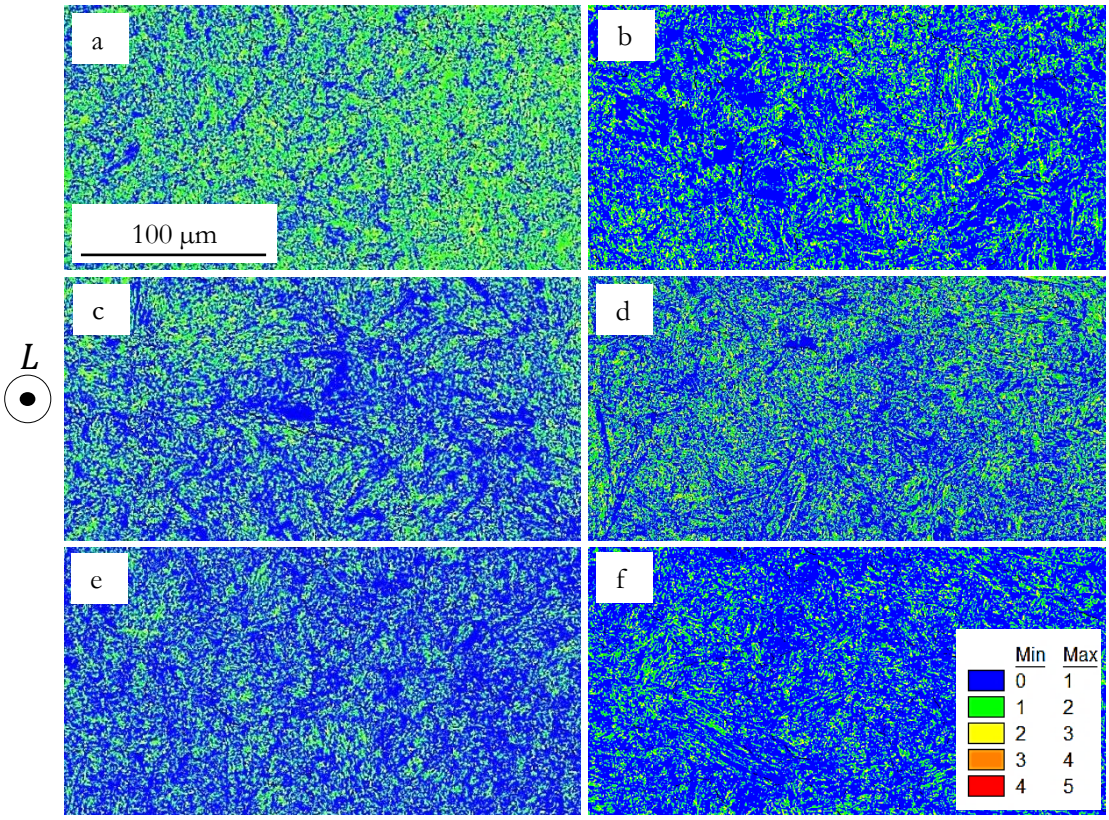


Figure II.37 : Portion des cartographies KAM indiquant le niveau de restauration de la matrice dans les microstructures : a)130P, b) 130M, c) 110P, d) 110M, e) 90P et f) 90M

Au vu des résultats précédents, on peut s'attendre à ce que les six microstructures présentent une résistance au clivage proche dans le domaine de transition ductile-fragile. Elle se traduirait, à la fois, par des pentes similaires de l'évolution de l'énergie à rupture dans le domaine de transition ductile-fragile, et une température de transition en cristallinité assez proche. On y reviendra plus en détail au Chapitre IV sur le lien entre microstructure et comportement à rupture dans le domaine de transition ductile-fragile.

La fig.II.37 donne une cartographie du niveau des désorientations locales dans les six microstructures. Elle est accompagnée par la fig.II.36.b. Sur l'ensemble des microstructures, on

constate que le niveau de désorientations locales est légèrement plus important pour le 130P alors que celui des microstructures 130M, 110P, 110M, 90P et 90M est similaire. En première approche, on peut relativiser ce résultat car la différence est de l'ordre de 1° seulement et il peut s'agir du bruit de mesure. Néanmoins, sur l'aspect variabilité 1 (prélèvement), la différence de niveau de désorientations locales entre 130P et 130M demeure. Pour comprendre cette différence, on peut invoquer la vitesse de refroidissement importante des microstructures P brutes de trempe, qui a sans doute limité la restauration des dislocations dans cette microstructure. Le traitement T1, revenu à 600°C pendant 3h, a donc entamé la restauration des dislocations dans les deux microstructures, mais ces dernières étant plus nombreuses dans la microstructure P, elles laissent un état résiduel qui traduit les observations faites ici. Sur la variabilité 2, l'effet du revenu est également marqué sur la restauration des dislocations dans la matrice des microstructures P notamment. On a vu en effet dans la section II.2.3 qu'à l'échelle des lattes, la densité des structures de dislocations a fortement diminué avec le revenu. Au final, l'effet des revenus additionnels sur le niveau des désorientations locales apparaît plus marqué dans la configuration 130ksi, entre les microstructures 130P et 130M. Puisque les structures de dislocations contribuent au niveau de résistance des aciers, on peut envisager leur contribution sur les propriétés mécaniques en traction, la limite d'élasticité et la résistance maximale en traction notamment.

II.4.2. Microtexture à l'échelle des paquets de lattes

Les lames minces exploitées lors de cette étude sont les mêmes que celles présentées dans les sections II.2.2 et II.2.3. Les paramètres d'acquisition sont : une tension d'accélération de 20kV, la distance de travail de 24mm, l'angle d'inclinaison des échantillons de 70°, le pas et le temps d'acquisition sont respectivement 0.05µm et 50min. Les zones cartographiées sont de dimension 35×35 µm^2 et l'indexation a été faite en ferrite alpha pour les raisons évoquées dans la section II.4.1. Pour les six cartographies, les taux de nettoyage des cartographies est inférieur à 8% du fait d'une bonne résolution spatiale.

On présente sur la fig.II.38 les cartographies en figure de pôles inverses des six microstructures, sur laquelle on définit les joints faiblement désorientés. Précisons que les fortes désorientations comprises entre 25° et environ 50° délimitent des joints de grains d'austénite primaire. De ces cartographies, on extrait l'évolution de la fraction des joints avec les angles de désorientation présentée sur la fig.II.39. On remarque un effet plus marqué du revenu sur les joints de désorientations compris entre 2° et 3°, c'est la seule évolution qui corrèle bien avec la variabilité 2. **La fraction des joints de désorientation comprise entre 2 et 3°, reste-la même dans la même configuration de revenu, mais diminue fortement avec l'augmentation de la température de revenu**. **Ce résultat peut expliquer l'augmentation relative de la largeur des lattes de martensite avec le revenu** (section II.2.3). **On conclut que l'augmentation de la température de revenu a annihilé certains joints de lattes compris entre 2 et 3°, ce qui a conduit à l'augmentation de la taille des lattes de martensite**.

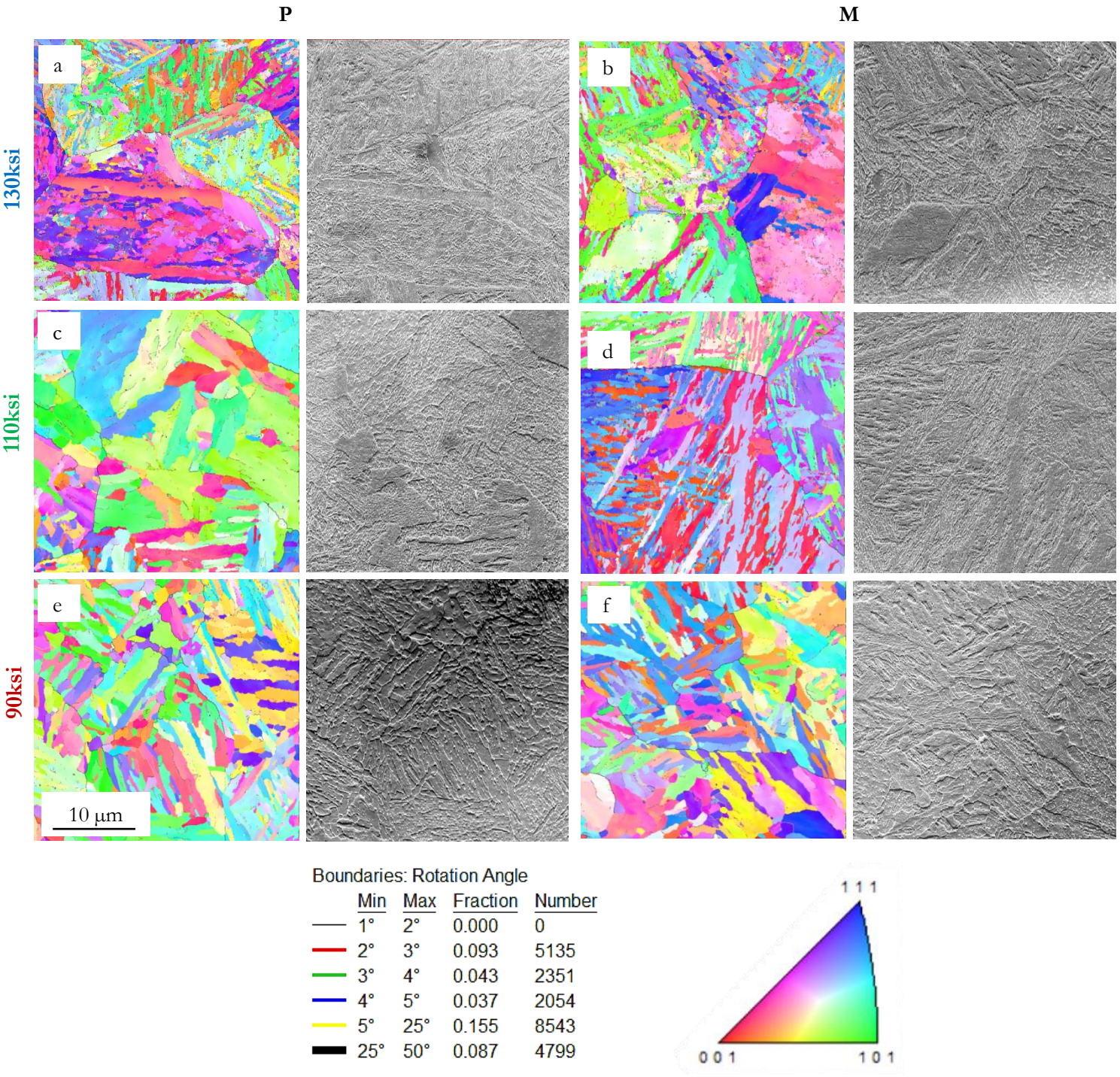


Figure II.38 : Illustration des joints de lattes sur une cartographie en figure de pôle inverse sur lames minces et micrographies correspondantes. La direction codée dans le repère cristal correspond à la normale à l'échantillon.

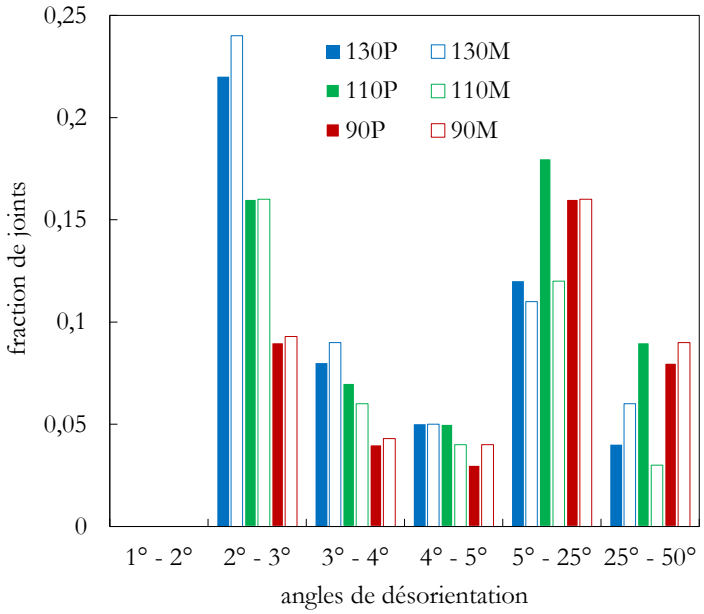


Figure II.39 : Evolution de la fraction des joints de latte avec les angles de désorientation pour les six microstructures

II.5. Conclusions sur le matériau de l'étude

Dans ce chapitre, nous avons caractérisé le matériau de l'étude. C'est un acier faiblement allié à moyen carbone dont les barres de diamètre 180mm ont été obtenues à la suite d'opérations de laminage de lingots. Elles ont ensuite été austénitisées, trempées puis revenues pour atteindre un niveau de résistance de 130ksi. Des microstructures modèles ont dans un premier temps été fabriquées, en s'appuyant sur le prélèvement des échantillons et la variation des revenus additionnels. Au passage, une étude a été réalisée pour remonter aux microstructures de l'état brut de trempe et ainsi enrichir notre compréhension de la formation de ces microstructures. Les microstructures de l'étude ont ensuite été caractérisées en termes de micrographies (à différentes échelles), de fraction des constituants, d'entités microstructurales de seconde phase et d'analyse de la microtexture. Pour chacune des parties de ce chapitre, les principaux résultats sont :

- Des échantillons ont été prélevés aux positions radiales P et M de la barre afin de disposer du même taux de carbone, conforme au cahier de charge.
- L'état de réception de la barre représente la configuration 130ksi, avec les microstructures 130P et 130M. Des revenus additionnels ont été réalisés, partant des ébauches du 130P et 130M, afin d'obtenir les configurations 110ksi et 90ksi.
- Les microstructures M sont constituées (outre la martensite) à la fois de bainite supérieure et inférieure, la bainite supérieure s'étant formée préférentiellement dans les zones hors bandes de ségrégation. Les microstructures P sont constituées de martensite et des traces de bainite inférieure.

- L'augmentation de la température de revenu a eu plusieurs effets : l'augmentation de la taille et de la distance intercarbure, la diminution de la densité des dislocations. Elle a également contribué à l'atténuation du contraste entre zones ségrégées et zones hors bandes de ségrégation dans les microstructures M. Plus simplement, c'est le contraste entre martensite et bainite supérieure qui a évolué.

- Les inclusions sont majoritairement des sulfures et des oxydes. Elles sont plus nombreuses et plus grossières au voisinage de la position M, alors que les microstructures P sont plus propres, du point de vue inclusionnaire. L'ensemble des carbures identifiés dans les six microstructures sont des particules de cémentite. Ils sont présents aux joints de lattes et dans les lattes de martensite dans la configuration 130ksi, alors qu'on les identifie majoritairement aux joints de lattes dans la configuration 90ksi.

- Le taux d'austénite présent dans les six microstructures semble à la fois très faible et assez proche entre les six microstructures. Des vérifications complémentaires ont été faites et elles montrent qu'il n'y en a pas.

- La taille moyenne des paquets de lattes varie peu entre les six microstructures, ce qui est cohérent avec la taille de grain austénitique. Il faut aller au-delà du $80^{ième}$ percentile pour observer des écarts relativement importants entre les tailles des paquets des différentes microstructures.

- La taille des lattes de martensite augmente avec le revenu et la position de prélèvement. Le premier effet s'explique par l'annihilation des joints de lattes compris entre 2 et 3° et le second serait renforcé par la présence des lattes de bainite supérieure, plus grossières que celles de martensite, dans les microstructures M.

Pour la suite de ce manuscrit, le tableau II.13 suivant récapitule les informations pertinentes à retenir pour chacune des microstructures.

Tableau II.14 : Bilan des caractérisations microstructurales

		Variabilité 1	
		P	**M**
	Brut de trempe	~98% martensite + traces de bainite inférieure $inclusions \rightarrow +$	martensite + [0 – 20] % bainite (inférieure + supérieure) $inclusions \rightarrow +++$
Variabilité 2	**130ksi** (T1 ⟶ 600°C – 3h)	$HV_{0.3} \rightarrow 344 \pm 15$ $l_M \rightarrow 0.17\mu m \pm 0.05$ $d_o \rightarrow 0.080\mu m$ $d_c \rightarrow 0.11\mu m$ $d_{eff} \rightarrow \sim 2.16\mu m$ $austénite \rightarrow \sim$ $restauration \rightarrow -$	$HV_{0.3} \rightarrow 316 \pm 33$ $l_M \rightarrow 0.25\mu m \pm 0.09$ $d_o \rightarrow 0.080\mu m$ $d_c \rightarrow 0.14\mu m$ $d_{eff} \rightarrow \sim 2.73\mu m$ $austénite \rightarrow \sim$ $restauration \rightarrow +$
	110ksi (T2 ⟶ T1+ 690°C/665°C – 1h)	$HV_{0.3} \rightarrow 269 \pm 9$ $l_M \rightarrow 0.30\mu m \pm 0.11$ $d_o \rightarrow 0.091\mu m$ $d_c \rightarrow 0.18\mu m$ $d_{eff} \rightarrow \sim 1.74\mu m$ $austénite \rightarrow \sim$ $restauration \rightarrow +$	$HV_{0.3} \rightarrow 281 \pm 14$ $l_M \rightarrow 0.38\mu m \pm 0.13$ $d_o \rightarrow 0.086\mu m$ $d_c \rightarrow 0.21\mu m$ $d_{eff} \rightarrow \sim 1.83\mu m$ $austénite \rightarrow \sim$ $restauration \rightarrow +$
	90ksi (T3 ⟶ T1+ 720°C – 1h)	$HV_{0.3} \rightarrow 236 \pm 12$ $l_M \rightarrow 0.38\mu m \pm 0.17$ $d_o \rightarrow 0.120\mu m$ $d_c \rightarrow 0.35\mu m$ $d_{eff} \rightarrow \sim 1.92\mu m$ $austénite \rightarrow \sim$ $restauration \rightarrow ++$	$HV_{0.3} \rightarrow 232 \pm 10$ $l_M \rightarrow 0.47\mu m \pm 0.15$ $d_o \rightarrow 0.120\mu m$ $d_c \rightarrow 0.36\mu m$ $d_{eff} \rightarrow \sim 2.20\mu m$ $austénite \rightarrow \sim$ $restauration \rightarrow ++$

l_M, d_o, d_c, d_{eff} désignent respectivement la largeur des lattes, le diamètre moyen des carbures, la distance entre carbures et la taille effective des paquets de lattes.

[1] G. Murry et R. Lévêque, *Aide-mémoire Métallurgie*. Dunod, 2015.
[2] J. Dumerger, G. Boi, E. Henrault, S. Evrard, R. Millot, et G. Tormen, « Impact du type de masselotte sur la qualité des lingots », CREAS R 2013-05, nov. 2013.
[3] T. Sourmail et M. Saby, « Connaissance de la trempe-revenu des nuances Oil et Gas », Rapport interne CREAS, 2014.
[4] Saby Michel, « Prédiction par simulation de la microstructure de trempe des produits Ascometal pour le marché Oil&Gas », Note interne CREAS, nov. 2015.
[5] Thomas Sourmail, « Dureté de la martensite et modèle de cémentation », sept. 2007.
[6] S. D. Catteau, T. Sourmail, et A. Moine, « Dilatometric Study of Phase Transformations in Steels: Some Issues », *Mater. Perform. Charact.*, vol. 5, nº 5, p. 564‑584, oct. 2016.
[7] S. Dépinoy, « Microstructural evolution of a 2.25Cr - 1 Mo steel during austenitization and temper : austenite grain growth, carbide precipitation sequence and effects on mechanical properties », these de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2015.
[8] S. Maropoulos, N. Ridley, et S. Karagiannis, « Structural variations in heat treated low alloy steel forgings », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 380, nº 1–2, p. 79‑92, août 2004.
[9] F. Tioguem, « Lien entre microstructure et transition ductile-fragile des aciers trempés revenus à haute résistance », Rapport d'avancement de thèse année 1, oct. 2018.
[10] Y. Ohmori, H. Ohtani, et T. Kunitake, « The Bainite in Low Carbon Low Alloy High Strength Steels », *Tetsu--Hagane*, vol. 57, nº 10, p. 1690‑1705, sept. 1971.
[11] Y. Ohmori et R.W.K. Honeycombe, « Proceedings of ICSTIS (suppl.) », 1971, vol. 11, p. 1160‑1165.
[12] Y. Tomita et K. Okabayashi, « Mechanical properties of 0.40 pct C-Ni-Cr-Mo high strength steel having a mixed structure of martensite and bainite », *Metall. Trans. A*, vol. 16, nº 1, p. 73‑82, 1985.
[13] H. F. Li, S. G. Wang, P. Zhang, R. T. Qu, et Z. F. Zhang, « Crack propagation mechanisms of AISI 4340 steels with different strength and toughness », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 729, p. 130‑140, juin 2018.
[14] U. F. Kocks, « On the spacing of dispersed obstacles », *Acta Metall.*, vol. 14, nº 11, p. 1629‑1631, nov. 1966.
[15] C. A. Hippsley et S. G. Druce, « The influence of phosphorus segregation to particle/matrix interfaces on ductile fracture in a high strength steel », *Acta Metall.*, vol. 31, nº 11, p. 1861‑1872, nov. 1983.
[16] 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 SA 508 steel », *Acta Mater.*, vol. 50, nº 19, p. 4755‑4762, nov. 2002.
[17] A. Roth et M. Billet, « Dosage d'austénite résiduelle », Note interne CREAS, mai 2018.
[18] M. Callahan, O. Hubert, F. Hild, A. Perlade, et J.-H. Schmitt, « Coincidence of strain-induced TRIP and propagative PLC bands in Medium Mn steels », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 704, p. 391‑400, 2017.
[19] O. Hubert et S. Lazreg, « Two phase modeling of the influence of plastic strain on the magnetic and magnetostrictive behaviors of ferromagnetic materials », *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 424, p. 421‑442, févr. 2017.
[20] A-F. Gourgues, H. M. Flower, et T. C. Lindley, « Electron backscattering diffraction study of acicular ferrite, bainite, and martensite steel microstructures », *Mater. Sci. Technol.*, vol. 16, nº 1, p. 26‑40, janv. 2000.
[21] A. Ghosh, A. Ray, D. Chakrabarti, et C. L. Davis, « Cleavage initiation in steel: Competition between large grains and large particles », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 561, p. 126‑135, janv. 2013.
[22] S. Pallaspuro, A. Kaijalainen, S. Mehtonen, J. Kömi, Z. Zhang, et D. Porter, « Effect of microstructure on the impact toughness transition temperature of direct-quenched steels », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 712, p. 671‑680, janv. 2018.
[23] S. Li, G. Zhu, et Y. Kang, « Effect of substructure on mechanical properties and fracture behavior of lath martensite in 0.1C–1.1Si–1.7Mn steel », *J. Alloys Compd.*, vol. 675, p. 104‑115, août 2016.
[24] S. Zhou, Y. Zuo, Z. Li, X. Wang, et Q. Yong, « Microstructural analysis on cleavage fracture in pearlitic steels », *Mater. Charact.*, vol. 119, p. 110‑113, sept. 2016.

Chapitre III :
Etude expérimentale du comportement en traction

III.1. Introduction 97
III.2. Procédures expérimentales 97
III.2.1. Mesure de la réduction localisée de diamètre 97
III.2.2. Traction sur éprouvettes axisymétriques lisses 100
III.2.3. Traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées 106
III.2.4. Traction sur éprouvettes en déformation plane 107
III.3. Analyse des résultats expérimentaux 108
III.3.1. Effet de la direction de sollicitation en traction uniaxiale 108
III.3.2. Effet de la position de prélèvement (configuration 130ksi) 110
III.3.3. Effet de la température de revenu 112
III.3.4. Effet de la température de revenu sur la rupture et l'endommagement en traction 114
III.3.5. Effet de la température d'essai sur le comportement en traction 119
III.3.6. Effet de la vitesse de sollicitation 121
III.3.7. Contributions de l'échauffement local lors des essais en vitesse 125
III.4. Conclusions sur le comportement élastoplastique 127

III.1. Introduction

Ce chapitre est consacré à l'étude du comportement en traction des microstructures issues des configurations 130ksi, 110ksi et 90ksi. On rappelle que cette étude est indispensable pour améliorer notre connaissance des microstructures d'étude, afin de dégager les premiers éléments d'analyse du comportement à rupture consacré au Chapitre IV.

Ce chapitre est scindé en deux parties. Dans la première partie, on décrit les méthodes expérimentales mises en œuvre et les méthodes de dépouillement des résultats. On insistera sur la mesure de la réduction de diamètre, outil indispensable pour une bonne description du comportement élastoplastique au-delà de la charge maximale. On s'attardera également sur les essais de traction rapide dont le soin apporté à la préparation des échantillons est indispensable pour des résultats de qualité. La deuxième partie est consacrée à l'analyse des résultats. Il s'agira surtout d'examiner l'évolution des paramètres de résistance et de ductilité avec le prélèvement des échantillons sur la barre, la température de revenu, la température d'essai, la vitesse de sollicitation. On verra particulièrement pour cette dernière que la sollicitation rapide peut induire un échauffement local qui affecterait le comportement. Les résultats expérimentaux seront mis en relation avec les évolutions microstructurales soulignées au Chapitre II. L'analyse fractographique et l'observation de l'endommagement permettront d'améliorer notre compréhension des mécanismes physiques de rupture et ainsi de dégager les premières idées sur l'effet des entités microstructurales sur l'endommagement ductile de ces microstructures. Au final, les résultats de toutes ces analyses permettront d'orienter le choix du modèle de comportement élastoplastique des microstructures de la configuration 130ksi qui sera développé dans le Chapitre V.

III.2. Procédures expérimentales

On présente dans un premier temps la méthode de mesure de la réduction de diamètre (section III.2.1), ensuite les essais de traction sur éprouvettes axisymétriques lisses (section III.2.2) et entaillées (section III.2.3), enfin les essais de traction sur éprouvettes en déformation plane (section III.2.4). Pour chacun des essais, on rappelle le type de machine d'essai, l'instrumentation, les conditions d'essai et la méthode de dépouillement des résultats.

III.2.1. Mesure de la réduction localisée de diamètre

La réduction localisée de diamètre apparaît au cours des essais de traction simple sur le fût de l'éprouvette lorsque ce dernier atteint la contrainte maximale qu'il peut supporter avant la localisation de la déformation. On parle également de réduction d'aire courante, car elle donne la mesure du diamètre de l'éprouvette à chaque instant au cours de l'essai. Sa valeur à rupture est la striction, $Z_{\%}$, connue comme paramètre important pour évaluer la ductilité des aciers trempés et revenus [1] [2].

Intérêt de la méthode

La fig.III.1 présente un essai de traction simple avec trois positions différentes de mesure de l'allongement axial. On voit que la mesure de l'extensomètre jusqu'à F_{max} est insensible à la position de ce dernier le long du fût de l'éprouvette. Par contre, au-delà de F_{max}, le comportement post-striction est fortement dépendant de la position de l'extensomètre axial par rapport au site du déclenchement de la striction. Ces situations peuvent conduire à des difficultés d'analyse et d'identification du comportement élastoplastique au-delà de la charge maximale : C'est ce qui justifie l'utilisation de la mesure de réduction de diamètre par « ombres chinoises » dans cette étude. On a choisi d'adopter la méthode de mesure de la réduction de diamètre développée au Centre des Matériaux par Defaisse, 2018 [3] pour un acier maraging à très haute résistance.

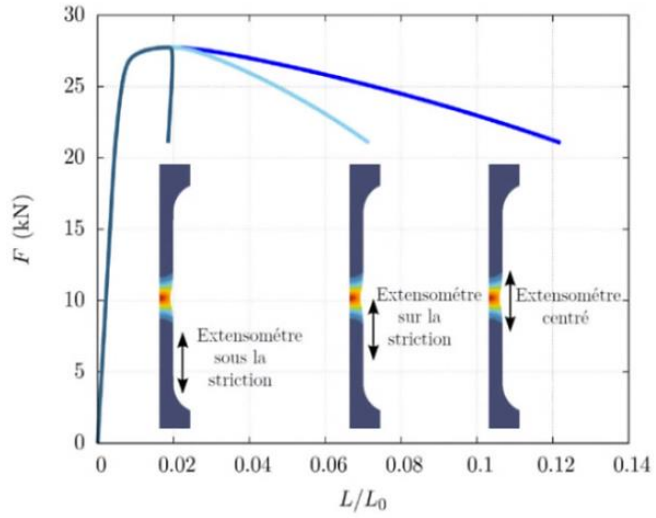


Figure III.1 : Effet de la position de l'extensomètre axial sur la mesure de déformation post-striction lors d'un essai de traction. Defaisse, 2018 [3].

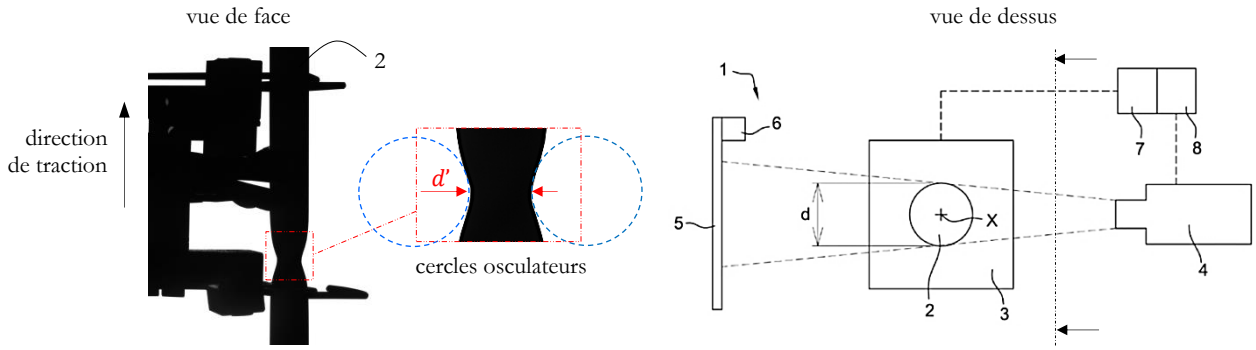


Figure III.2 : Montage expérimental et mesure de la réduction de diamètre courant sur une éprouvette axisymétrique [3].

Principe de la méthode

On illustre sur la fig.III.2 le schéma du montage expérimental adapté pour la mesure de la réduction de diamètre en cours d'essai. L'éprouvette cylindrique (2) est montée sur une machine de traction (3) munie d'un système d'acquisition et de contrôle (7). Une caméra (4) permet de filmer l'essai. L'acquisition des images est synchronisée avec celles des données d'essai du moyen d'un générateur d'impulsions (8). Une lampe (6) permet d'éclairer un fond de couleur uniforme (5) afin que seuls les contours de l'éprouvette cylindrique apparaissent sur les images enregistrées.

Un script développé sur Python© a permis de traiter les images, en délimitant les contours du fût de l'éprouvette à chaque instant de mesure par cercles osculateurs (fig.III.2). Les détails de cette procédure sont disponibles dans [4]. En considérant d le diamètre initial de l'éprouvette et d' le diamètre au-delà de la striction, le script détecte automatiquement la diminution de diamètre par simple différence entre les deux valeurs. Une image de l'éprouvette au début de l'essai est indispensable pour une mesure fiable. On verra au dans la section III.3 et au Chapitre V comment les résultats de ces mesures ont été exploités, respectivement, pour l'analyse du comportement au-delà de la striction et l'identification de la loi de comportement.

Incertitude de mesure

Sur les éprouvettes axisymétriques, la précision en pixels du calcul de d'est donnée par l'expression III.1

$$\varepsilon_{d'} = \frac{2\delta d'}{d'} \tag{III.1}$$

Avec $\delta d'$ l'incertitude en pixels sur la détection du contour. Les plus petites valeurs pour les éprouvettes axisymétriques lisses sont $d' = 137$ pixels, et $\delta d' = 3$ pixels correspond à la transition de l'éprouvette vers l'extérieur. Pour les éprouvettes axisymétriques entaillées, on a d' est 210 pixels, et $\delta d' = 4$ pixels. On estime l'erreur de mesure de d' respectivement à 4.3% et 3.8% pour ces deux essais. Sur les aciers maraging, Defaisse a obtenu 2.4% et 0.7% pour les essais sur éprouvettes axisymétriques lisses et entaillées. Rappelons que ces essais avaient été réalisés à l'ambiante, par contre, on verra dans la suite que nos expérimentations ont été faites dans une enceinte thermique pour les essais axisymétriques lisses, puis sous vitesse rapide pour les essais sur éprouvettes entaillées. L'écart d'incertitude de mesure provient donc, respectivement pour ces deux géométries d'éprouvettes, des conditions d'éclairage et du compromis entre résolution spatiale et temporelle.

La fig.III.3 présente la géométrie des éprouvettes Axisymétriques Lisses (AL) et Axisymétriques Entaillées (AE). On désigne par $A\varphi_\infty$ le nom de l'éprouvette, avec φ le paramètre qui décrit la forme du fût et ∞ le diamètre de la zone utile de l'éprouvette.

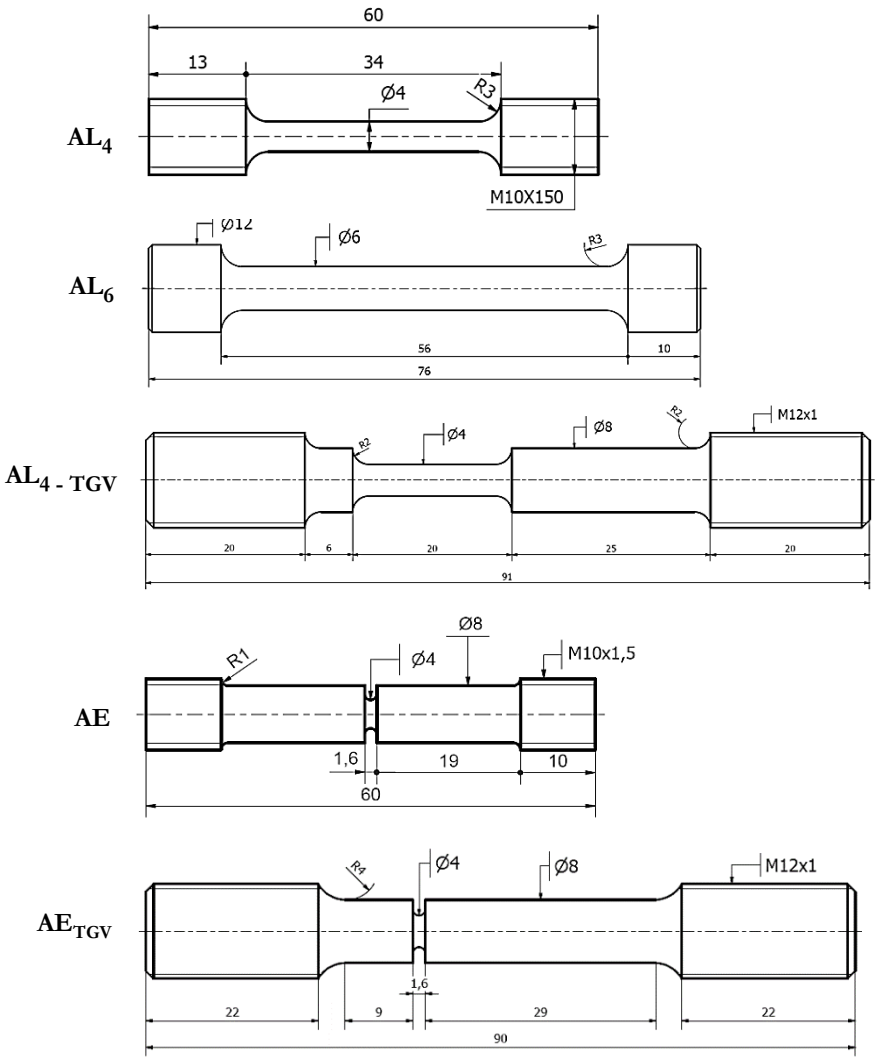


Figure III.3 : Géométrie des éprouvettes de traction Axisymétrique Lisse (AL) et Axisymétrique Entaillée (AE). Les dimensions sont exprimées en millimètres et les tolérances des zones utiles sont de ±0.06.

III.2.2. Traction sur éprouvettes axisymétriques lisses

Dans cette partie, on décrit plus en détail les procédures liées à chacun des essais sur éprouvettes AL.

Les essais AL_4 ont été réalisés sur une machine servohydraulique MTS© dotée d'une cellule de charge de 100kN, en imposant une vitesse de déplacement constante du vérin de 0.028 $mm.s^{-1}$. Trois essais ont été réalisés par microstructure. Les fig.III.4 (a) et fig.III.4 (b) présentent le montage expérimental de ces essais. Un extensomètre longitudinal MTS© de longueur utile

18.66mm a été utilisé. Une enceinte cylindrique a été encastrée de manière étanche sur la colonne mobile de la machine de traction pour contenir l'azote liquide. Dans un premier temps, on monte l'éprouvette, puis l'extensomètre axial adapté à très basses températures. On retire ensuite la pige de blocage du bras mobile de l'extensomètre pour que ce dernier s'ouvre pendant l'essai. L'azote liquide est ensuite introduit délicatement dans l'enceinte cylindrique qui est ensuite refermé par un couvercle non étanche. Un temps d'attente de 2 min a été respecté avant le lancement des essais, afin de s'assurer que la température de l'éprouvette soit la même que celle de l'azote liquide (-196°C). Au terme de l'essai, une fois les éprouvettes démontées, l'humidité sur le faciès de rupture a été éliminée au moyen d'un décapeur afin de prévenir l'oxydation.

Les essais sur éprouvette AL_6 ont été réalisés à une vitesse de déplacement du vérin de 0.32 $mm.s^{-1}$, soit une vitesse de déformation proche de $10^{-3}s^{-1}$. Ils sont regroupés en deux séries suivant les objectifs de caractérisation visés. Les premiers concernent le comportement élastoplastique à l'ambiante dans les directions L et T. Ils avaient été réalisés au CREAS selon la norme NF EN ISO 6892-1 2016 avant le début de la thèse. La longueur utile de l'extensomètre axial utilisé était 30mm.

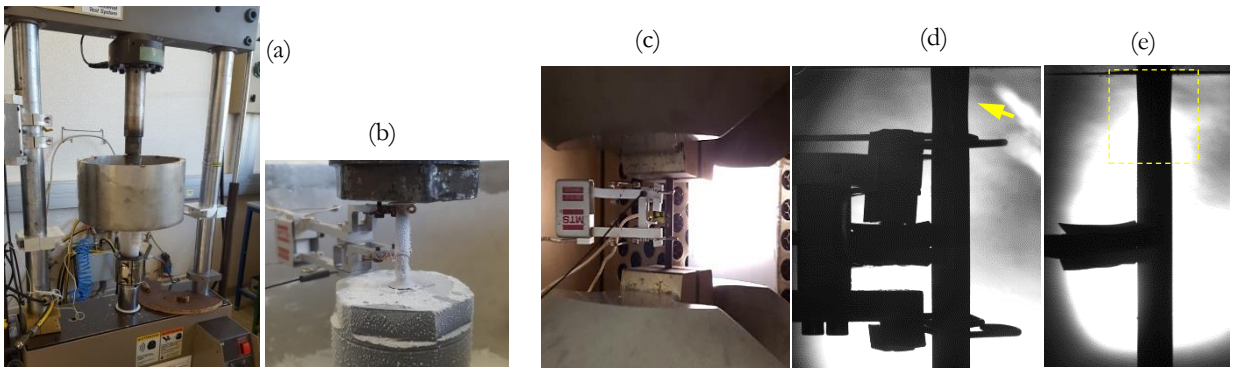


Figure III.4 : Montages expérimentaux. a) Vue d'ensemble de la machine MTS 100kN lors des essais à -196°C, b) zoom sur l'éprouvette AL_4 et l'extensomètre axial monté, c) vue d'ensemble du système de mesure lors des essais en température, d) image type acquise par la camera 4 méga pixels. La flèche jaune indique le lieu de la striction. e) même zone après le retrait de l'extensomètre axial et réajustement de l'éclairage.

L'autre série concerne les essais réalisés au Centre des Matériaux pour évaluer l'effet de la température d'essai sur le comportement élastoplastique. Nous ne disposions que d'une seule éprouvette par condition, car c'est un nombre de points suffisant pour suivre l'évolution des paramètres $Rp_{0.2}$ et Rm avec la température d'essai qui a été jugé important. Plusieurs moyens d'acquisition ont été mobilisés, il s'agit d'un extensomètre axial de longueur utile 28mm, une caméra de 4 méga pixels pour l'acquisition des images du profil des éprouvettes. La taille des images est de 1024 × 1024 pixels. Les éprouvettes ont été introduites dans une chambre thermique adaptée sur la machine d'essai. La température dans l'enceinte était contrôlée à ±2°C

grâce à un thermocouple soudé sur le fût des éprouvettes. Sachant que les images devaient servir à la mesure de la réduction de diamètre, une feuille de papier a été collée sur la face intérieure de la chambre thermique afin de disposer d'un plan uniforme à l'arrière des éprouvettes (fig.III.4.d). Les éprouvettes étaient peintes en noir pour accentuer le contraste entre éprouvette et plan arrière. Une lampe adaptée pour les essais en température a été introduite dans la chambre thermique, à l'arrière de l'éprouvette, afin de faciliter la détection des contours. Pour des raisons de stockage des données, il fallait limiter la quantité d'images enregistrées et ne disposer que d'un nombre de données suffisant pour déterminer la réduction de diamètre. Ajouté à cela, n'ayant qu'une seule source lumineuse, il était primordial que le lieu de striction, inconnu à priori, soit celui ayant l'éclairage à la fois le plus stable et le plus uniforme. Pour pallier à ces difficultés, on a choisi de prendre une image en début d'essai, comme image de référence. Ensuite, une fois la charge maximale atteinte, et qu'on pouvait voir le lieu d'apparition de la striction (fig.III.4.d), l'extensomètre axial était démonté (enceinte ouverte brièvement) et l'éclairage réajusté au mieux dans la zone d'intérêt (fig.III.4.e), enfin un temps d'attente était nécessaire pour que la température d'essai soit stabilisée. C'est à la suite de ces réglages que le système d'acquisition était remis en marche pour enregistrer les images nécessaires à la mesure de la diminution de diamètre. On verra à la section III.3.4 que cette démarche a conduit à ne construire que la fin des courbes de réduction de diamètre.

Les essais AL_{4-TGV} avaient pour objectif de mesurer la sensibilité du comportement élastoplastique envers la vitesse de sollicitation. Ils ont été réalisés à l'ambiante. La fig.III.5 présente le montage expérimental et les dispositifs d'acquisition utilisés dans le cadre de cette caractérisation mécanique. Les essais ont été réalisés sur une machine de traction à grande vitesse servo hydraulique Instron. On parlera simplement de traction à la TGV. La machine est dotée d'une cellule de charge piézoélectrique Kisler© de 40kN et d'un vérin avec une vitesse de déplacement allant jusqu'à 25 $m.s^{-1}$. L'éprouvette est montée sur la partie inférieure de la colonne, mobile. Cette dernière est entraînée par un piston hydraulique. La poussée du piston est réglée de manière à ce qu'il se déplace lentement sur une longueur libre de 30 mm. Ce déplacement du piston à vide est d'autant plus rapide que la vitesse de sollicitation à la consigne est importante. À l'instant t de l'essai, la vitesse moyenne du piston augmente rapidement jusqu'à coïncider avec celle de la consigne, et l'essai est réalisé. Un dispositif de mesure laser Fielder© permet de disposer de l'allongement de l'éprouvette. La zone utile des éprouvettes a été filmée avec une caméra rapide Photron, modèle Fastcam SA1.1, pouvant acquérir jusqu'à 100 000 images par seconde pour une résolution d'image maximale de 576 × 144 pixels. Ces images ont doublement servi, pour la synchronisation avec les résultats de la cellule de charge et la mesure de la réduction de diamètre. Deux lampes ont été positionnées de part et d'autre de l'éprouvette, afin que le champ lumineux reste le plus homogène possible durant l'essai. La mesure du l'élévation locale de température sur le fût de l'éprouvette était assuré par une caméra thermique Titanium©. La taille des images thermiques a été réglée à 159 × 127 pixels pour les plus grandes vitesses de

sollicitation, afin d'acquérir un nombre suffisants d'images. On verra par la suite que cela n'a pas empêché que certaines données soient incomplètes.

L'onde de choc induit des perturbations importantes sur la mesure de la cellule de charge, d'où la nécessité de poser des jauges sur les éprouvettes afin de récupérer la force effective vue par l'éprouvette. C'est ce qui justifie le dégagement prévu sur les éprouvettes destinées à la TGV. En effet, sur la fig.III.3, les éprouvettes AL_{4-TGV} présentent une zone de diamètre Ø8mm, destinée au dépôt des jauges de déformation, alors que le fût est de diamètre Ø4mm. On considère que les zones Ø8 restent élastiques durant tout l'essai.

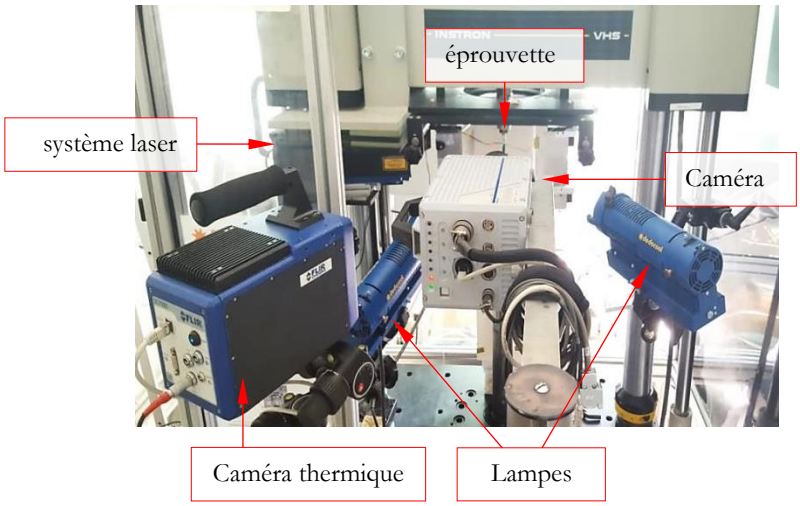


Figure III.5 : Montage expérimental des essais à la TGV.

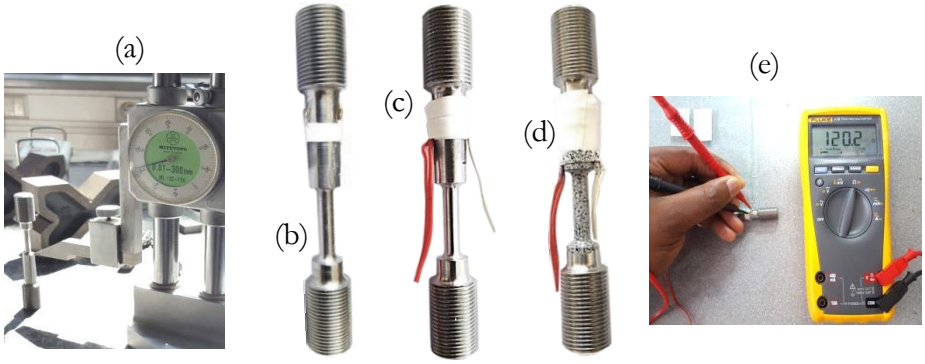


Figure III.6 : Préparation des éprouvettes pour la TGV. a) marquage du lieu des jauges au trusquin, b) jauges collées, c) connexion du câblage, d) dépôt du mouchetis et e) vérification de l'état des connexions.

On présente sur la fig.III.6 l'état d'une éprouvette AL_{4-TGV} au terme de chacune des 4 étapes de préparation. La flexion de l'éprouvette est envisageable au cours de la sollicitation en vitesse, d'où la nécessité de poser deux jauges de manière symétrique. Dans un premier temps, le marquage au trusquin permet d'assurer une symétrie des jauges une fois déposées (fig.III.6.a). Cette étape est suivie par des opérations de micro sablage et nettoyage des surfaces à l'éthanol, puis par le collage des jauges (fig.III.6.b). Une fois les jauges collées sur l'éprouvette, des câbles ont été soudés sur les connecteurs des jauges (fig.III.6.c). Au terme de la préparation des jauges, un mouchetis a été déposé sur le fût de l'éprouvette. Le mouchetis a servi d'une part de marquage pour le dispositif de mesure laser, d'autre part pour la mesure de la réduction de diamètre. Une dernière étape de vérification de chacune des connexions au multimètre permettait de s'assurer de leur état de fonctionnement (fig.III.6.e). Au total, il fallait en moyenne 40 min pour préparer une éprouvette.

En s'appuyant sur le plan des éprouvettes de la fig.III.3, on calcule la longueur de la zone utile L_f , sachant que les congés se raccordent sur des quarts de cercle, puis la vitesse de déformation par les expressions III.2 et III.3 suivantes :

$$L_f = 20 - 2r \quad (en\ mm) \tag{III.2}$$

$$\dot{\mathcal{E}} = \frac{\dot{u}}{L_f} \qquad (en\ s^{-1}) \tag{III.3}$$

Avec r le rayon de raccordement aux extrémités du fût de la zone utile de l'éprouvette de traction rapide, $\dot{u}$ la vitesse de déplacement. Trois vitesses de déplacement du vérin ont été retenues : la première vitesse de déplacement a été déterminée à 0.016m.s^{-1}. Ainsi, la vitesse de déformation visée est 1s^{-1}. Puis les vitesses de déformation suivantes ont été obtenues en multipliant par 10 la vitesse de déformation précédente. Les trois vitesses de déformation retenues sont 1s^{-1}, 10s^{-1} et 100s^{-1}. On verra dans la section III.5 que la vitesse de consigne « visée » peut être différente de la vitesse réelle mesurée sur le fût de l'éprouvette.

La fig.III.7 présente le résultat du dépouillement d'un essai réalisé à 100s^{-1}. On peut voir que la mesure de la cellule de charge est très bruitée, alors que les signaux des jauges 1 et 2 sont respectivement en dessous et au-dessus de la mesure de la cellule de charge. Nous avons donc opté pour un ajustement des courbes issues de la cellule des charge en considérant la courbe moyenne des deux jauges de déformation : c'est cette courbe moyenne qui sera présentée dans la section III.5 pour les essais réalisés à la TGV.

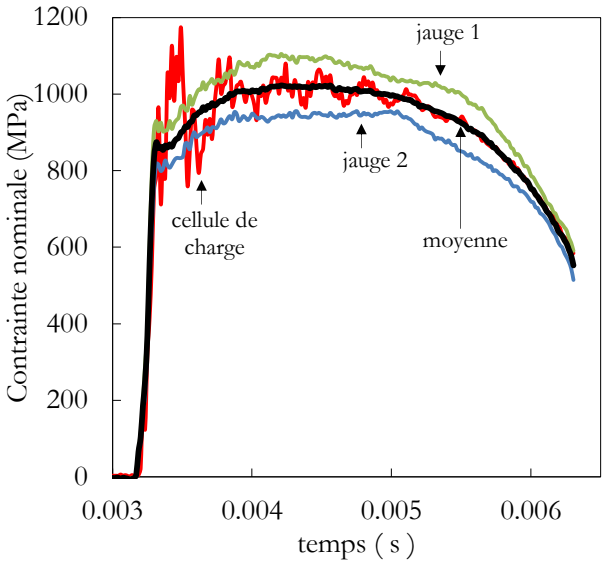


Figure III.7 : Dépouillement des résultats des essais à la TGV ; cas de l'essai réalisé à $100s^{-1}$ sur le 130M.

Pour la majorité des essais présentés dans cette partie, les éprouvettes ont été soumises à un effort F et on a déduit l'allongement ΔL par mesure de l'extensomètre axial (AL_4 et AL_6) ou par corrélation d'images (AL_{4-TGV}). Dans notre démarche, la déformation a été calculée avec l'expression suivante :

$$\mathcal{E}_n = \frac{\Delta L}{L_o} \tag{III.4}$$

L_o correspond à la longueur utile de l'extensomètre ou à la longueur initiale entre marqueurs virtuels implantés à l'aide du logiciel de corrélation d'images des essais de traction rapide. La contrainte nominale est définie comme suit :

$$\sigma_n = \frac{F}{S_o} = \frac{4F}{\pi \emptyset_o{}^2} \tag{III.5}$$

$S_o \; et \; \emptyset_o$ sont respectivement la section initiale et le diamètre initial du fût de l'éprouvette. On ajoute à ces paramètres la réduction de diamètre calculée avec l'expression III.6.

$$\mathcal{E}_\emptyset = \frac{\Delta \emptyset}{\emptyset_o} \tag{III.6}$$

L'allongement total à rupture $A_{\%}$ et le coefficient de striction $Z_{\%}$ ont été estimés conformément à la norme NF EN ISO 6892-1 2016.

III.2.3. Traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées

Les éprouvettes AE ont été introduites dans le cadre de l'approche locale de la rupture afin de maitriser le taux de triaxialité. En effet, si on s'appuie sur les dimensions caractéristiques des AE de la fig.III.8, Bridgman [5] explique que le taux de triaxialité au centre des éprouvettes, τ_o est une fonction du diamètre minimal du fût, $\emptyset_o$ et du rayon de l'entaille, R.

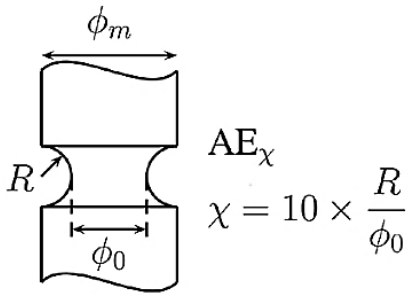


Fig. III.8 : Dimensions caractéristiques de l'entaille des éprouvettes AE par Besson *et al.* 2004 [6].

$$\tau_o = \frac{1}{3} + \ln\left[1 + \frac{\emptyset_o}{4R}\right] \tag{III.7}$$

Au moyen des dimensions des éprouvettes de la fig.III.3, on en déduit que les AE utilisés dans le cadre de cette étude sont des AE_2. Le taux de triaxialité de cette géométrie est estimé à 0.59 au début de l'essai. Puisqu'on ne dispose que d'un seul type d'éprouvette, on parlera simplement d'éprouvette AE. Cette géométrie d'entaille a été sélectionnée sur deux aspects à savoir : disposer d'une distribution des contraintes de traction assez étalée le long du ligament en pointe d'entaille et localiser la déformation plastique au fond de l'entaille. Les AE ont été utilisées pour capter la phénoménologie de propagation ductile en vague (AE_{TGV}) constatée sur éprouvettes Charpy (Chapitre IV) (les résultats sont fournis en Annexe A), puis pour déterminer, par calcul numérique sur des résultats d'essai à -196°C, les contraintes critiques de clivage ; ces derniers résultats seront présentés au Chapitre V. La méthode de dépouillement des essais de traction sur géométrie AE a été détaillée par Tanguy, 2001 [7]. Pour chaque essai, on détermine la déformation moyenne à rupture ε_r et la contrainte axiale moyenne à rupture, σ_r au moyen des expressions III.8 et III.9.

$$\varepsilon_r = 2ln\frac{\emptyset_o}{\emptyset_r} \tag{III.8}$$

$\emptyset_o$ et $\emptyset_r$ sont respectivement le diamètre minimal initial du fût de l'éprouvette et le diamètre minimal à rupture dans la section de l'éprouvette.

$$\sigma_r = \frac{4 \times F_r}{\pi(\emptyset_o - \Delta\emptyset_r)^2} \tag{III.9}$$

Où $\Delta\emptyset_r$ est la réduction de diamètre mesurée à rupture et F_r est la force à rupture.

III.2.4. Traction sur éprouvettes en déformation plane

L'un des objectifs de la thèse est de proposer un modèle de comportement élastoplastique, représentatif des microstructures de référence et applicable au calcul d'éprouvettes de type Charpy. Pour être pertinent, ce modèle doit prendre en compte un état mécanique de déformation plane car ce dernier est proche de celui des éprouvettes de résilience. Les éprouvettes en déformation plane lisse (DPL) ont été introduites pour une meilleure description de la surface de plasticité. Les résultats de ces essais DPL ont été exploités, en parallèle avec ceux des essais sur éprouvettes AL, pour l'identification du modèle de comportement élastoplastique ; les résultats de ces essais seront présentés au Chapitre V en complément avec les résultats de simulation numérique. La géométrie de ces éprouvettes est donnée sur la fig.III.9.

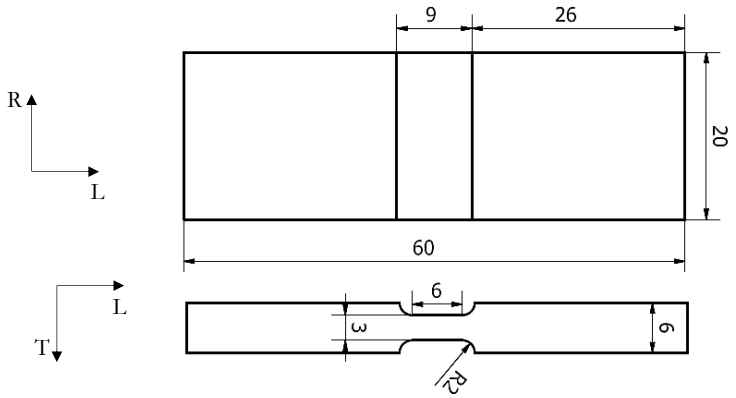


Figure III.9 : Géométrie des éprouvettes DP. Les dimensions données sont en mm.

III.3. Analyse des résultats expérimentaux

III.3.1. Effet de la direction de sollicitation en traction uniaxiale

La connaissance de l'anisotropie du matériau aide au choix du modèle de comportement élastoplastique ; c'est pour cette raison qu'on cherche à l'évaluer dans cette section. La fig.III.10 illustre le prélèvement des échantillons en sens L et T. La fig.III.11 présente les réponses macroscopiques du comportement élastoplastique des six microstructures 130P, 130M, 110P, 110M, 90P et 90M suivant les sens de prélèvement long (L) et travers (T). On rappelle que trois essais ont été réalisés à l'ambiante pour chacune des microstructures, soit 36 essais au total. Les comportements macroscopiques étant reproductibles à ±2% près, on fait le choix de ne présenter qu'une courbe par microstructure.

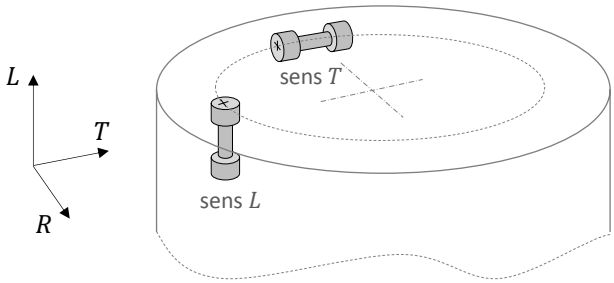


Figure III.10 : Prélèvement des éprouvettes AL_6 dans le sens L et le sens T.

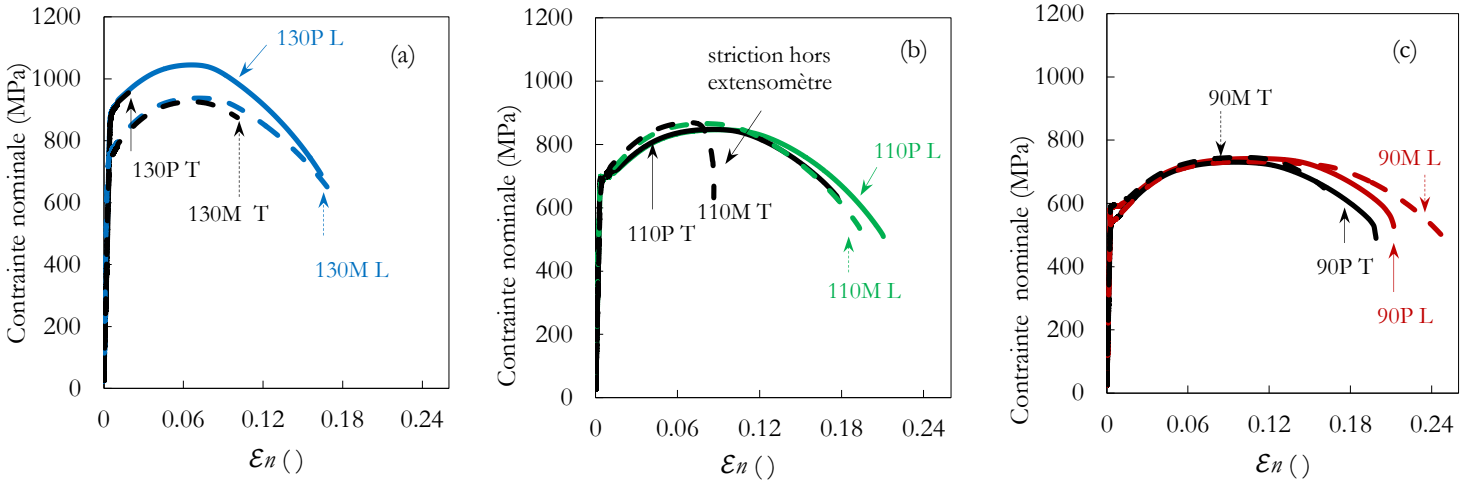


Figure III.11 : Courbes contrainte-déformation des essais AL_6 suivant les directions de sollicitation L et T. Essais réalisés à la température ambiante.

Globalement, pour une microstructure donnée, les réponses macroscopiques se superposent bien entre le sens L et le sens T. On note tout de même quelques particularités suivant les configurations de revenu. Dans la configuration 130ksi (fig.III.10.a), la rupture lors d'une sollicitation dans le sens T se produit plus tôt pour deux essais sur trois et parfois bien avant l'apparition de la striction (130P sens T). Dans les configurations 110ksi et 90ksi, la rupture intervient après la striction et les réponses macroscopiques entre sens L et sens T se superposent bien (fig.III.11.b et fig.III.11.c). Pour comprendre le maillon faible de la microstructure responsable de la rupture prématurée des éprouvettes dans le sens T dans la configuration 130ksi, on illustre sur la fig.III.12 un faciès de rupture du 130P sens T. On y identifie, à plusieurs endroits proches du centre de l'éprouvette, des cupules grossières allongées dans le sens L qui est celui de l'axe de la barre. Dans ces cupules on trouve des inclusions également allongées. Ces derniers sont vraisemblablement responsables des ruptures « prématurées » des essais en sens T. Précisons que les inclusions sont entières, ce qui laisse penser que la cupule allongée se soit formé par décohésion à l'interface inclusion – matrice.

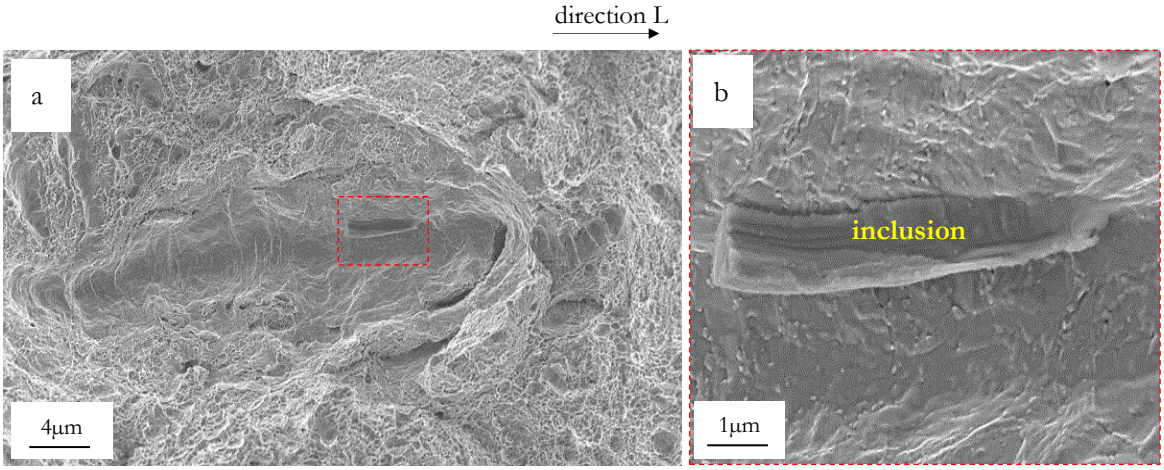


Figure III.12 : Faciès de rupture d'une éprouvette de traction en sens travers, cas du 130P sens T.

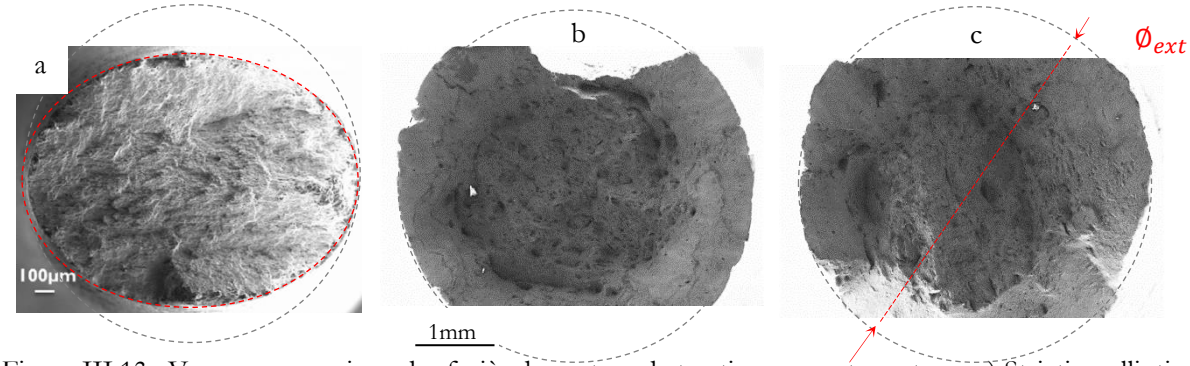


Figure III.13 : Vue macroscopique des faciès de rupture de traction en post-mortem : a) Striction elliptique à 700°C d'un acier 12Cr-ODS [8], b) 130P sens T et c) 130P sens L.

Un autre moyen d'observer l'anisotropie consiste à observer la forme du faciès de rupture en post-mortem. Comme on le voit sur la fig.III.13.a, un matériau anisotrope, cas de l'acier 12Cr-ODS dans Chauhan *et al. 2016* [8], présente en post-mortem un faciès de rupture elliptique, ce qui traduit une direction préférentielle de la déformation diamétrale. Par contre, on peut voir sur les figures fig.III.13.b et fig.III.13.c, que les faciès de rupture des éprouvettes 130P restent sensiblement circulaires qu'on soit en sens L ou T. Précisons que les faciès ne sont pas entiers du fait de la taille des images à ce grandissement au MEB. Les observations relevées ici montrent en particulier que même si les éprouvettes en sens T, dans la configuration 130ksi, cassent plus tôt en déformation, le faciès de rupture reste circulaire. On peut généraliser les observations sur les microstructures issues des configurations 110ksi et 90ksi, puis en déduire que les microstructures de l'étude présentent très peu d'anisotropie, en déformation comme en contrainte. Cette information pertinente orientera le choix du modèle de comportement élastoplastique dans le Chapitre V.

Dans la suite du manuscrit, seul le sens long sera sollicité car c'est celui des pièces de forage *off-shore* en service. Concernant la désignation des éprouvettes, on ne parlera donc plus, de 130P sens T ou 130P sens L, mais simplement de 130P pour désigner une éprouvette 130P prélevée dans le sens L.

III.3.2. Effet de la position de prélèvement (configuration 130ksi)

Dans cette section, on souhaite mettre en lumière les différences de propriétés mécaniques en traction entre microstructures prélevées aux positions P et M. On s'attardera sur les microstructures de la configuration 130ksi, afin de souligner les différences en termes de résistance et de ductilité dans la configuration de référence.

En combinant la fig.III.11.a et les données du tableau III.1 pour ces deux microstructures, on peut voir qu'à l'état de référence, le 130P est globalement plus résistant que le 130M. Un écart proche de 200MPa est observé, autant pour la limite d'élasticité que pour la résistance maximale en traction. Cependant, le rapport des contraintes exprimé au moyen de l'expression III.10 est proche de 0.8 : il est indépendant de la position de prélèvement. On a vu dans le Chapitre II que pour la configuration 130ksi, le niveau de désorientations locales sur les cartographies KAM est plus important sur le 130P comparé au 130M. De plus, entre ces deux microstructures, la bainite supérieure présente dans la microstructure 130M est également une entité microstructurale qui marque leur différence. Pour les aciers à 0.4% C ayant et de microstructure mixte martensite et bainite supérieure, Tomita *et al.* 1985 [9] montre que leur niveau de résistance diminue considérablement lorsque la fraction des paquets de bainite supérieure augmente dans la martensite. Les mêmes observations sont rapportés par Tomita, 1994 [10] pour un acier AISI 4340 et par Abbaszadeh *et al.* 2012 [11] pour un acier D6AC. En complément de ces informations, pour les microstructures de type martensite + bainite inférieure, on assiste dans un premier temps, avec l'augmentation de la fraction de bainite inférieure, à une augmentation de la limite d'élasticité d'environ 50MPa jusqu'à 30% de bainite inférieure. Au-delà de 30% de bainite

inférieure, la limite d'écoulement diminue. Pour les aciers trempés-revenus 4340 [9], on constate que 6% de bainite inférieure augmente le $R_{p0.2}$ d'environ 20MPa seulement, alors que 15% de bainite supérieure font chuter le $R_{p0.2}$ d'environ 100MPa. On a également vu au Chapitre II que la distribution de la taille des carbures est proche entre microstructures 130P et 130M. Au vu des observations et analyses précédentes, on peut suggérer que :

- Le 130P → martensite + traces de bainite inférieure peut être assimilé à une microstructure 100% martensitique du point de vue son comportement élastoplastique, puisque la fraction de bainite inférieure n'a qu'une contribution attendue de l'ordre de 2% sur la limite d'écoulement.

- Du fait de la baisse de plus de 17% du $Rp_{0.2}$ pour le 130M (martensite + [0 - 20]% bainite), on peut confirmer que la bainite formée est majoritairement de type bainite supérieure, et que c'est cette dernière qui est responsable, au premier ordre, du moindre niveau de résistance du 130M. L'effet du niveau de désorientation locale évoqué au Chapitre II pour la martensite est relégué au second ordre.

$$n_R = \frac{Rp_{0.2}}{Rm} \tag{III.10}$$

Tableau III.1 : Récapitulatif des propriétés mécaniques des essais de traction à l'ambiante sur éprouvette AL. Essais réalisés suivant le sens L. Les intervalles indiquent la dispersion des mesures sur 3 essais. Les écarts relatifs sont calculés par rapport à la configuration 130ksi

Revenus	T1 (600°C – 3h)		T2 (690°C et 665°C – 1h)			T3 (720°C – 4h)		
Propriétés mécaniques à l'ambiante	130ksi		110ksi			90ksi		
	130P	130M	110P		110M	90P		90M	
$Rp_{0.2}$	907 ±10	756 ±3	678 ±47	**-25%**	687 ±22	**-9%**	590 ±2	**-35%**	547 ±2	**-28%**
Rm	1050 ±7	937 ±2	835 ±28	**-20%**	865 ±15	**-8%**	748 ±8	**-29%**	732 ±1	**-22%**
n_R	0.86	0.80	0.81		0.79		0.80		0.75	
$A_{\%}$	16 ±0	17 ±0.6	21 ±0.8	**+31%**	19 ±0.1	**+12%**	20 ±2	**+25%**	26 ±1.6	**+52%**
$Z_{\%}$	62 ±0	64 ±1	70 ±0	**+13%**	68 ±1	**+6%**	61 ±6	**+6%**	63 ±5	**+1.5%**

Au niveau des paramètres de ductilité, les différences, entre microstructures 130P et 130M sur l'allongement total à rupture, $A_{\%}$ d'une part, puis le coefficient de striction $Z_{\%}$ d'autre part sont inférieures à 6%. On a vu au Chapitre II que les inclusions sont plus nombreuses, en taille et en nombre, au prélèvement M par rapport au P, il semble qu'elles n'aient pas d'effet sur les paramètres de ductilité pour les essais dans le sens L.

En conclusion, les configurations 110ksi et 90ksi obtenues par revenus additionnels ne partent pas du même état de référence. Du fait d'un écart de niveau de résistance entre

microstructures P et M, dû entre autre à la présence de bainite supérieure dans le 130M. Dans la section suivante, on verra comment, partant d'un écart important entre 130P et 130M, les revenus additionnels ont affecté le comportement élastoplastique entre microstructures de la même configuration de revenu.

III.3.3. Effet de la température de revenu

La configuration 130ksi est la référence à partir de laquelle on évalue l'effet de la température de revenu sur les propriétés en traction des configurations 110ksi et 90ksi. Les analyses s'appuient sur le tableau III.1. Dans la même table, les pourcentages de couleurs rouge et vert indiquent respectivement la diminution ou l'augmentation du paramètre considéré par rapport à sa référence.

Configuration 110ksi

On a vu que les revenus T2 ont été réalisés pendant 1h aux températures 690°C et 665°C, respectivement pour les microstructures 110P et 110M. Dans le tableau III.1, les niveaux de contraintes et de déformation caractéristiques de l'essai de traction sont assez proches entre ces deux microstructures ; ce qui suggère que l'objectif recherché (harmoniser notamment les limites d'élasticité entre 110P et 110M) a été atteint. En comparaison avec son état de référence, le revenu à 690°C (110P) a entraîné une diminution de 25% du $R_{p0.2}$ et un gain de 13% sur la capacité de ductilité, représenté ici par la striction. Ces diminutions sont plus marquées que celles du 110M (-9% sur le $R_{p0.2}$ et +6% sur $Z_{\%}$). Partant d'un écart de 200MPa en limite d'élasticité entre 130P et 130M, on dispose ici de deux microstructures 110P et 110M ayant globalement le même niveau de résistance. On a vu dans la section III.3.2 que de toutes les entités microstructurales pouvant affecter le $R_{p0.2}$ pour ces aciers trempés revenus, la bainite supérieure est du premier ordre. Le $R_{p0.2}$ étant le même entre 110P et 110M, la précédente analyse ne nous aide pas dans ce cas, puisque la bainite supérieure, peu sensible au revenu est toujours présente dans le 110M. Dans le Chapitre II, on a vu qu'en dehors du niveau de restauration des dislocations dans la martensite de référence (130P), aucune différence majeure ne se dégage sur les autres mesures quantitatives des entités microstructurales entre 110P et 110M, y compris pour la distribution de la taille de la taille de la cémentite. Au vu des éléments à disposition, on peut supposer que l'harmonisation du $R_{p0.2}$ résulte d'un effet marqué du revenu sur le 110P et que ce dernier découle de la restauration de la martensite.

Configuration 90ksi

Dans cette configuration, on rappelle que le revenu T3 (720°C – 4h) a été appliqué sur les ébauches initialement 130P et 130M. Dans le tableau III.1 et sur la fig.III.14.a, le 90P est globalement plus résistant que le 90M. Il semble qu'à revenu équivalent entre P et M, la hiérarchie du niveau de résistance tend à se conserver. Comme on l'a vu plus haut pour le 110ksi, l'effet du revenu est plus marqué sur les propriétés mécaniques du 90P par rapport au 90M. On note par

rapport à la référence, une diminution de 35% du $R_{p0.2}$ sur le 90P, alors qu'elle est seulement de 27% pour le 90M. On relève également une amélioration significative de $A_{\%}$ de 52% sur le 90M. Cependant, on voit que l'écart du $R_{p0.2}$ entre 90P et 90M est moins marqué (autour de 40MPa), contre environ 200MPa pour la configuration 130ksi. Ce rapprochement indique que le revenu T3 a, en partie, « gommé » le contraste mécanique entre martensite et bainite dans la microstructure 90M, en formant une martensite très restaurée qui reste, mécaniquement, très proche de celle du 90P. A ce niveau, on peut envisager deux explications complémentaires pour soutenir que le 90P reste plus résistant que le 90M :

- Le 90P a gardé en mémoire le caractère résistant de l'ex-martensite, avec notamment sa structure en lattes, plus fine que celle des paquets de bainite, et le niveau important des fortes désorientations locales de sa référence (130P).
- Les carbures M_3C ayant coalescé aux joints de lattes de bainite supérieure (90M) sont encore plus grossiers et plus distants les uns des autres que ceux du 90P.

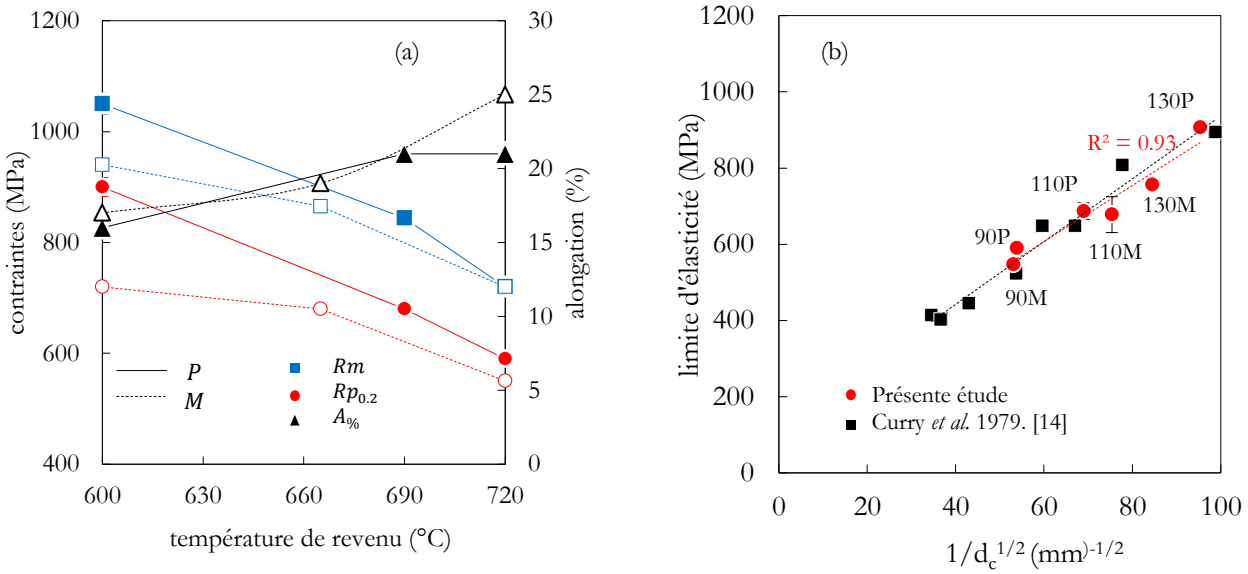


Figure III.14 : a) Evolution des propriétés en traction avec la température de revenu ; b) évolution de la limite d'élasticité avec la distance entre carbures.

Au final, pour une configuration donnée, l'effet du revenu sur les propriétés mécaniques est plus marqué sur les microstructures P que sur les microstructures M. A une position de prélèvement donnée, comme indiqué sur la fig.III.14.a, on confirme que l'augmentation de la temperature de revenu entraîne la baisse de $R_{p0.2}$, de R_m et une augmentation sensible de $A_{\%}$. Le paramètre de striction n'est pas représenté car il semble peu sensible au revenu. En fait, ces tendances (fig.III.14.a) sont connues pour les aciers trempés et revenus. Des résultats ont été rapportés dans la littérature par Gojic *et al.* 1998 [1], Salemi *et al.* 2008 [12], Tariq *et al.* 2012 [2]

respectivement sur des aciers faiblement alliés de base Cr et CrMo [1], des aciers ultrarésistants de type NiCrMoV [13] et des aciers SiMnCrMo [2]. La diminution des paramètres de résistance mécanique est due à l'évolution, à différentes échelles, des éléments tels que : la restauration plus poussée des dislocations et la disparition de certains joints de lattes faiblement désorientés à l'échelle submicrométrique, puis au début de recristallisation de la martensite tel qu'observé pour la configuration 90ksi dans le Chapitre II. On peut aussi noter, l'échelle micrométrique, l'augmentation de la taille des carbures et de la distance intercarbures. Concernant cette dernière, on peut voir sur la fig.III.14.b que la limite d'élasticité $R_{p0.2}$ est une fonction linéaire de l'inverse de la racine carrée de la distance intercarbures d_c. L'augmentation de la température de revenu a modifié l'état de précipitation des carbures, en les rendant de plus en plus éloignés les uns des autres, d'où une mobilité plus grande des dislocations et une diminution de la résistance.

Pour aller plus loin sur l'analyse de l'effet du revenu sur les propriétés des microstructures étudiées en traction, nous nous sommes penchés, dans la section suivante, sur l'analyse fractographique et l'étude de l'endommagement sur coupes polies. Rappelons que le Chapitre IV sera entièrement dédié à l'étude des propriétés à rupture, l'idée ici est de dégager les premiers éléments de compréhension de l'éffet du revenu sur le mécanisme de rupture, d'après les essais conventionnels de traction.

III.3.4. Effet de la température de revenu sur la rupture et l'endommagement en traction

On a vu dans la section précédente que pour un prélèvement donné, le revenu a eu un effet marqué sur les propriétés en traction. Dans cette section on souhaite comprendre comment l'augmentation de la température de revenu a affecté la physique de la rupture et comprendre le rôle joué par les entités microstructurales. Pour simplifier l'étude, on s'est affranchi de l'effet bainite supérieure présente dans les microstructures M en s'intéressant uniquement aux microstructures du prélèvement P.

La fig.III.15 présente un faciès de rupture typique des microstructures étudiées (illustration du 110P). Précisons que la forme macroscopique du faciès est similaire pour les 130P et 90P. Il s'agit de faciès en biseau en forme de « *cône et coupelle* », avec une zone centrale plate et les bords des lèvres inclinés. La zone centrale est celle où l'amorçage s'est produit, au voisinage du centre de l'éprouvette, lieu de fortes tensions hydrostatiques. Dans cette zone, on y identifie des cupules, montrant un mécanisme de rupture ductile avec des cupules grossières (fig.III.15.a), indiquées par des flèches jaunes, de taille supérieure à 0.5µm. Des inclusions ont été identifiées à l'intérieur de ces cupules (fig.III.15.c). On constate que ces cupules grossières ne se « voient » pas (fig.III.15.b) : elles semblent ne pas avoir interagi mécaniquement ! En fait, les cupules grossières sont comme dans des « champs » de cupules plus fines ayant germé sur des particules de cémentite (fig.III.15.d).

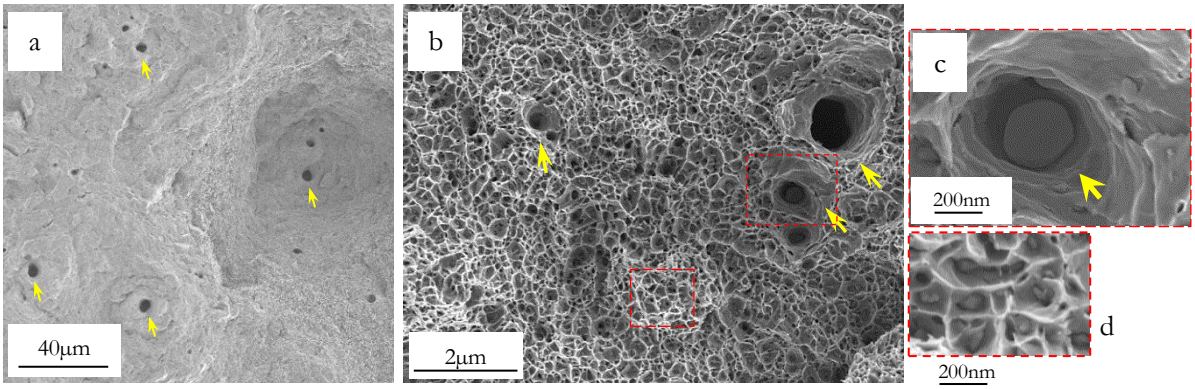


Figure III.15 : Portion d'un faciès de rupture au MEB-FEG d'une éprouvette de traction AL_6 , cas du 110P. a) Distribution des cupules fines et grossières sur le faciès de rupture, b) zoom sur les cupules fines, c) Inclusion à l'intérieur d'une cupule grossière et d) Cémentite à l'intérieur des cupules fines. Les flèches jaunes indiquent les cupules grossières apparues sur des inclusions.

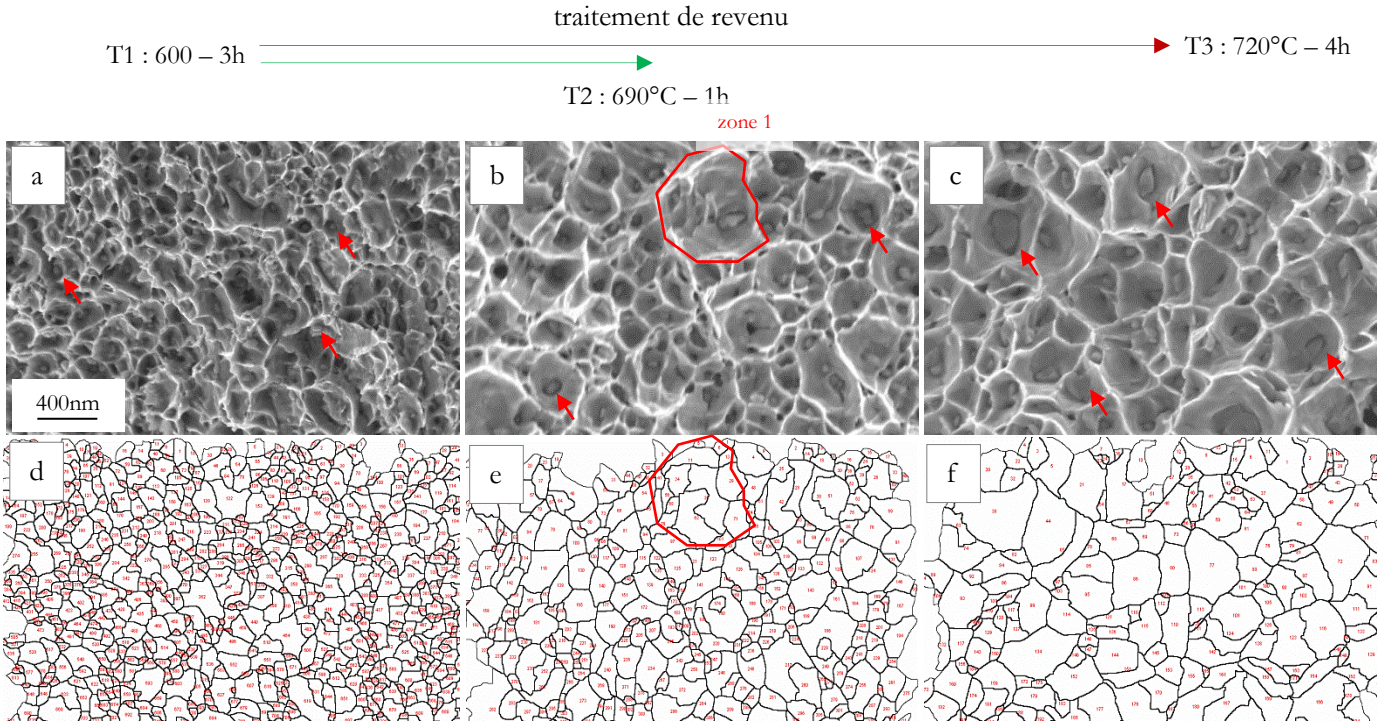


Figure III.16 : Faciès de rupture au MEB-FEG et en électrons secondaires des éprouvettes de traction AL_6 à l'ambiante et seuillages par traitement d'image correspondants a) et d) 130P, b) et e) 110P, puis c) et f) 90P.

Les observations renvoient à un mécanisme « dual » de la rupture ductile tel que reporté par Curry *et al.* 1979 [14]. En effet, au cours du chargement, lorsque le mécanisme de rupture ductile prend corps, il se produit dans un premier temps une germination puis une croissance de cavités au voisinage des inclusions. Seulement, la fraction de carbures étant de très loin plus importante que celle des inclusions, les carbures vont, dans une seconde phase prendre le relais sur le mécanisme de rupture ductile. On a estimé à plus de 90% la fraction de cupules fines sur le faciès de rupture. On en déduit que ce sont ces dernières qui pilotent le mécanisme de rupture ductile lors des essais de traction sur AL_6.

Une étude quantitative de mesure de la taille des cupules fines a été réalisée. Au moins six images de taille 1024 × 768 pixels de grandissement ×20.000 ont été prises de manière aléatoire sur le faciès de chacune des éprouvettes et en restant au voisinage du centre, zone où la tension hydrostatique est plus importante et dont on estime que la répartition des cupules est représentative du mécanisme de rupture ductile. Les cupules ont été mesurées de manière automatique au moyen des options de seuillage et de partition des images du logiciel ImageJ. La fig.III.16 montre les cupules pour chacune des microstructures (fig.III.16. (a) (b) (c)) et les résultats du traitement d'images après seuillage des images MEB (fig.III.16. (d) (e) (f)) et correspondant aux microstructures 130P, 110P et 90P. Il est envisageable que la segmentation des cupules induise des erreurs, avec notamment plus de contours détectés par rapport à la réalité. Pour améliorer la qualité de la mesure, les images ont été prises avec un niveau de contraste qui fasse bien apparaître les contours des cupules. Plus de 1000 cupules ont été mesurées par microstructure. La plus petite cupule mesurée a une taille proche de 40nm, soit environ 6 pixels.

Les résultats de l'analyse de la taille des cupules fines estimée en diamètre de cercle équivalent (du fait de leur forme plutôt équiaxe) sont présentés sur la fig.III.17. Il n'a pas été évident de trouver un protocole unique pour les trois microstructures pour la détection des contours des cupules. La zone 1 est une illustration de cette difficulté de comptage du logiciel d'analyse d'images. Il semble que le logiciel détecte même les cavités formées dans les premiers stades de l'endommagement ductile, surtout sur les faciès denses en cavités (microstructures 130P et 110P). Ce constat suggère que les résultats obtenus contiennent des erreurs que nous allons cependant négliger puisqu'on s'intéresse uniquement aux grandes tendances macroscopiques. Au regard des résultats de la fig.III.17, la distribution de la taille des cupules est unimodale, comme celle de la taille des carbures, ce qui traduit qu'on dispose d'une taille principale de cupules. Cette distribution s'ajuste bien avec une loi log-normale, dont les paramètres sont fournis sur la même figure. La taille moyenne des cupules augmente avec la température de revenu, cette augmentation est estimée à plus de 80% lorsque l'on va du 130P (T1 : 600°C) au 90P (T3 : 720°C).

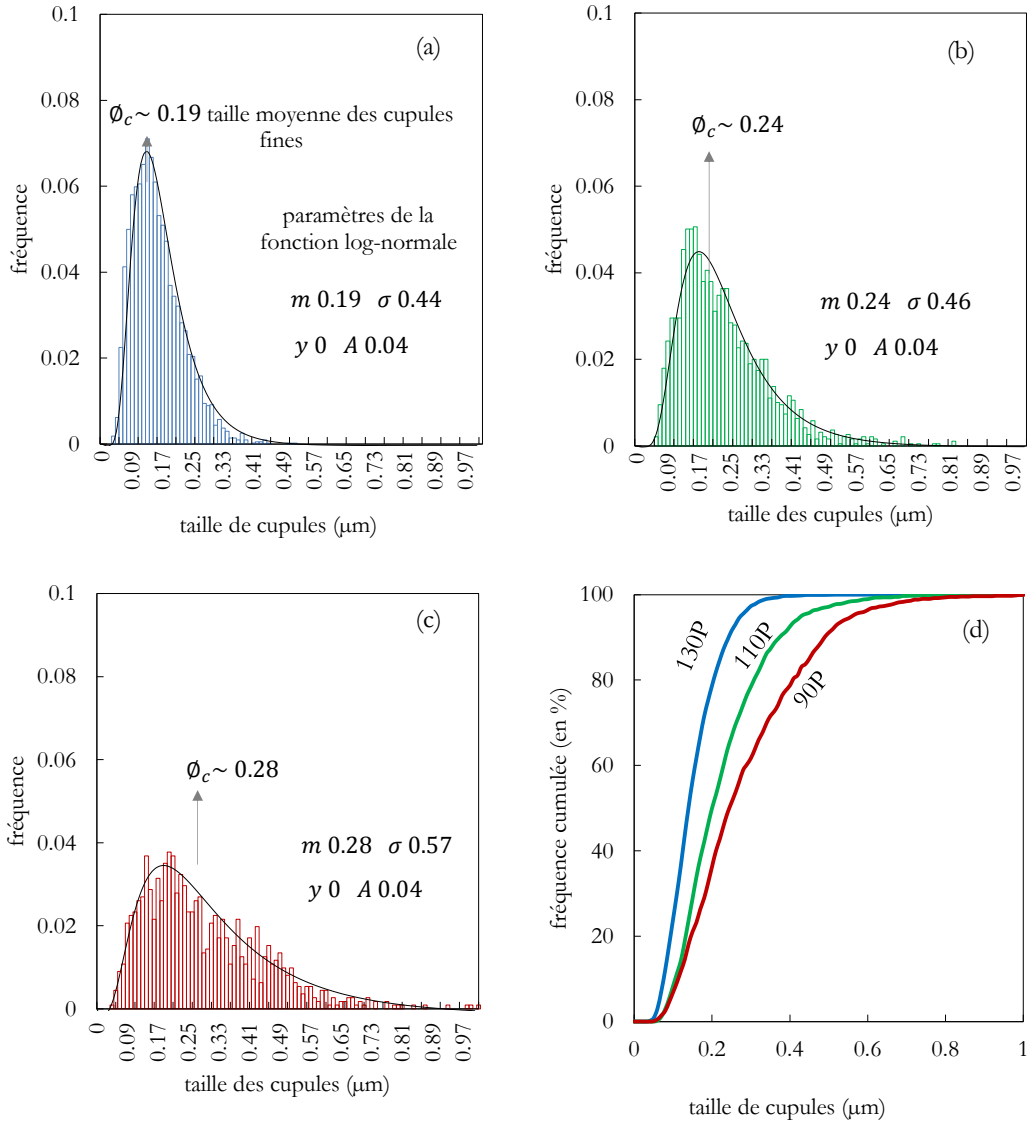


Figure III.16 : Distribution de la taille des cupules mesurée en diamètre de cercle équivalent et ajustement log.normal pour les microstructures 130P a), 110P b), 90P c). Présentation des résultats en probabilités cumulées expérimentales d).

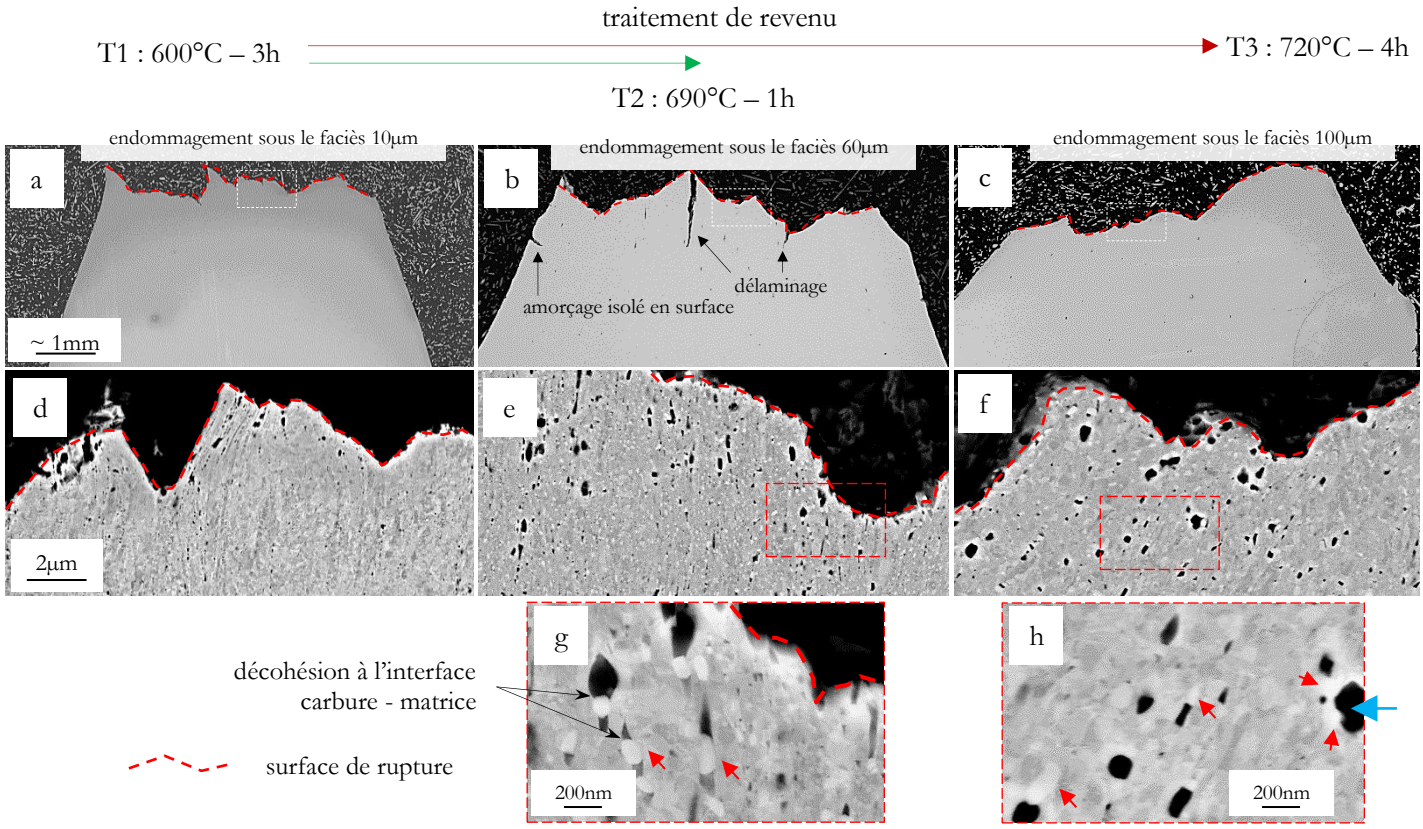


Figure III.18 : Endommagement sur coupe polie des microstructures a) et d) 130P, b) e) g) 110P et c) f) h) 90P. Les flèches rouges indiquent de la cémentite et la flèche bleue pointe une cavité.

Comme on l'a signalé au Chapitre I, on a voulu vérifier si la formation des cavités est faite par décohésion à l'interface entre matrice et carbures ou par rupture des carbures. Cette information est importante car elle guide le choix du modèle d'endommagement ductile. Des coupes polies des éprouvettes AL_6 ont été préparées en cinq étapes : (1) découpe avec précision perpendiculairement du faciès de rupture à la micro-tronçonneuse, (2) enrobage des échantillons avec une résine conductrice, (3) polissage des échantillons sur papier abrasif SiC jusqu'au grade 1200µm, puis sur pate diamantée jusqu'au grade 1µm, (4) polissage à l'OPS sur drap à 0.25µm pendant 30 min et (5) observation au MEB-FEG en mode électrons rétrodiffusés. Les images de l'endommagement des trois microstructures sont présentées sur la fig.III.18. Sous le chemin de propagation de la fissure macroscopique, on fait les quatre observations majeures suivantes :

- Il s'est formé des cavités de taille inférieure à 100nm pour le 130P, proche de 200nm pour le 110P et le 90P (fig.III.18. (a) (b) (c)). Ces cavités sont préférentiellement allongées suivant la direction de traction (quand elles sont allongées) et elles tendent à être équiaxes sur le 90P.

- Les cavités conservent la même densité en dessous de la fissure macroscopique sur environ 10µm, 60µm et 80µm respectivement pour les microstructures 130P, 110P et 90P. Cette distance peut aller jusqu'à 1mm pour des matériaux qui présentent beaucoup d'endommagement, c'est le cas des aciers DP600 [15].
- La formation des cavités s'est faite vraisemblablement par décohésion de l'interface carbure M_3C – martensite. Sur les fig.III.18.g et fig.III.18.h, il est envisageable que cette décohésion se fasse préférentiellement le long des joints de lattes de martensite. On a vu dans le Chapitre II que les carbures grossiers sont davantage aux joints de lattes pour le 130P, alors que dans les configurations 110P et 90P, il ne reste plus que des carbures aux joints de lattes. C'est donc sans doute la présence de carbures grossiers aux joints de lattes qui justifient la décohésion aux joints de lattes. Cette décohésion peut entrainer un délaminage par rattrapage des cavités le long des joints de lattes (fig.III.18.b).
- Tel qu'indiqué par la flèche « bleue » sur la fig.III.16.h, on peut s'attendre à des cupules contenant plus d'un carbure M_3C.

L'augmentation de la température de revenu, en plus d'avoir entraîné la diminution du niveau de résistance, a modifié la physique de l'endommagement ductile observé sur le 130P, 110P et le 90P, avec un endommagement plus localisé sous le faciès du 130P ; il s'étend plus loin dans l'éprouvette pour le 110P et le 90P. L'évolution qu'on observe sur la physique de l'endommagement résulte probablement d'une combinaison entre l'adoucissement des microstructures avec l'augmentation du revenu et grossissement des carbures M_3C. Ce qui a eu pour effet d'augmenter le contraste mécanique entre carbures M_3C et martensite. Or la géométrie des éprouvettes étant la même, on peut considérer que la tension hydrostatique l'est sensiblement aussi à un rayon d'entaille prêt. C'est donc la capacité de déformation plastique, plus importante quand le revenu augmente, qui a sans doute facilité la germination de cavités par cisaillement de l'interface carbure – matrice d'où une formation plus aisée des dernières dans la microstructure 90P. En plus de la température de revenu, on verra dans la section suivante comment la température d'essai influence le comportement élastoplastique.

III.3.5. Effet de la température d'essai sur le comportement en traction

Seules les microstructures 130P, 110P et 90P ont fait l'objet de cette étude pour les mêmes raisons qu'évoquées dans la section III.3.4. Le domaine de température visé va de -100°C à +80°C, par intervalles de 20°C afin de balayer une gamme suffisante de températures autour de la transition ductile-fragile en résilience. Les résultats des essais à -196°C ont été rajoutés. Les essais retenus ont été réalisés à six températures pour le 130P, quatre pour le 110P et cinq pour le 90P. Cette différence s'explique avec le nombre réduit d'éprouvettes disponibles par microstructure, à savoir une par condition. On était donc contraint de ne pas pouvoir reproduire certains essais dont les courbes étaient jugées inexploitables, ce qui a limité d'autant les données réellement disponibles. Par conséquent, on analysera les grandes tendances des paramètres du comportement pré et post - striction.

Sur la fig.III.19. (a) (b) (c), on donne l'évolution des propriétés mécaniques $Rp_{0.2}$, Rm et n. La limite d'élasticité et la résistance maximale en traction ont été ajustées avec une fonction exponentielle décroissante donnée par l'expression III.11, dans laquelle T représente la température en °C. Ce type de fonction a également été utilisée pour les mêmes conditions par Tanguy, 2001 [7] et Tankoua, 2015 [16]. Les paramètres à ajuster sont σ, a et b.

$$R_{(i)}(T) = \sigma_i + a_i e^{b_i T} \quad \text{avec} \quad i = p_{0.2}, m \tag{III.11}$$

traitement de revenu microstructures P

T1 :600°C – 3h

T2 : 690°C – 1h

T3 : 720°C – 4h

	$Rp_{0.2}$	Rm
$\sigma\ (MPa)$	855	962
$a(MPa)$	22	73
$b(°C^{-1})$	−0.02	−0.01

	$Rp_{0.2}$	Rm
$\sigma\ (MPa)$	687	780
$a(MPa)$	16	60
$b(°C^{-1})$	−0.002	−0.01

	$Rp_{0.2}$	Rm
$\sigma\ (MPa)$	572	688
$a(MPa)$	12	37
$b(°C^{-1})$	−0.02	−0.01

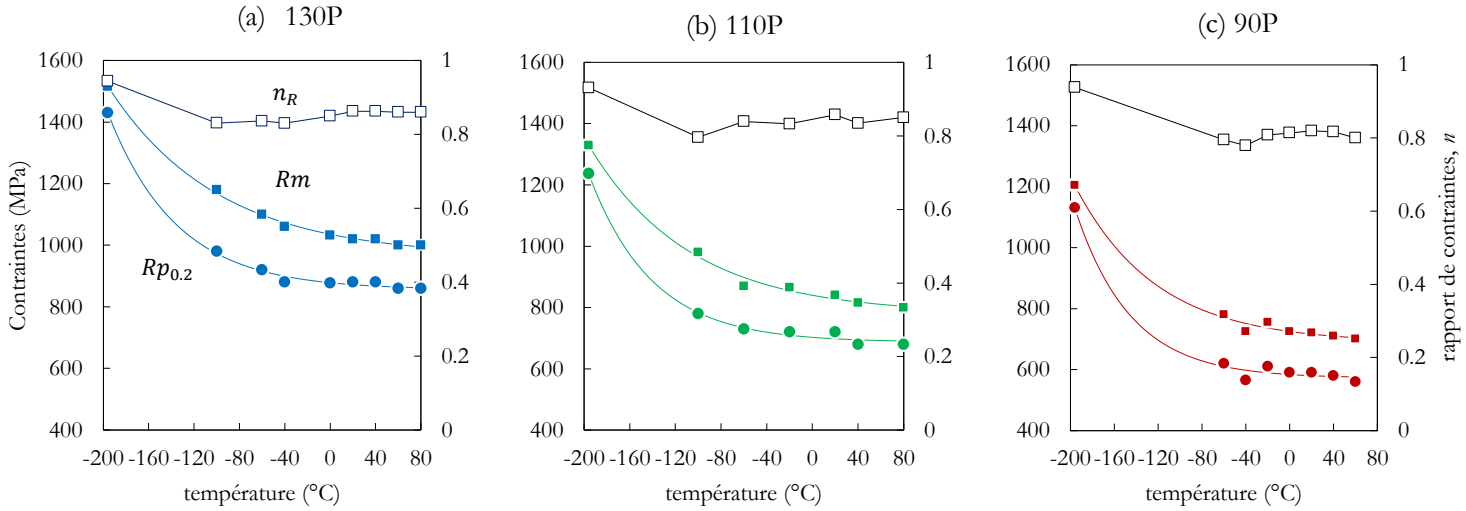


Figure III.19 : Effet de la température d'essai sur les propriétés mécaniques $Rp_{0.2}$, R_m , n_R .

Pour les trois microstructures, les paramètres de résistance $Rp_{0.2}$ et Rm baissent de moitié lorsqu'on augmente la température d'essai de -196°C à -40°C. Entre -40°C et +80°C, ces paramètres varient très peu (à ±20MPa près), ce qui traduit l'atteinte du plateau athermique.

Cependant, il semble que les trois microstructures ont une faible capacité d'écrouissage à -196°C, avec un rapport de contrainte $^{Rp}/_{Rm}$ proche de 0.9, qui s'améliore à 0.8 à partir de -120°C.

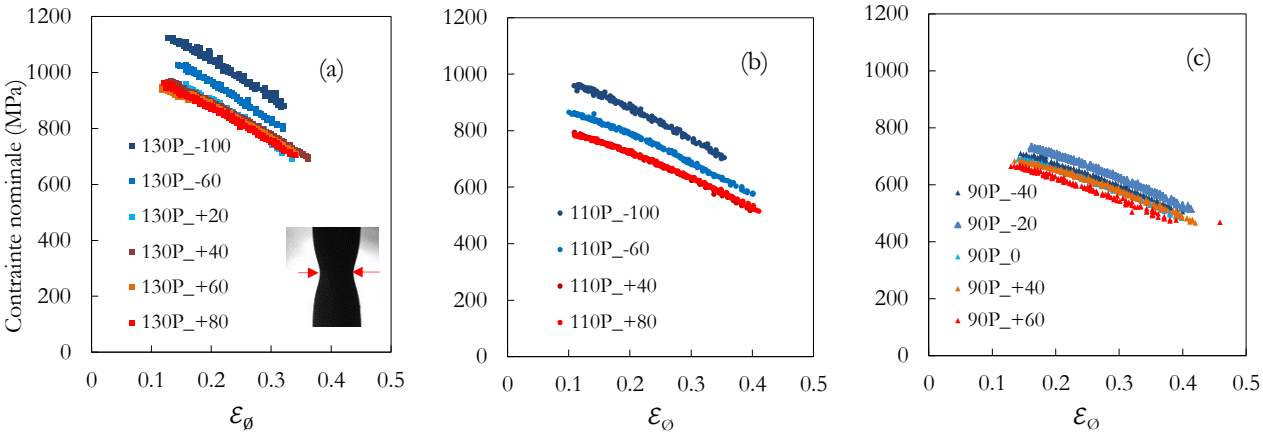


Figure III.20 : Effet de la température d'essai sur le comportement post-striction pour les microstructures a) 130P, b) 110P puis c) 90P.

Au-delà de la striction, sur les fig.III.20. (a) (b) (c), on remarque que toutes les courbes de réduction de diamètre ont une pente similaire, quelle que soit la température d'essai. Il semble que lors de la sollicitation dans le sens long, l'évolution de la diminution de diamètre soit indépendante des températures d'essai et de revenu. Pour les trois microstructures, le comportement post-striction est réparti en deux phases : de -100°C à -40°C, où on observe un décalage « en escalier » de la courbe, puisqu'elles sont parallèles et non confondues, puis à partir de -40°C, où le plateau athermique est atteint, les courbes de réduction de diamètre se superposent pour toutes les températures d'essai.

Pour résumer, le plateau athermique des microstructures 130P, 110P et 90P s'étend de -40°C à +80°C. Cette plage est à la fois indépendante de la température de revenu et la température d'essai : le plateau athermique semble intrinsèque à l'acier d'étude. Dans cette même plage de température, pour une microstructure donnée, l'évolution des paramètres de résistance et de la diminution de diamètre sont très proches. Même si des études similaires n'ont pas été réalisées pour le 130M, le 110M et le 90M, il est envisageable que les observations faites dans cette partie soient généralisables sur ces derniers mais sur une plage de température éventuellement différente du fait de la bainite supérieure.

III.3.6. Effet de la vitesse de sollicitation

On a choisi d'étudier cet effet sur les microstructures de référence, à savoir le 130P et le 130M pour mettre en relief l'effet du prélèvement sur la sensibilité à la vitesse. On rappelle que les essais ont été réalisés à trois vitesses de déformation visées : $1s^{-1}$, $10s^{-1}$ et $100s^{-1}$. On disposait de six éprouvettes, soit une par vitesse pour chacune des deux microstructures. Au terme des essais

de traction rapide, l'évolution de la déformation nominale avec le temps permet d'estimer la vitesse de sollicitation effective $\dot{\varepsilon}_{eff}$ sur le fût de l'éprouvette, c'est l'illustration de la fig.III.21. Cette courbe, à deux pentes, donne respectivement la vitesse de sollicitation dans la phase d'accélération et la vitesse d'essai. On peut voir que même si la consigne du vérin a été imposée à $1s^{-1}$, la vitesse effective sur le fût de l'éprouvette est $1.18s^{-1}$. C'est cette dernière que nous porterons sur les résultats. On reporte dans le tableau III.2 les valeurs de vitesse de sollicitation effective. Globalement, à basse vitesse de sollicitation imposée sur le vérin ($1s^{-1}$), la vitesse effective sur l'éprouvette est du même ordre de grandeur que celle visée. Mais au-delà, on observe de manière inexpliquée, une augmentation de la vitesse effective à $18s^{-1}$ et une baisse, quasiment de moitié, autour de $60s^{-1}$ lorsque les vitesses visées sont respectivement $10s^{-1}$ et $100s^{-1}$.

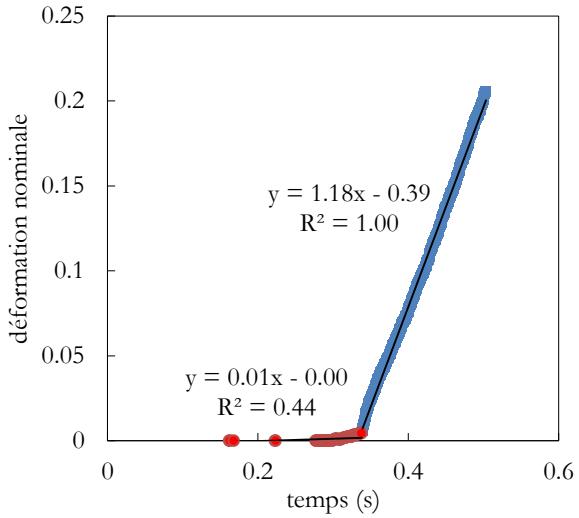


Figure III.21 : Evolution de la déformation nominale avec le temps lors des essais de traction rapide : cas de l'de l'essai réalisé à $1s^{-1}$ sur le 130M.

Les courbes contrainte – déformation et contrainte – réduction de diamètre sont données sur les figures fig.III.22. Les deux courbes de comportement en quasistatique ont été rajoutées pour souligner l'effet de la vitesse de sollicitation pour l'ensemble des conditions testées. Pour les deux microstructures (fig.III.22.a et fig.III.22.b), on note une sensibilité positive à la vitesse qui se manifeste par une augmentation de la contrainte avec la vitesse de sollicitation. Cette augmentation est classique pour les aciers, elle a été reportée par B. Tanguy, 2001 [7] sur des aciers de cuve de réacteur sous pression 16MND5, par Peng *et al.* 2015 [17] sur des aciers inoxydables austénitiques 304, Khalifeh *et al.* 2018 [18] sur des aciers 0.1C et 0.2C et par Sanborn *et al.* 2017 [19] sur des aciers A572 et 4140. Toutefois, au-delà de $1s^{-1}$, les paramètres de résistance semblent peu sensibles à la vitesse de sollicitation dans la gamme des vitesses des essais réalisés. On voit notamment dans le tableau III.2 qu'une augmentation jusqu'à plus de 50 fois de la vitesse de sollicitation améliore en moyenne de +10% les paramètres de résistance. Pour le cas de la

limite d'élasticité, elle augmente respectivement de 100MPa et 76MPa pour les microstructures 130P et 130M pour une vitesse de sollicitation maximale d'environ 60 s^{-1}. Sur des nuances de microstructure martensitiques de type 4140, voisines du 130P, les résultats de Sanborn *et al.* 2017 [19] montrent qu'il faut aller jusqu'à 3000s^{-1} pour atteindre une augmentation de +28% (~200MPa) du $Rp_{0.2}$. L'effet de la vitesse de sollicitation sur les aciers 4140 de microstructure martensite et bainite supérieure n'est pas reporté dans la littérature. On peut voir sur la fig.III.22.c que sur le 130M, les paramètres de résistances sont insensibles à la vitesse rapide au-delà de 1s^{-1}. On sait que lors des essais à vitesse élevée, la viscosité (durcissante) et l'échauffement local (adoucissant) sont en compétition vis-à-vis de la contrainte d'écoulement. Puisque l'effet durcissant semble être atténué, on émet ici l'hypothèse que pour les microstructures 130M, c'est l'échauffement local qui est responsable de cette moindre sensibilité aux vitesses de sollicitation supérieures à 1s^{-1}. On approfondira cet aspect avec les résultats des mesures thermiques dans la section III.3.6.

Tableau III.2 : Evolution des propriétés en traction avec la vitesse de sollicitation visée ($\dot{\varepsilon}$) et éffective ($\dot{\varepsilon}_{eff}$).

	$\dot{\varepsilon}\ (s^{-1})$	$\dot{\varepsilon}_{eff}\ (s^{-1})$	$Rp_{0.2}\ (MPa)$	$Rm\ (MPa)$	n	$A_{\%}$	$Z_{\%}$
130P	10^{-3}	-	907 ±10	1050 ±7	0.86	16 ±0	62 ±0
	1	1.2	960 **+6%**	1080 **+2%**	0.89	22 **+38%**	60 **-3%**
	10	18	960 **+6%**	1110 **+6%**	0.86	22 **+38%**	58 **-6%**
	100	63	1000 **+11%**	1140 **+8%**	0.88	24 **+50%**	60 **-3%**
130M	10^{-3}	-	756 ±3	937 ±2	0.81	17 ±0.6	65 ±1
	1	1.2	810 **+2%**	992 **+6%**	0.82	20 **+18%**	61 **-6%**
	10	18	810 **+2%**	1003 **+10%**	0.81	22 **+29%**	61 **-6%**
	100	68	830 **+4%**	1023 **+13%**	0.81	22 **+29%**	60 **-7%**

Au-delà de la charge maximale, les paramètres de ductilité $Z_{\%}$ et $A_{\%}$ présentent des sensibilités faibles à la vitesse rapide. Il semble que la réduction de diamètre soit insensible envers la vitesse de sollicitation (fig.III.21.b et fig.III.21.d). Cet aspect est mal connu dans la littérature et rend ces résultats intéressants, d'autant plus que la sensibilité à la vitesse guide également le choix du modèle de comportement élastoplastique. La striction $Z_{\%}$ est également peu sensible à la vitesse (tableau III.2), ce qui est en accord avec les courbes de réduction de diamètre fig.III.21.b et fig.III.21.d. On a vu dans la section précédente que dans le domaine athermique, l'évolution de la réduction de diamètre avec la contrainte axiale moyenne est indépendante des températures de revenu et d'essai ; cette indépendance se prolonge ici sur la vitesse de sollicitation.

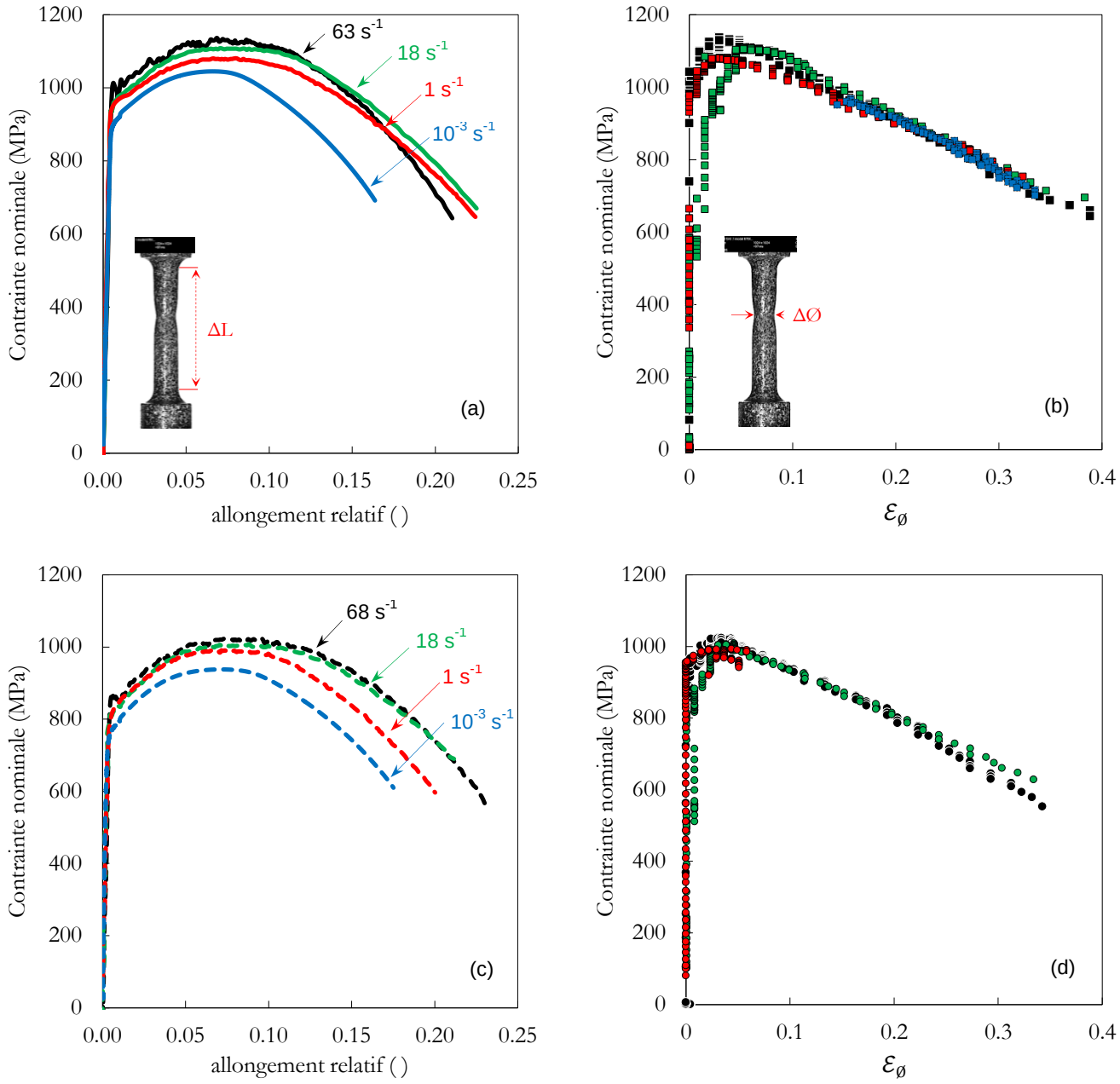


Figure III.22 : Effet de la vitesse de sollicitation sur le comportement élastoplastique.
a) et b) microstructure 130P, c) et d) microstructure 130M.

Au final, le comportement post-striction des microstructures 130P et 130M apparaît donc insensible à la vitesse de sollicitation. L'allongement total à rupture, $A_{\%}$ est le seul paramètre de ductilité qui semble augmenter avec la vitesse, soit environ de 30% et 20% respectivement pour le 130P et 130M à des vitesses supérieures à $60s^{-1}$.

III.3.7. Contributions de l'échauffement local lors des essais à vitesse rapide

Pour éclairer nos intuitions sur la contribution de l'échauffement local sur le comportement en vitesse rapide des microstructures de référence, les mesures thermiques réalisées par caméra infrarouge lors des essais à la TGV ont été dépouillées et analysées. Pour le dépouillement des données thermiques, l'émissivité a été réglée à 1, en considérant l'éprouvette comme étant un corps noir parfait qui réémet la totalité de l'énergie à toute les longueurs d'ondes. A partir des images acquises par la caméra thermique, on trace un profil de haut en bas de l'éprouvette de traction axisymétrique afin d'extraire la température le long de l'éprouvette. La principale difficulté avec le système de mesure a été d'adapter la résolution spatiale de la caméra à la vitesse de l'essai, ce qui a conduit à ne pas enregistrer l'instant « exact » de rupture pour certains essais.

La fig.III.23 présente les cartographies thermiques typiques à différents instants de mesure (cas du dépouillement de l'essai réalisé à $63s^{-1}$ pour le 130P). On observe que la dissipation de chaleur est maximale dans la bande de localisation de la déformation plastique, lieu de la striction. On peut en déduire que c'est elle le moteur principal de l'élévation locale de la température. Les profils de température à ces instants sont illustrés sur la fig.III.24. À l'instant 1, la température est déjà légèrement supérieure à l'ambiante (autour de 33°C). Plus loin, la dissipation de chaleur se localise rapidement au niveau de la striction sous l'effet de la déformation plastique (instant 3) et enfin, on relève un pic de température de 283°C à l'instant de rupture (instant 4). C'est ce pic de température qui sera pour nous le marqueur du niveau d'échauffement local des éprouvettes.

Les essais réalisés en quasistatique l'ont été sans mesure thermique. Pour évaluer l'évolution de l'échauffement local dans ces conditions, on se propose d'estimer l'élévation de température lors des essais quasi-statiques. Dans cette condition, on a vu sur la fig.III.4 que les mors sont assez loin du fût de l'éprouvette. Néanmoins, les effets de pompage thermique sont envisageables puisque ces essais sont lents (environ 20min) et la chaleur a le temps de dissiper. On peut donc estimer que l'élévation locale de température est nulle.

Les valeurs de l'échauffement local sont récapitulées dans le tableau III.3. On peut voir que même si certaines mesures de température sont indisponibles, une augmentation sensible de l'échauffement local avec la vitesse de sollicitation se dégage pour les deux microstructures. A vitesse de sollicitation donnée, l'échauffement local apparaît plus important dans le 130M par rapport au 130P. On peut donc considérer, en première approximation, que les paramètres de résistances $Rp_{0.2}$ et Rm du 130M sont peu sensible à la vitesse rapide (au-delà de $1s^{-1}$) parce que la de bainite supérieure contenus dans cette microstructure la rend probablement plus sensible à l'échauffement local. Il faut tout de même rester prudent avec cette affirmation puisque aucun élément ne nous permet de la consolider.

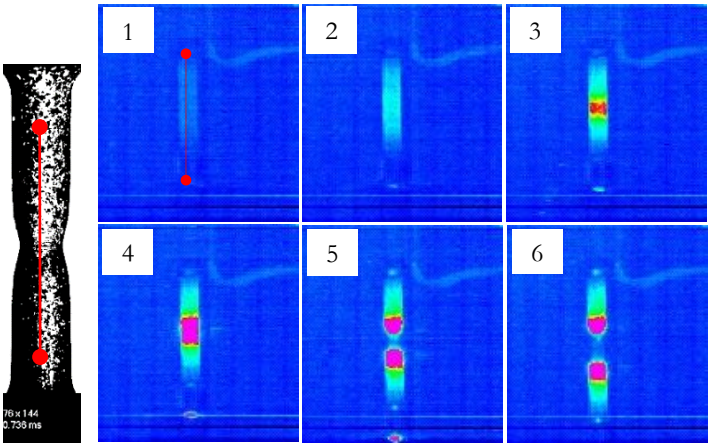


Figure III.23 : Cartographies thermiques à différents instants de mesure de l'échauffement local le long du fût de l'éprouvette. Cas de l'essai réalisé à $100s^{-1}$ sur le 130P.

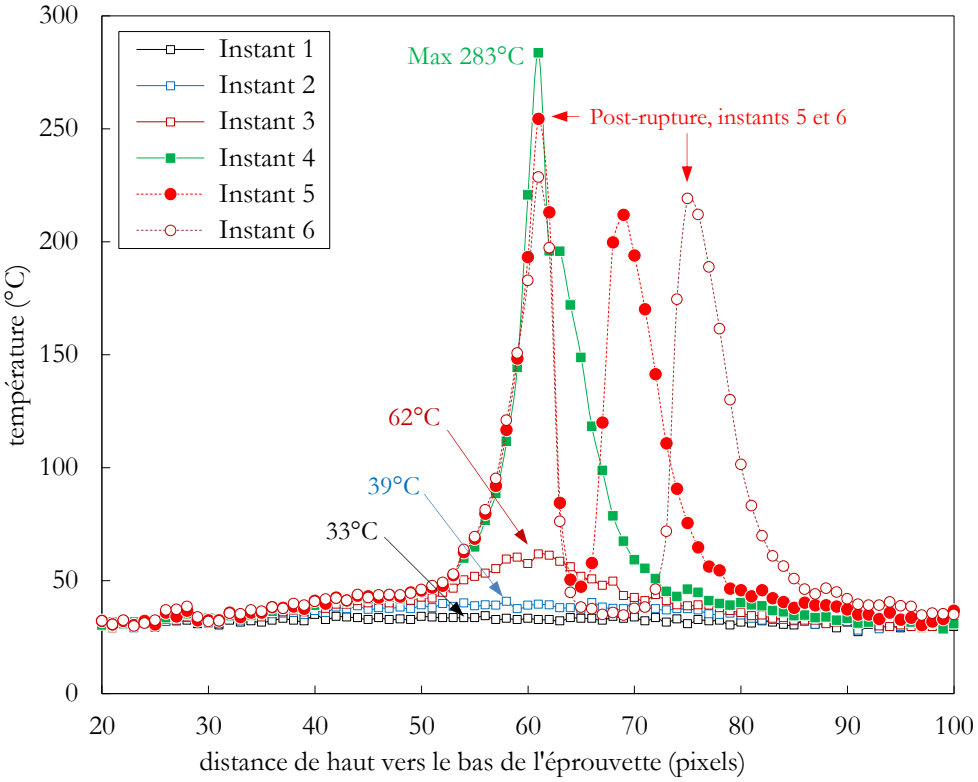


Figure III.24 : Profil de température le long des éprouvettes de traction rapide. Les profils correspondent aux instants de mesure de la fig.III.23 sur l'essai à $100s^{-1}$ sur le 130P.

Tableau III.3 : Récapitulatif des échauffements locaux estimés à rupture lors des essais de traction rapide

	$\dot{\varepsilon}\ (s^{-1})$	$\dot{\varepsilon}_{eff}\ (s^{-1})$	Gain (°C)
130P	10^{-3}	-	Référence (23°)
	1	1.2	-
	10	18	+142
	100	63	+240
130M	10^{-3}	-	référence
	1	1.2	+182
	10	18	+233
	100	68	-

III.4. Conclusions sur le comportement élastoplastique

Dans ce chapitre, nous avons étudié le comportement élastoplastique des six microstructures d'étude, notamment l'évolution des paramètres de résistance et de ductilité au regard de la direction de prélèvement, de la position de prélèvement, l'effet du revenu, l'effet de la température du milieu et l'effet de la vitesse de sollicitation. L'analyse fractographique et l'observation de l'endommagement nous ont également apporté des compléments d'information sur le comportement de ces microstructures. Les principales observations se déclinent comme suit :

- L'acier d'étude présente très peu d'anisotropie. Les réponses macroscopiques entre sens L et sens T se superposent bien même si les éprouvettes sollicitées en sens T cassent plus tôt en déformation du fait des inclusions allongées dans la direction de l'axe de la barre. Cette faible anisotropie a été confirmée par le faciès de rupture en post-mortem qui reste préférablement circulaire. Le sens L étant celui de sollicitation principale des pièces en service, c'est celui que nous avons gardé pour la suite.

- La bainite supérieure contenue dans la microstructure 130M est responsable du moindre niveau de résistance de cette microstructure comparé à la microstructure 130P.

- Le revenu a un effet plus marqué sur les propriétés mécaniques des microstructures P comparé aux M du fait à la fois du niveau de désorientations locales initiales importantes et de l'évolution de la précipitation dans le 130P, ce qui rend la martensite plus sensible au revenu, alors que la bainite supérieure l'est beaucoup moins.

- Les carbures sont les entités microstructurales responsables de l'endommagement ductile par cavitation dans les microstructures étudiées. Les cavités se forment par décohésion de l'interface carbure M_3C-matrice. Cette décohésion est plus marquée en densité et en taille lorsque la température de revenu augmente, il en est de même pour la taille des cavités. On précise au

passage que l'essentiel de l'endommagement est localisé juste sous le faciès dans la configuration 130ksi.

- La plage de température du plateau athermique des microstructures 130P, 110P et 90P semble être intrinsèque à l'acier 4140 d'étude. Elle s'étend de -40°C à +80°C environ et dans ce domaine de température, le couple paramètre de résistance et évolution de la diminution de diamètre en post-striction varie très peu avec la température d'essai.

- L'acier 4140 en l'état de référence 130ksi est relativement peu sensible à la vitesse, car les paramètres de résistance et de ductilité varient peu avec l'augmentation de la vitesse de sollicitation. Cette moindre sensibilité peut être attribuée à l'augmentation de l'échauffement local avec la vitesse de sollicitation.

Les principaux points relevés ici vont encadrer l'analyse du comportement à rupture par choc des six microstructures et le choix du modèle de comportement élastoplastique du 130P, des aspects qui seront respectivement traités dans les Chapitres IV et V.

[1] M. Gojic, L. Kosec, et P. Matkovic, « The effect of tempering temperature on mechanical properties and microstructure of low alloy Cr and CrMo steel », *J. Mater. Sci.*, vol. 33, nº 2, p. 395‑403.
[2] F. Tariq, N. Naz, R. A. Baloch, et A. Ali, « Evolution of microstructure and mechanical properties during quenching and tempering of ultrahigh strength 0.3C Si–Mn–Cr–Mo low alloy steel », *J. Mater. Sci.*, vol. 45, nº 6, p. 1695‑1708, 2010.
[3] C. Defaisse, « Rupture ductile des aciers aéronautiques », thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2018.
[4] C. Defaisse, M. Mazière, L. Marcin, et J. Besson, « Ductile fracture of an ultra-high strength steel under low to moderate stress triaxiality », *Eng. Fract. Mech.*, vol. 194, p. 301‑318, 2018.
[5] P. W. Bridgman, *Studies in Large Plastic Flow and Fracture*, Harvard University Press. 1952.
[6] J. Besson, C. Berdin, S. Bugat, F. Feyel, et Collectif, *Local Approach to Fracture*. Paris: Presses de l'Ecole des Mines, 2004.
[7] 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, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001.
[8] A. Chauhan, D. Litvinov, et J. Aktaa, « High temperature tensile properties and fracture characteristics of bimodal 12Cr-ODS steel », *J. Nucl. Mater.*, vol. 468, p. 1‑8, 2016.
[9] Y. Tomita et K. Okabayashi, « Mechanical properties of 0.40 pct C-Ni-Cr-Mo high strength steel having a mixed structure of martensite and bainite », *Metall. Trans. A*, vol. 16, nº 1, p. 73‑82, 1985.
[10] Y. Tomita, « Effect of continuous-cooling transformation structure on mechanical properties of 0.4C-Cr-Mo-Ni steel », *J. Mater. Sci.*, vol. 29, nº 6, p. 1612‑1616, 1994.
[11] K. Abbaszadeh, H. Saghafian, et S. Kheirandish, « Effect of Bainite Morphology on Mechanical Properties of the Mixed Bainite-martensite Microstructure in D6AC Steel », *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 28, nº 4, p. 336‑342, 2012.
[12] A. Salemi, A. Abdollah-Zadeh, M. Mirzaei, et H. Assadi, « A study on fracture properties of multiphase microstructures of a CrMo steel », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 492, nº 1–2, p. 45‑48, 2008.
[13] A. Salemi et A. Abdollah-zadeh, « The effect of tempering temperature on the mechanical properties and fracture morphology of a NiCrMoV steel », *Mater. Charact.*, vol. 59, nº 4, p. 484‑487, 2008.
[14] D. A. Curry et P. L. Pratt, « The Role of Second Phase Particles in the Ductile Fracture of Higher Carbon Steels », *Mater. Sci. Eng.* vol. 37, p. 223‑235, 1979.
[15] G. Avramovic-Cingara, C. A. R. Saleh, M. K. Jain, et D. S. Wilkinson, « Void Nucleation and Growth in Dual-Phase Steel 600 during Uniaxial Tensile Testing », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 40, nº 13, p. 3117, 2009.
[16] F. T. Tankoua, « Transition ductile-fragile des aciers pour gazoducs : Étude quantitative des ruptures fragiles hors plan et corrélation à l'anisotropie de microtexture », thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2015.
[17] F. Peng, X. Dong, K. Liu, et H. Xie, « Effects of Strain Rate and Plastic Work on Martensitic Transformation Kinetics of Austenitic Stainless Steel 304 », *J. Iron Steel Res. Int.*, vol. 22, nº 10, p. 931‑936, 2015.
[18] A. R. Khalifeh, A. D. Banaraki, H. D. Manesh, et M. D. Banaraki, « Investigating of the tensile mechanical properties of structural steels at high strain rates », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 712, p. 232‑239, 2018.
[19] B. Sanborn, B. Song, A. Thompson, B. Reece, et S. Attaway, « High Strain Rate Tensile Response of A572 and 4140 Steel », 2017.

Chapitre IV :
Etude de la transition ductile-fragile en résilience

IV.1. Introduction 131
IV.2. Description de la campagne expérimentale 131
IV.2.1. Essais de flexion par choc Charpy 131
IV.2.2. Essais Charpy en quasi-statique 134
IV.2.3. Essais Charpy sur mini éprouvette de résilience 136
IV.3. Courbes de transition en énergie et en cristallinité 138
IV.3.1. Au niveau du plateau fragile 140
IV.3.2. Dans le domaine de transition ductile - fragile 140
IV.3.3. Au niveau du plateau ductile 141
IV.3.4. Conclusions sur l'analyse globale des courbes de transition 141
IV.4. Energies d'amorçage et de propagation 142
IV.4.1. Contribution de l'énergie d'amorçage 143
IV.4.2. Contribution de l'énergie de propagation 145
IV.4.3. Conclusions sur les énergies d'amorçage et de propagation 146
IV.5. Mécanismes physiques de la rupture – Aspects macroscopiques 147
IV.5.1. Domaine de transition ductile-fragile 147
IV.5.2. Domaine de rupture ductile 152
IV.5.3. Conclusions sur les mécanismes de rupture à l'échelle macroscopique 162
IV.6. Mécanismes physiques de la rupture – Aspects microscopiques 163
IV.6.1. Domaine de rupture fragile 163
IV.6.2. Domaine de transition ductile - fragile 167
IV.6.3. Domaine de rupture ductile 174
IV.7. Conclusions sur la transition ductile-fragile en résilience 182

IV.1. Introduction

À la suite de l'étude expérimentale du comportement en traction, on s'intéresse, dans ce chapitre, au comportement à rupture des microstructures issues des configurations 130ksi, 110ksi et 90ksi. On rappelle que l'objectif *in fine*, sera d'expliquer les mécanismes de rupture dans les domaines de rupture fragile, de transition et ductile ; à travers notamment des liens quantitatifs entre les entités microstructurales responsables de la rupture et l'énergie à rupture du domaine considéré. Précisons que certains résultats de ce chapitre permettront d'alimenter le modèle global de la résilience qui sera proposé au Chapitre V.

Le chapitre est construit en cinq parties. La Partie IV.2 décrit les campagnes expérimentales, avec les essais Charpy réalisés sous diverses conditions afin d'accéder à des informations complémentaires pour l'analyse du comportement à rupture. La Partie IV.3 amorce l'analyse du comportement global à rupture en dégageant les différences majeures dans les trois domaines. On verra qu'il faut aller jusqu'à la dissociation des phases d'amorçage et de propagation de la fissure, dans la Partie IV.4, pour comprendre leur contribution sur le comportement global. Les Parties IV.5 et IV.6 permettent de comprendre les mécanismes probables de rupture, respectivement aux échelles macroscopiques et microscopiques. En fin de chapitre, une conclusion va reprendre les points essentiels sur comment les entités microstructurales affectent le comportement à rupture de l'acier de l'étude dans les domaines de rupture fragile, de transition et de rupture ductile.

IV.2. Description de la campagne expérimentale

Cette partie décrit les procédures expérimentales des essais réalisés pour l'étude du comportement à rupture. La section IV.2.1 est consacrée au prélèvement des échantillons et aux essais de flexion par choc, les sections IV.2.2 et IV.2.3 présentent respectivement les essais Charpy en condition quasistatique et les essais de résilience sur mini éprouvettes Charpy.

IV.2.1. Essais de flexion par choc Charpy

L'essai de flexion par choc Charpy est l'essai de référence pour l'étude du comportement à rupture des microstructures de l'étude. L'essai consiste à rompre une éprouvette entaillée grâce à un mouton pendule dont le marteau est lancé à une vitesse de $5 m.s^{-1}$, ce qui permet de mesurer, en post-mortem, l'énergie que peut supporter le matériau avant de rompre sous le choc à une température donnée. On parle également d'essai de résilience ou simplement d'essai Charpy. Cet essai offre l'avantage pour chacune des températures d'essai, à la fois d'obtenir l'énergie à rupture et d'accéder aux modes de rupture correspondants.

On présente sur la fig.IV.1 les deux prélèvements des éprouvettes adoptés dans le cadre de cette étude. Comme on l'a précisé dans les chapitres II et III, le plan travers est celui de propagation de la fissure. Les éprouvettes destinées aux courbes de transition ductile - fragile ont

été prélevés suivant le **sens long LR**. Pour les microstructures de la configuration 130ksi, les éprouvettes ont été prélevées directement sur barre aux positions P et M correspondantes. Les éprouvettes des configurations 110ksi et 90ksi ont été usinées dans des ébauches de 15 × 15 × 60 mm^3 préalablement traités aux revenus T2 et T3 respectivement. Les essais Charpy ont été réalisés sur une plage de température allant de -196°C à +60°C afin de balayer toute la transition ductile – fragile. En comptant au minimum trois éprouvettes par température et sachant que certains essais ont été refaits par souci de vérification, ce sont au total plus de 150 éprouvettes qui ont été testées.

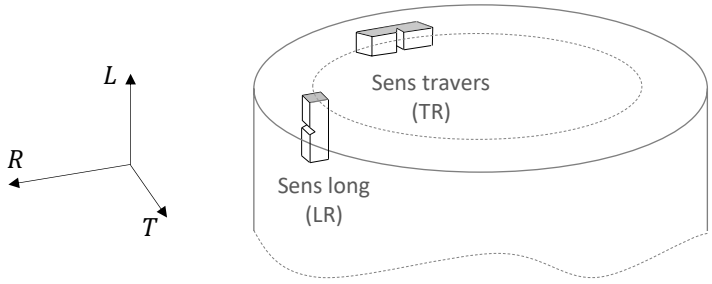


Figure IV.1 : Prélèvement des éprouvettes Charpy.

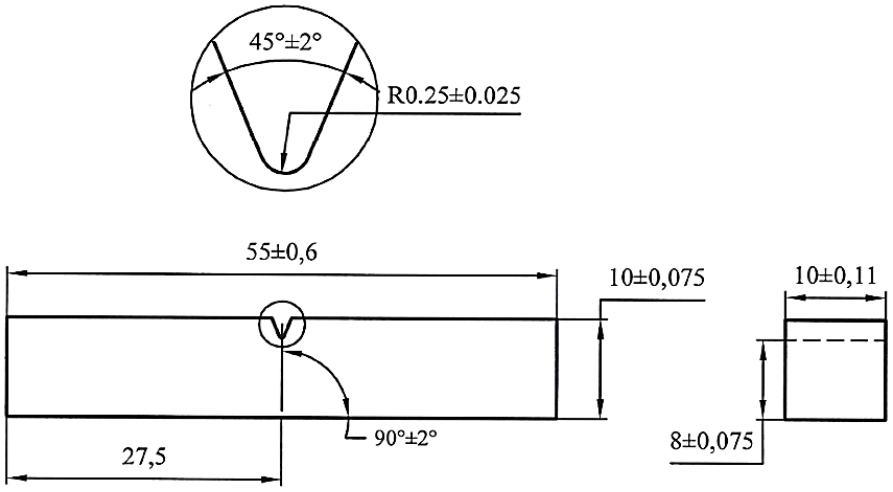


Figure IV.2 : Plan des éprouvettes de résilience avec entaille en V.

Des éprouvettes ont également été prélevées suivant le **sens long TR** pour évaluer l'effet de la direction de sollicitation sur le comportement à rupture. Seules les microstructures 130P et 130M sont concernés par cette étude qui sera présentée dans la section IV.5.1. Au total, six éprouvettes étaient nécessaires, soit trois pour chacune des deux microstructures. La fig.IV.2 donne le plan des éprouvettes Charpy, ce sont des éprouvettes classiques de dimension 10 × 10 × 55 mm^3. Une entaille en V permet à la fois de contrôler les conditions d'amorçage et de confiner la plasticité dans le matériau en cours d'essai et ainsi accélérer la ruine de ce dernier.

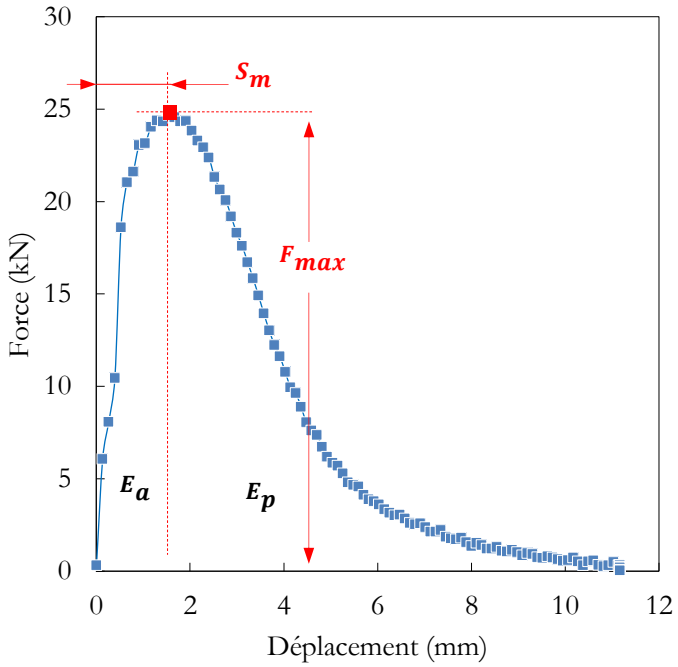


Figure IV.3 : Illustration d'une courbe d'un essai Charpy instrumenté. Cas d'un essai sur le 130P à l'ambiante.

Les essais Charpy présentés ici ont été réalisés au CREAS sur un mouton pendule de type ZWICK – ROEL RKP 450 doté d'un marteau de 300J, avec un rayon du couteau de 2mm. Le protocole expérimental des essais Charpy est défini par la norme NF EN ISO148-1 2017. La machine utilisée est dotée d'un marteau instrumenté de jauges de déformation pour mesurer l'effort, ce qui permet d'enrichir les résultats obtenus. En effet, en plus de l'énergie totale à rupture mesurée en post-mortem, les courbes instrumentées, dont une illustration est présentée sur la fig.IV.3, permettent de dissocier la phase d'amorçage de la fissure de celle de propagation. On peut ainsi définir des caractéristiques intrinsèques à chaque microstructure et pour chacune des températures d'essai comme : F_{max}, la force maximale atteinte par l'éprouvette et S_m le déplacement maximal à F_{max}. Ces deux paramètres permettent de définir les domaines d'estimation des énergies d'amorçage E_a et de propagation E_p au moyen d'un calcul de l'aire sous les courbes des deux domaines. Il faut préciser que pour certains essais, on n'a pas pu obtenir les courbes instrumentées, du fait d'un dysfonctionnement du marteau instrumenté lors de la

deuxième campagne. Néanmoins, l'essentiel des résultats instrumentés à disposition seront présentés et analysés dans la Partie IV.4 et les courbes instrumentées sont fournies en Annexe B.

IV.2.2. Essais de flexion trois points quasi-statique

Les essais Charpy en quasi-statique ont été réalisés pour évaluer l'effet de la vitesse sur le comportement à rupture d'une part, et valider la loi de comportement au moyen d'un calcul de flexion d'une géométrie Charpy en condition statique d'autre part ; on reviendra sur ce deuxième aspect dans le Chapitre V. Seules les deux microstructures de la configuration 130ksi sont concernées par cette étude, car c'est ici que le contraste mécanique entre martensite et bainite supérieure est marqué dans le 130M notamment.

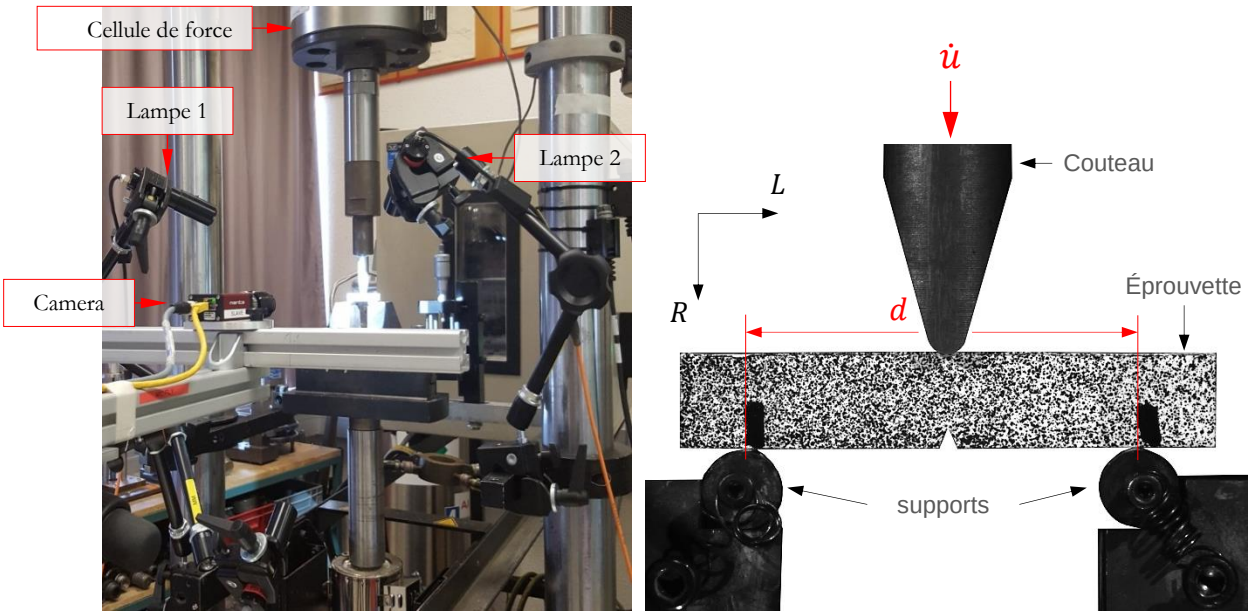


Figure IV.4 : Montage expérimental des essais Charpy en quasi-statique.

La fig.IV.4 présente le montage expérimental correspondant. Les essais ont été réalisés au Centre des Matériaux sur une machine servohydraulique Instron dotée d'une cellule de charge de 250kN. Un montage spécial a été utilisé et un couteau de mêmes dimensions que celui du mouton pendule du CREAS a été usiné à cet effet. Les essais ont été réalisés à l'ambiante à une vitesse de déplacement constante du vérin de $3\mu m.s^{-1}$. La corrélation d'images a été associée à cette campagne expérimentale afin de valider la symétrie du chargement lors des essais et entre autres, d'enrichir la base des données résultats permettant d'ajuster la loi de comportement (Chapitre V). A cet effet, un mouchetis a été déposé sur une face principale de l'éprouvette de résilience. Deux lampes ont également été mobilisées pour assurer un éclairage uniforme, ainsi qu'une caméra 4 méga pixels pour l'acquisition des images. La charge est mesurée par l'intermédiaire de la cellule de force et un système d'enregistrement permet d'obtenir le déplacement à travers la flèche de

l'éprouvette. Précisons que même si la distance entre appuis, d, a été respectée (très proche de 40mm), ce n'est pas le cas du rayon des appuis qui est de 1mm pour les machines Charpy dynamiques contre 4mm pour les essais en statique ; on fera donc attention lors des comparaisons des courbes $F - \Delta L$, dans la phase de propagation en particulier.

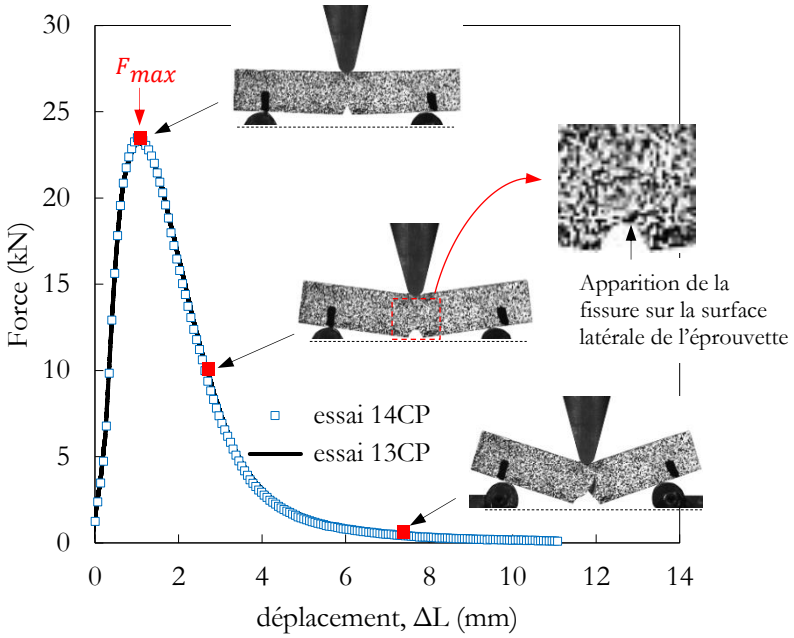


Figure IV.5 : Evolution de la déformation des éprouvettes de résilience lors des essais en quasi-statique. Cas du 130P, on voit que la reproductibilité des essais est bonne.

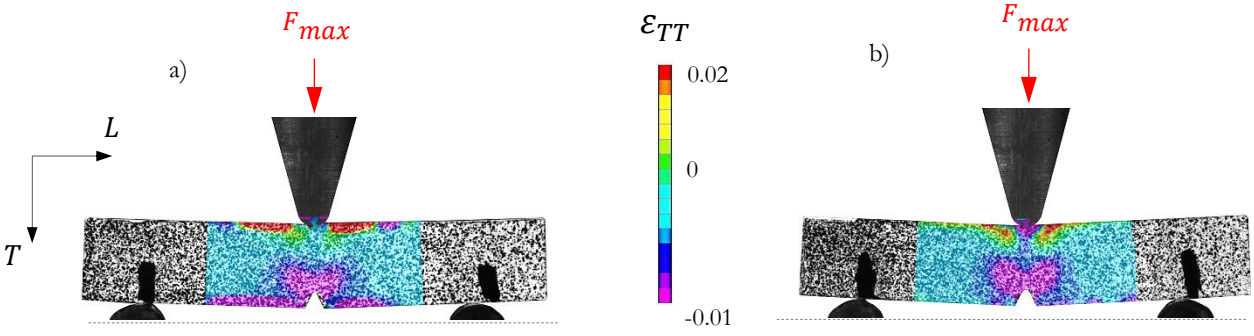


Figure IV.6 : Vérification de la symétrie du chargement lors des essais Charpy en quasi-statique pour deux éprouvettes issues de : a) la microstructure 130P et b) la microstructure 130M.

Les essais de cette campagne ont été faits à la température ambiante ; deux éprouvettes prélevées suivant le **sens long LR** ont été testées par microstructure, soit quatre éprouvettes au total. On a constaté que la reproductibilité des deux essais sur la charge et sur le déplacement est bonne. La fig.IV.5 présente l'évolution de la force mesurée avec le déplacement appliqué, ainsi que la forme des éprouvettes avec l'augmentation du déplacement du couteau. Il semble que la fissure, qui se propage « normalement » à partir de F_{max} dans l'éprouvette, apparaît sur la surface latérale après quasiment 50% de chute de charge. On verra dans la Partie IV.5 que cette observation est cohérente avec la forme en courbe du front de propagation, avec une avancée maximale au centre de l'éprouvette.

Les résultats de corrélation d'images ont été dépouillés grâce au logiciel VIC 2D. Les paramètres de dépouillement sont respectivement : une taille des imagettes de 35 × 35 μm^2, un pas d'analyse de 8 pixels, un bruit de mesure inférieure à 4.10^{-4}. Une fois les champs de déplacement déterminés, on a fait le choix d'un post-traitement en déformation de type Lagrange. Sur la fig.IV.6, on peut voir que les deux lobes de la zone plastique marquée sur le champ la déformation ε_{TT} en pointe d'entaille sont symétriques, ce qui rassure quant à la symétrie du chargement et permet de valider les essais.

IV.2.3. Essais Charpy sur mini éprouvette de résilience

Les essais de résilience sur mini éprouvettes ont été menés pour évaluer une éventuelle différence du coût, en joules, d'une avancée ductile entre les microstructures P et M ; ces essais concernent les microstructures de la configuration 130ksi.

Les essais ont été réalisés au CREAS à la température ambiante sur un mouton pendule de 50J à commande manuelle, on parlera de « petit mouton Charpy » dans ce manuscrit. L'avantage de cette machine est qu'on peut imposer aux éprouvettes une énergie voulue en contrôlant manuellement l'ouverture angulaire du pendule avant de lâcher celui-ci. On verra dans la Partie IV.4 que pour des éprouvettes de résilience classique (fig.IV.2), l'énergie d'amorçage est proche de la capacité du petit mouton pendule manuel permettant de tels essais, ce qui nous a conduit à l'usinage de mini éprouvettes de résilience en réduisant de moitié l'aire de la section par rapport aux éprouvettes classiques. Le plan d'une mini éprouvette est donné sur la fig.IV.7.a. Sept éprouvettes ont été utilisées par microstructure soit quatorze au total.

Une caméra pouvant acquérir au moins 100 images par seconde était indispensable pour filmer le cadran afin de calculer l'énergie réellement absorbée par l'éprouvette. On a constaté qu'après le premier impact du marteau sur l'éprouvette, ce dernier rebondit à des amplitudes décroissantes. Il était donc indispensable de relier un fil métallique de masse négligeable sur une extrémité de la mini éprouvette afin de la dégager dès le premier impact du marteau. A la fin de chaque essai, les éprouvettes déformées ont été introduites dans un bac contenant de l'azote liquide, puis rompues avec un marteau ; ce qui a permis de différencier l'avancée ductile et la

propagation finale par clivage. Au final, on mesure sur chacun des faciès l'avancée ductile en considérant la moyenne de quatre mesures tel que présenté sur la fig.IV.7.b, puis on construit les courbes d'énergie absorbée en fonction de l'avancée ductile.

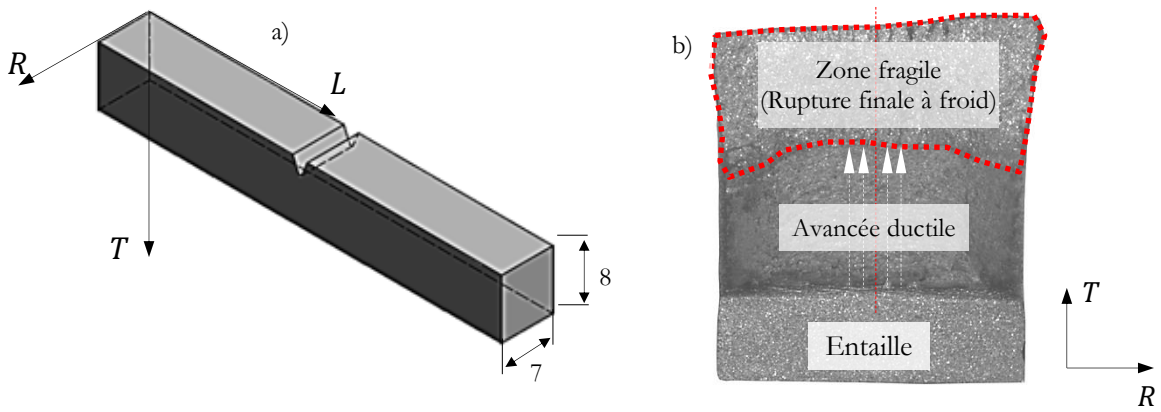


Figure IV.7 : a) Géométrie des mini éprouvettes de résilience, longueur 55 mm et b) mesure de l'avancée ductile au terme des essais de résilience sur mini éprouvette Charpy. Les dimensions de l'entaille sont les mêmes que pour une éprouvette Charpy normale.

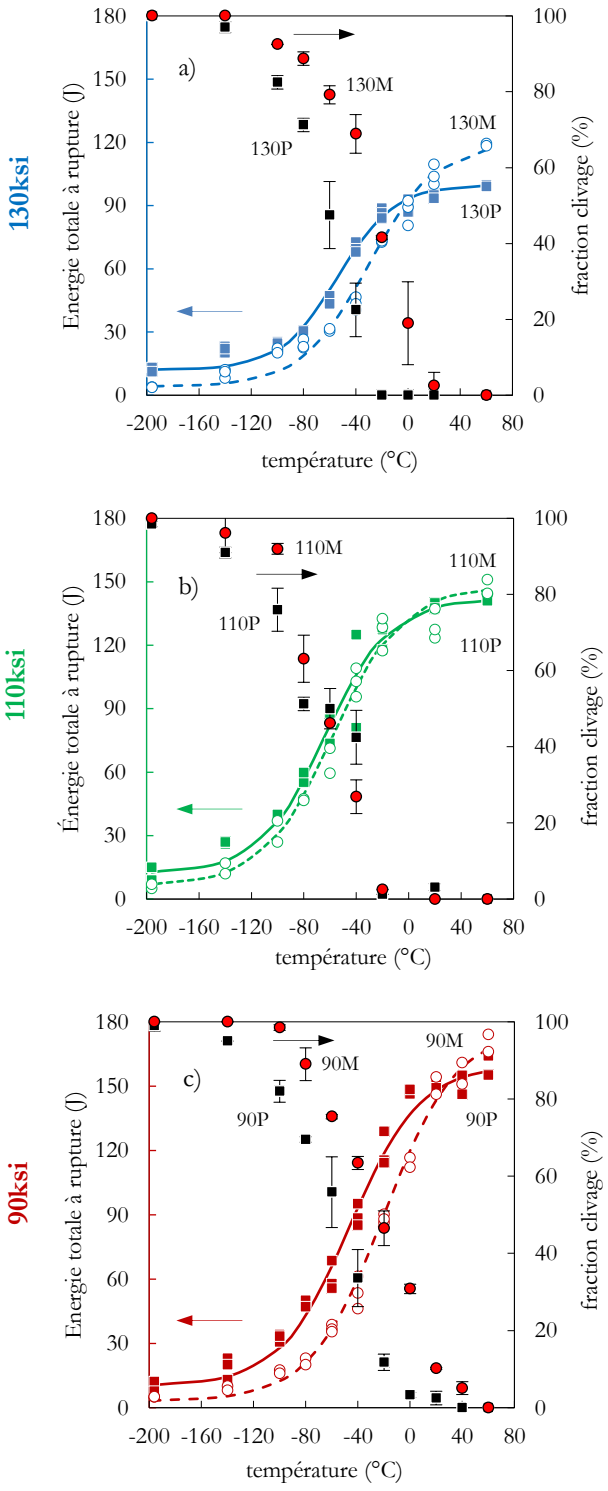
IV.3. Courbes de transition en énergie et en cristallinité

Dans cette partie, on se propose d'analyser, de manière globale et pour chacun des domaines, le comportement à rupture des six microstructures. Cette analyse permet au moins deux avancées à savoir : 1) statuer sur le lien entre les microstructures et l'étendue (en température) des domaines de rupture fragile, de transition et du domaine ductile ; 2) dégager les premières tendances sur l'effet du prélèvement sur le comportement à rupture entre microstructures de chacune des configurations.

La fig.IV.8 présente les courbes de transition ductile – fragile en énergie et en cristallinité. Dans la littérature, les points expérimentaux sont ajustés avec une fonction de type tangente hyperbolique initialement proposée par Oldfield, 1975 [1] pour estimer les températures caractéristiques des matériaux irradiés. La fonction est donnée par l'expression IV.1 où $A + B$ et $A - B$ définissent respectivement les énergies aux plateaux ductile E_U et fragile E_L, T_o (ou encore $T_{50\%}$) est un paramètre local de la courbe qui définit la température de transition ; il correspond à la température pour laquelle l'énergie absorbée vaut A. Le paramètre C permet de décrire la pente de la courbe dans le domaine de transition, il renseigne si la transition entre les domaines fragile et ductile est brutale ou progressive. Pour l'ensemble des courbes, on note une augmentation du paramètre C, pour un prélèvement donné, avec la température de revenu.

$$E(T) = A + B\tanh\left(\frac{T - T_o}{C}\right) \quad \text{(IV.1)}$$

La transition en cristallinité permet de reproduire la courbe de transition ductile – fragile, cette fois à partir des mesures de la fraction surfacique des zones fragiles sur les faciès de rupture. Les mesures ont été faites sur une seule moitié de chacune des trois éprouvettes par température d'essai. La démarche inclut trois étapes à savoir : a) prise des images à la binoculaire au grandissement ×32, b) délimitation des zones fragiles sur les faciès de rupture grâce aux outils du logiciel ImageJ et c) calcul de la cristallinité en rapportant l'aire mesurée sur l'aire totale du faciès. Pour chacune des configurations, les courbes de transition en cristallinité sont également présentées sur la fig.IV.8, ainsi que les barres d'erreur définissant la dispersion de mesure sur trois faciès de rupture. De même que $T_{50\%}$, on définit, pour la transition en cristallinité, la $FATT\ (°C)$ qui correspond à la température pour laquelle on obtient une cristallinité de 50%. Dans les sections suivantes, on va s'appuyer sur le tableau IV.1 pour analyser les différences entre propriétés à rupture pour chacun des domaines de rupture considéré.



	A	B	C	$T_{50\%}$ (°C)
130P	56	44	44	-56
130M	62	58	52	-30

	A	B	C	$T_{50\%}$ (°C)
110P	77	65	50	-64
110M	77	71	54	-58

	A	B	C	$T_{50\%}$ (°C)
90P	85	75	54	-46
90M	90	87	56	-20

Figure IV.8 : Courbes de transition ductile fragile en énergie et en cristallinité des microstructures issues des configurations : a) 130ksi, b) 110ksi et c) 90ksi. Les paramètres d'ajustement des courbes de transition en énergie sont fournis dans les tableaux fournis.

Tableau IV.1 : Récapitulatif des propriétés à rupture par choc Charpy sur le plateau ductile, dans le domaine de transition ductile-fragile et sur le plateau fragile. Les intervalles indiquent la dispersion des mesures sur trois essais. Les écarts relatifs sont calculés par rapport à la configuration de référence 130ksi à la même position de prélèvement.

Revenus		T1 (600°C – 3h)		T2 (690°C et 665°C – 1h)		T3 (720°C – 4h)	
Domaine	Propriétés à rupture	130ksi		110ksi		90ksi	
		130P	130M	110P	110M	90P	90M
Fragile	$E_L\ (J)$	12 ±1	5 ±1	12 ±4 **0%**	6 ±1 **+16%**	10 ±3 **-16%**	4 ±1 **-25%**
Transition	$T_{50\%}(°C)$	-54	-30	-64 **-18%**	-58 **-93%**	-46 **+15%**	-20 **+33%**
	$FATT\ (°C)$	-60	-35	-70	-70	-50	-20
Ductile	$E_U\ (J)$	100 ±1	120 ±1	142 ±1 **+42%**	147 ±4 **+23%**	160 ±6 **+60%**	170 ±5 **+42%**

IV.3.1. Au niveau du plateau fragile

D'après les mesures de cristallinité, le plateau fragile s'étend de -196°C à -140°C. Le fait marquant ici est que l'énergie à rupture sur le plateau fragile est fonction du prélèvement des échantillons ; elle est autour de 12J et 6J respectivement pour les microstructures issues des prélèvements P et M quel que soit le revenu. Or on sait que la principale différence entre ces deux prélèvements est la présence des paquets de bainite supérieure dans les microstructures M. On retient que l'énergie au plateau fragile est indépendante de la température de revenu, mais dépend plutôt de la position de prélèvement des éprouvettes dans la barre. Dans la section IV.6.1, on mettra en lumière les entités microstructurales responsable du déclenchement du clivage.

IV.3.2. Dans le domaine de transition ductile - fragile

Pour une microstructure donnée, on voit que la différence de température de transition entre mesure en énergie et en cristallinité est de l'ordre de 5°C, un constat qui indique qu'une seule approche peut être suffisante pour accéder à la température de transition des nuances d'acier étudiées, du moins à ±5°C près. On note également que l'étendue du domaine de transition semble dépendante du prélèvement, elle va de -140°C à +20°C et de -140°C à +40°C respectivement pour les microstructures P et M. Si on reste sur la $FATT\ (°C)$, elle varie dans l'intervalle -70°C à -20°C, avec des différences marquées suivant la configuration de revenu qu'on se propose d'analyser comme suit :

▪ Dans les configurations 130ksi et 90ksi, un écart de 30°C environ est noté entre microstructures P et M, avec une température de transition plus basse pour les microstructures 130P et 90P.

▪ Dans la configuration 110ksi, on note curieusement que la $FATT$ du 110M est proche de celle du 110P. Précisons que ce résultat est d'autant plus surprenant que ces microstructures proviennent des prélèvements différents. Comme on l'a vu dans le Chapitre III, les deux microstructures de cette configuration sont iso-caractéristiques de traction ; les observations de cette section indiquent qu'on peut s'attendre également à une résistance au clivage similaire entre les deux microstructures. On tentera d'enrichir les similitudes observées dans cette configuration avec les études fractographiques des Parties IV.5 et IV.6.

IV.3.3. Au niveau du plateau ductile

Pour l'ensemble des six microstructures, le domaine de rupture ductile est atteint aux températures +20°C et +40°C pour les microstructures P et M. De manière générale, les microstructures M présentent une énergie à rupture E_U plus importante que celle des microstructures P, avec un écart de 20J dans la configuration 130ksi, de 10J dans la configuration 90ksi, alors que l'écart est réduit à 5J dans la configuration 110ksi. Précisons que les écarts observés dans les configurations 110ksi et 90ksi sont a relativiser si l'on considère les dispersions de mesure.

De toute évidence, quelle que soit la position de prélèvement, l'énergie à rupture E_U augmente avec le revenu additionnel. Précisons également que l'augmentation est davantage marquée pour les microstructures P avec notamment +42% et +60% respectivement pour les microstructures 110P et 90P, par comparaison avec leur référence le 130P. Cette dernière observation nous renvoie à la sensibilité, envers le revenu, des paramètres de ductilité $A_{\%}$ et $Z_{\%}$ du Chapitre III. On peut ainsi en première approche, l'expliquer par le niveau de restauration plus important de la martensite, par le niveau de précipitation, avec l'augmentation de la taille des carbures et de la distance intercarbures ; on reviendra plus précisément sur ce dernier effet dans la section IV.6.3.

IV.3.4. Conclusions sur l'analyse globale des courbes de transition

En somme, dans la plage de température des essais réalisés, les domaines de rupture fragile, de transition et de rupture ductile s'étendent respectivement de -196°C à -140°C, de -140°C à +20°C et au-delà de +20°C (voire +60°C pour les microstructures M). L'étendue de ces domaines semble peu dépendante du revenu et de la position de prélèvement des échantillons dans la barre ; elle est donc quasiment intrinsèque à l'acier de l'étude.

L'énergie au plateau fragile dépend du prélèvement des microstructures, elle est autour de 12J et 6J respectivement pour les microstructures P et M.

Dans les configurations 130ksi et 90ksi, les températures de transition des microstructures P sont, d'au moins 20°C, plus basses que celle des microstructures M, alors que dans la configuration 110ksi, les deux microstructures ont des transitions proches. Dans ce même

domaine, on observe que dans les trois configurations de revenu et pour une température d'essai donnée, les microstructures P ont une énergie à rupture plus élevée que celle des microstructures M ; un effet qu'on tentera de comprendre dans la Partie IV.5.

Au niveau du plateau ductile, on note une augmentation de l'énergie à rupture avec la température de revenu. Ajoutons également une augmentation due au prélèvement, avec les microstructures M qui présentent une énergie plus élevée que celle des microstructures P.

Dans la partie suivante, on va enrichir la compréhension du comportement à rupture en examinant la contribution des phases d'amorçage et de propagation sur les énergies dans les domaines de transition et de rupture ductile, on verra notamment de quelle phase découlent les principales différences relevées plus haut.

IV.4. Energies d'amorçage et de propagation

L'instrumentation des essais Charpy a permis de dissocier les énergies d'amorçage et de propagation afin d'évaluer leurs contributions respectives sur l'énergie totale à rupture ; l'analyse de leur contribution sur le comportement global à rupture est l'objet de cette partie. Les courbes instrumentées sont fournies dans l'Annexe B. Une macro *Excel* développée et mise en œuvre dans le cadre de la thèse a permis de dépouiller chacun des fichiers résultats afin d'en extraire : E_a l'énergie d'amorçage, E_p l'énergie de propagation, la force maximale F_{max} et le déplacement S_m pour $F = F_{max}$ (fig.IV.3). Plus précisément, les énergies E_a et E_p correspondent à l'aire sous la courbe instrumentée pour des déplacements $\leq S_m$ et $\geq S_m$; en effet, on fait l'hypothèse généralement que la fissure se propage à partir de la charge maximale [2].

Les essais instrumentés concernent la première campagne, ils ont été réalisés dans les plages de température allant de -100°C à +60°C pour la configuration 130ksi, de -80°C à +60°C pour la configuration 110ksi et de -60°C à +40°C pour la configuration 90ksi. Le calcul de l'énergie totale à rupture E_T, dont une expression est donnée par l'expression IV.2, a permis de valider la macro *Excel* par rapport à la mesure qui est la lecture directe sur cadran. Pour chacune des configurations de revenu, la corrélation linéaire entre énergies totale à rupture calculée et mesurée est présentée sur la fig.IV.9 ; avec des coefficients de régression linéaire proches de 1 qui indiquent une fiabilité proche de 100%. Les détails des analyses seront donnés dans les sections IV.4.1 et IV.4.2 respectivement pour les énergies d'amorçage et de propagation.

$$E_T = E_a + E_p \tag{IV.2}$$

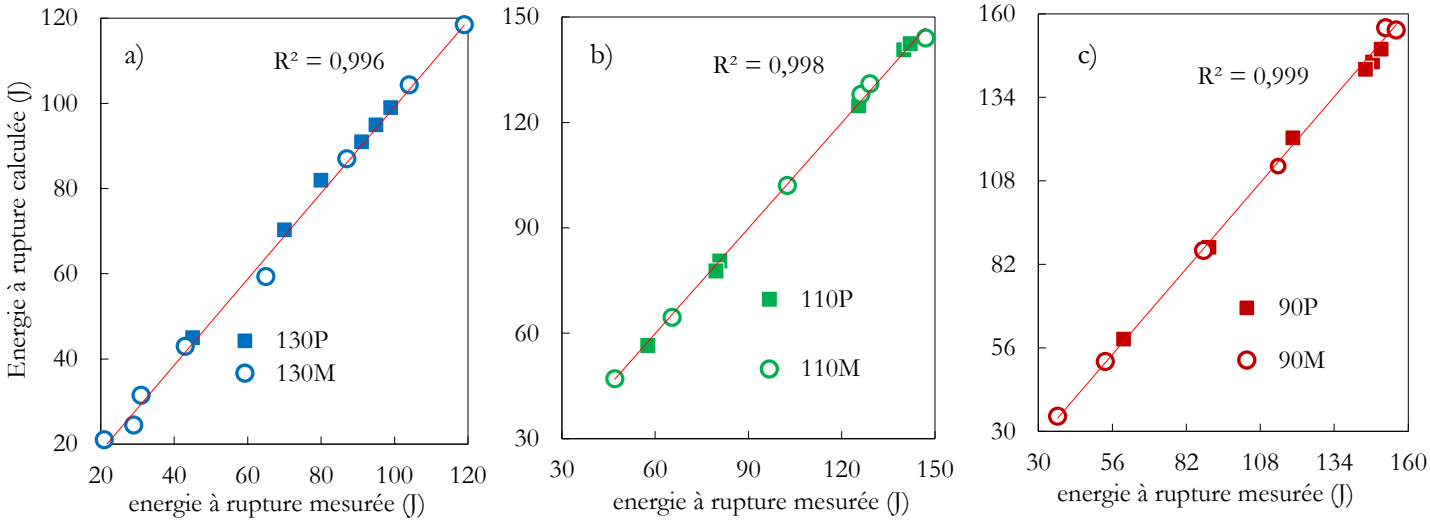


Figure IV.9 : Validation de la macro Excel de dépouillement des courbes instrumentées.

IV.4.1. Contribution de l'énergie d'amorçage

La fig.IV.10 présente l'évolution de l'énergie d'amorçage et des paramètres F_{max} et S_m avec la température d'essai. De manière globale, pour une configuration donnée, l'énergie d'amorçage varie peu avec la température d'essai dans le domaine exploré : elle est proche de 25J pour le 130ksi (fig.IV.10.a), 38J pour le 110ksi (fig.IV.10.c) et 50J pour le 90ksi (fig.IV.10.e). On a vu au Chapitre III que l'augmentation de la température d'essai entraine une diminution des paramètres de résistance Rm et $Rp_{0.2}$; cette tendance se confirme ici avec l'évolution de F_{max} pour chacune des microstructures. On observe aussi que l'écart en F_{max} entre microstructures P et M diminue avec les traitements T2 et T3 : cet écart est de 4kN dans la configuration 130ksi (fig.IV.10.b), il est réduit à 2kN dans la configuration 110ksi (fig.IV.10.d) et quasi inexistant dans la configuration 90ksi (fig.IV.10.f). À l'opposé de l'évolution de F_{max}, le déplacement S_m quant à lui augmente sensiblement avec la température d'essai : ce sont ces deux tendances antagonistes qui, malgré l'évolution de la température d'essai, confèrent aux six microstructures une énergie d'amorçage qui reste quasiment constante.

Au final, les paramètres F_{max} et S_m étant dépendants de la matrice, on peut penser que l'énergie d'amorçage est intrinsèquement liée aux entités microstructurales qui pilotent le niveau de résistance et la capacité de déformation des microstructures, il s'agit de la densité des dislocations, la taille des particules de cémentite, la distance intercarbures. **L'énergie d'amorçage est indépendante du prélèvement mais elle augmente avec la température de revenu (dans le domaine de température des essais).**

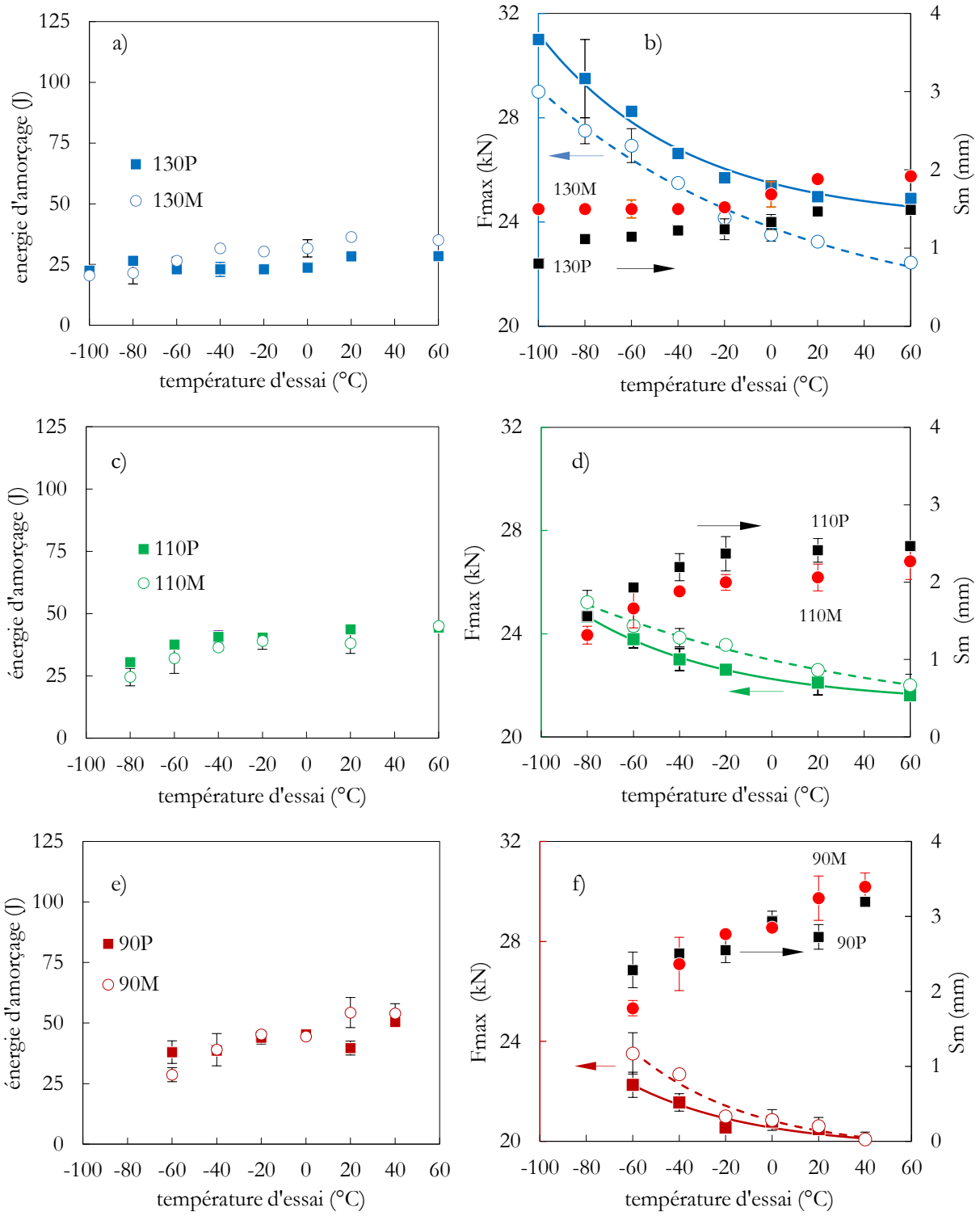


Figure IV.10 : Effet de la température d'essai sur l'énergie d'amorçage, la force maximale et le déplacement avec : a) configuration 130ksi, b) configuration 130ksi et c) configuration 90ksi. Les barres d'erreur donnent la dispersion des mesures sur trois essais.

IV.4.2. Contribution de l'énergie de propagation

La fig.IV.11 présente l'évolution de l'énergie de propagation avec la température d'essai. Contrairement à l'énergie d'amorçage qui varie peu dans le domaine exploré, on voit que c'est de la phase de propagation que découle la transition en énergie du domaine de rupture fragile à très basse température, vers la rupture ductile. C'est également de la phase de propagation que découle l'écart en température de transition entre 130P et 130M (fig.IV.11.a), qui se conserve avec le revenu T3 à 720°C – 4h, entre les microstructures 90P et 90M (fig.IV.11.c). Dans ces mêmes configurations, on souligne de nouveau que dans le domaine de transition et pour une température d'essai donnée, l'énergie de propagation des microstructures P est plus élevée que celle des microstructures M. On tentera d'expliquer ce constat avec l'analyse des mécanismes physiques de la rupture à l'échelle macroscopique dans la section IV.5.1.

Contrairement aux configurations 130ksi et 90ksi, le comportement à rupture du 110M semble similaire à celui du 110P (fig.IV.11.b). **Puisque dans les configurations 130ksi et 90ksi ce sont les microstructures M, qui tendent à présenter une température de transition plus élevée, on peut considérer que le traitement T2 (665°C – 1h) a, de manière surprenante, considérablement amélioré la résistance à la propagation dans le domaine de transition du 110M.** Dans la suite on verra si cette amélioration peut s'expliquer avec les analyses fractographiques à l'échelle macroscopique (section IV.5.1) ou microscopiques (section IV.6.2).

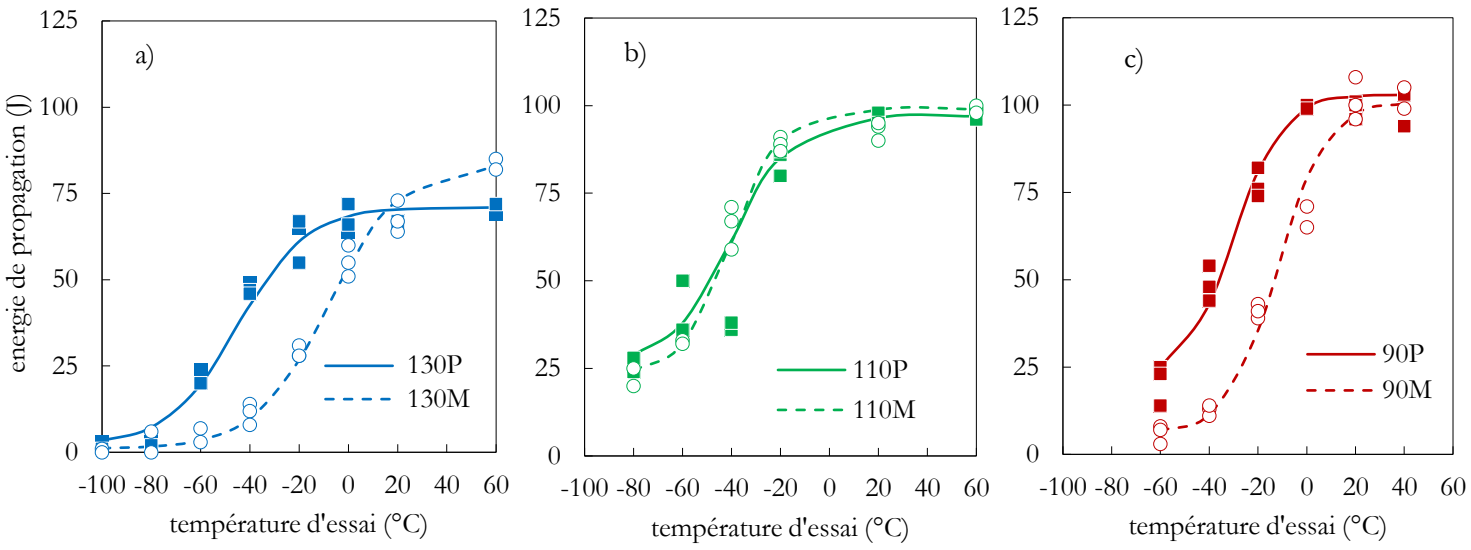


Figure IV.11 : Effet de la température d'essai sur l'énergie de propagation des microstructures : a) configuration 130ksi, b) configuration 130ksi et c) configuration 90ksi.

Dans le domaine de rupture ductile (à partir de 20°C), l'écart en énergie est marqué entre 130P et 130M, pourtant inexistant entre microstructures P et M des configurations 110ksi et 90ksi. L'explication la plus probable pour l'instant serait l'altération du contraste mécanique entre martensite et bainite lors des revenus T2 et T3, ce qui aurait conduit à un mécanisme physique de la rupture similaire entre les microstructures P et M des configurations 110ksi et 90ksi. Autrement dit, dans la configuration 130ksi, il semble que le 130P étant plus dure, localise la déformation plastique. Dans le 130M, le contraste mécanique entre martensite et bainite est important, ce qui favorise, lors de la propagation ductile, des zones où l'endommagement ductile est faible (martensite) et des zones où l'endommagement est plus important dans le volume (paquets de bainite supérieure). De ce fait, en plus du retard à l'amorçage causé par la présence de bainite supérieure, confère au 130M une énergie de propagation importante. Par contre, dans les configurations 110ksi et 90ksi, on a vu que le contraste mécanique entre martensite et bainite supérieure est altéré. On peut donc imaginer que le comportement vis-à-vis de l'endommagement ductile est le même entre les microstructures P et M, c'est ce qui peut expliquer que les énergies de propagation restent très proches entre 110P et 110M, puis 90P et 90M.

IV.4.3. Conclusions sur les énergies d'amorçage et de propagation

L'analyse complémentaire des courbes de transition à travers la contribution des énergies d'amorçage et de propagation nous a renseignés sur deux points essentiels : l'énergie d'amorçage varie peu avec la température d'essai dans le domaine exploré et c'est de la phase de propagation que découlent, à la fois, la transition ductile – fragile et l'écart en température de transition.

- Pour le premier point, l'énergie d'amorçage est indépendante du prélèvement, mais elle est une fonction de l'état de revenu, et donc de la matrice ; elle reste constante du fait des évolutions antagonistes, avec la température d'essai, des paramètres F_{max} et S_m. Néanmoins, l'énergie d'amorçage augmente avec le revenu, une augmentation en corrélation avec les paramètres de ductilité $A_{\%}$ et $Z_{\%}$, suggérant que ce sont les mêmes entités microstructurales qui seraient en jeu pour le comportement à rupture en traction uniaxiale (Chapitre III) et pour l'amorçage de la rupture en choc Charpy.

- Pour le second point, le cas particulier de la configuration 110ksi, où le comportement à rupture est proche entre les microstructures 110P et 110M, laisse penser à une amélioration de la résistance à la propagation dans le domaine de transition du 110M. Dans les configurations 130ksi et 90ksi, pour une température d'essai donnée, l'énergie à rupture est d'au moins 20J plus importante pour les microstructures P par comparaison aux microstructures M. On se propose d'analyse les mécanismes de rupture dans la partie suivante pour comprendre les différences observées sur les énergies de propagation.

IV.5. Mécanismes physiques de la rupture – Aspects macroscopiques

Cette partie est consacrée à l'étude des mécanismes de rupture observés à l'échelle du faciès de rupture dans son ensemble. On se propose d'analyser deux phénomènes observés à cette échelle à savoir : l'amorçage suivi de l'arrêt de clivage (section IV.5.1) et la propagation ductile en vague (section IV.5.2). Les deux phénomènes sont respectivement mis en évidence lors de la propagation de la fissure dans le domaine de transition et de rupture ductile. Leur étude est importante puisque les propriétés à rupture dépendent également du mécanisme de propagation de la fissure ; Li *et al.* 2018 [3] rappellent à juste titre que les propriétés finales à rupture, dans le domaine ductile notamment, incluent les énergies consommées durant les phases d'amorçage, de croissance des cavités et de propagation. On verra enfin que certaines observations faites précédemment trouveront leur explication à travers les analyses de cette partie.

IV.5.1. Domaine de transition ductile-fragile

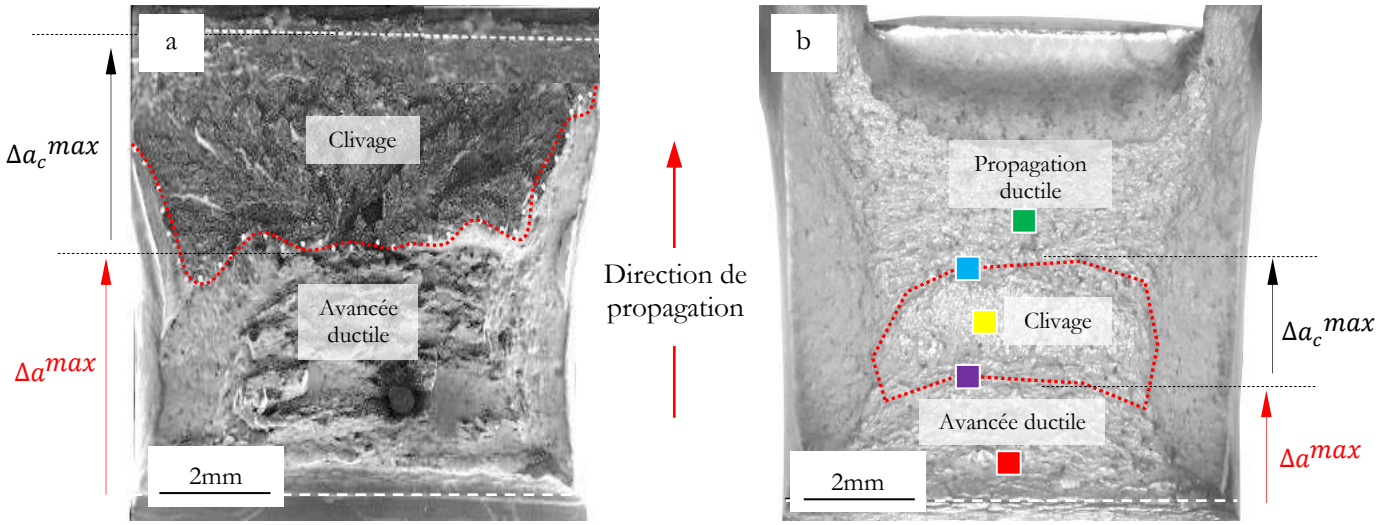
Dans un premier temps, on met en exergue les phénomènes d'amorçage et d'arrêt de clivage, observés sur les faciès de rupture, ensuite on analyse la contribution de ces derniers sur l'énergie totale à rupture et un mécanisme de propagation de la fissure dans le domaine de transition sera proposé. L'ensemble des images de faciès de rupture présentés dans cette section ont été prises à la binoculaire avec un grandissement ×32 ; la taille de ces images est 1360 × 1024 pixels.

Phénomène d'amorçage et d'arrêt du clivage : mise en évidence

La fig.IV.12 compare le faciès de rupture d'une éprouvette 90P (fig.IV.12.b) avec celle d'un acier de cuve pour réacteur nucléaire à eau sous pression 16MND5 (fig.IV.12.a). La raison principale de cette comparaison est que l'acier d'étude, dans la configuration 90ksi, présente des caractéristiques mécaniques (élastoplastique et à rupture Charpy) proches de celles de l'acier 16MND5. Précisons que les deux faciès sont ceux des essais Charpy à –20°C. Lorsqu'on observe la physique de la propagation, on voit qu'elle n'est pas la même. En effet, pour l'acier de cuve, la propagation se fait en deux phases : une avancée ductile, suivi d'une propagation instable par clivage. Par contre, en plus des deux phases mentionnées précédemment, le faciès du 90P (et celui des microstructures de l'étude plus généralement) présente un arrêt du clivage, suivi d'une propagation ductile en fin de rupture.

Précisons que l'arrêt de clivage n'est pas nouveau car il a fait l'objet de plusieurs études qui le proposent notamment comme paramètre supplémentaire pour l'étude de la sûreté des structures. Alain Genty, 1989 [4] a développé un essai de choc thermique, représentatif des conditions en service des réservoirs à eau sous pression en acier 16MND5, afin de provoquer, puis analyser l'arrêt de clivage sur des éprouvettes en anneau préfissurées. Dans le même contexte, Burdekin *et al.* 1999 [5] ajoute que la prise en compte du concept d'arrêt de clivage, en plus de l'amorçage, peut être intégré comme paramètre supplémentaire dans l'évaluation des structures

sous pression ayant une épaisseur allant jusqu'à 100mm. La particularité ici est que la plupart des études partent sur des géométries d'éprouvette relativement complexe alors qu'ici il s'agit des faciès de résilience. Le front de propagation est généralement en forme d'arc parce que la vitesse de propagation est plus élevée au centre de l'éprouvette comparé aux bords, on définit deux grandeurs caractéristiques : l'avancée ductile maximale, Δa^{max} et l'avancée maximale du clivage $\Delta {a_c}^{max}$.



$E = 167J$
$Rp_{0.2} = 497\ MPa$
$R_m = 615\ MPa$
$Z_{\%} = 75$

$E = 119J$
$Rp_{0.2} = 590\ MPa$
$R_m = 748\ MPa$
$Z_{\%} = 61$

Figure IV.12 : Faciès de rupture dans le domaine de transition ductile-fragile pour les nuances : a) acier 16MnNiMo5 d'après B. Tanguy, 2001 [6] et b) acier de l'étude (90P). Les essais ont été réalisés à -20°C et les boîtes en rouge, violet, jaune, cyan et vert indiquent les lieux des images sur la fig.IV.13.

Pour illustrer la transition entre les mécanismes de rupture durant la propagation, on présente sur la fig.IV.13 les observations faites à l'échelle microscopique sur les marqueurs de la fig.IV.12.b. Au début, on observe sur le faciès des cupules (fines et grossières) (fig.IV.13.a) qui traduisent un mécanisme de rupture ductile. Ensuite, la transition entre avancée ductile et amorçage du clivage est quasiment nette (fig.IV.13.b). La propagation du clivage se distingue par les facettes sur la fig.IV.13.c. L'arrêt de clivage semble se produire à la suite de cisaillement, avec une zone étendue sur environ 20µm (fig.IV.13.d) sur laquelle aucune cupule n'a été identifiée. Au final, la propagation de la fissure se termine par la rupture ductile (fig.IV.13.e).

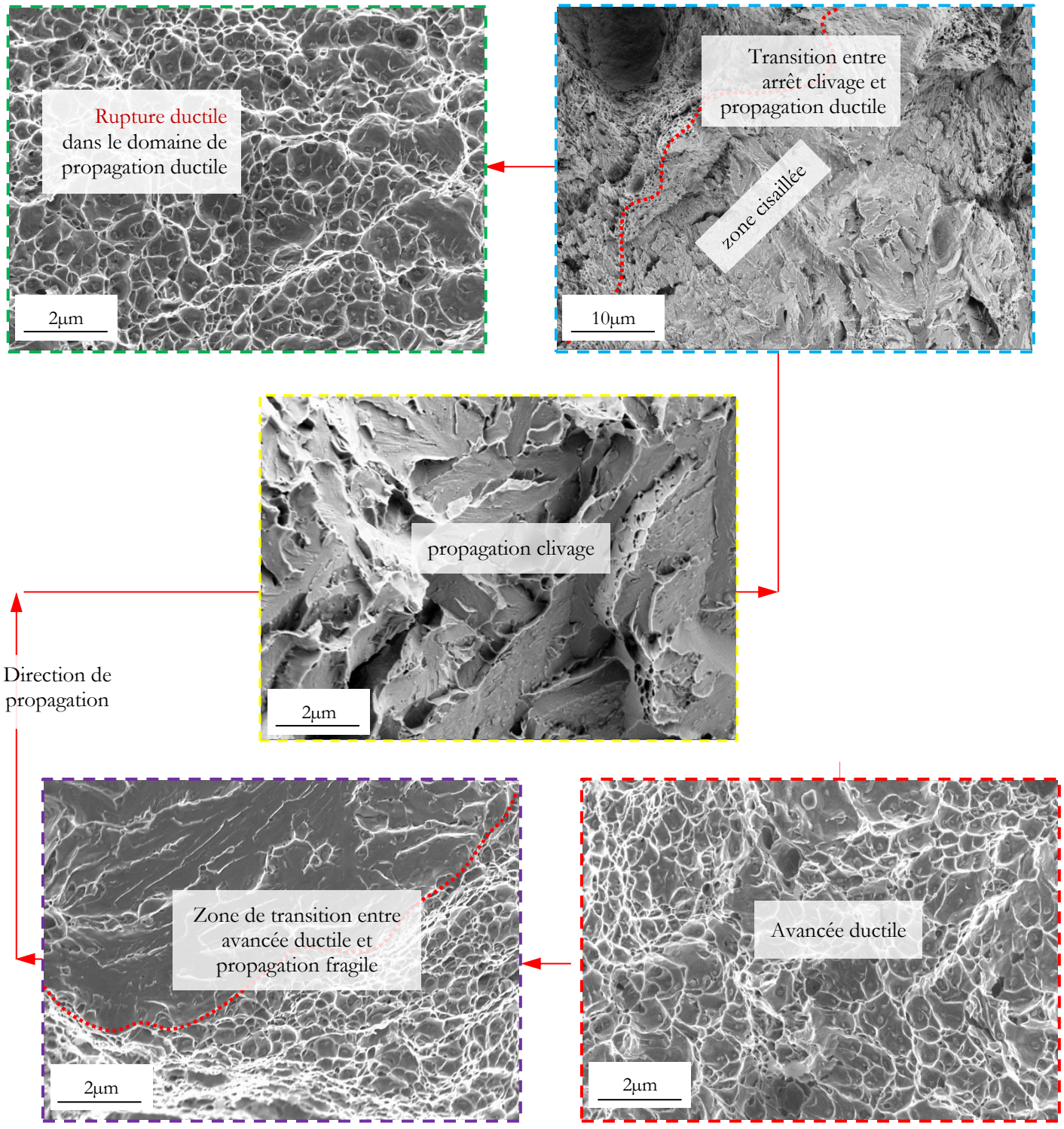


Figure IV.13 : Mécanismes physiques de rupture lors des phases de propagation de la rupture. Cas d'un essai Charpy à -20°C sur le 90P (énergie à rupture 119J). La propagation se lit de bas en haut en suivant la flèche rouge.

Contribution des phénomènes d'amorçage et d'arrêt du clivage sur l'énergie

On se propose d'examiner la contribution des deux phénomènes à travers les grandeurs caractéristiques Δa^{max} et $\Delta a_c{}^{max}$. On présente sur la fig.IV.14 les faciès de rupture et les mesures correspondantes à chacune des microstructures. Deux raisons nous ont conduit à choisir les faciès à considérer dans cette comparaison : a) On a vu que le domaine de transition s'étend de -140°C à +20°C environ, cependant il semble difficile, à l'échelle du faciès entier, de différencier les zones ductiles et clivées sur les faciès au-delà de 0°C et en dessous de -80°C ; b) dans le tableau IV.1, les températures de transition en cristallinité des microstructures 130M, 110P, 110M et 90P sont respectivement -35°C, -70°C, -70°C et -50°C, or aucun essai n'a été réalisé à ces températures. On a donc fait le choix de retenir, comme représentatifs, les faciès de rupture des essais réalisés aux températures immédiatement supérieures, à savoir -20°C pour le 130M et -60°C pour les microstructures 110P, 110M et 90P. Tous les faciès de rupture aux températures de transition sont encadrés en traits interrompus courts sur la fig.IV.14, sur la même figure, les zones de clivage sont délimitées par les pointillés rouges. Précisons enfin qu'après analyse à l'œil nu des trois faciès de rupture par température d'essai, un seul faciès a été retenu et les mesures réalisées sur ce dernier ont permis de dégager une tendance qui soit jugée assez représentative des modes de rupture macroscopique. On a choisi de préciser l'évolution de Δa^{max} sur les faciès du 90P car c'est celui sur lequel elle est davantage marquée. Le tableau IV.2 récapitule les mesures d'avancée du clivage $\Delta a_c{}^{max}$ sur l'ensemble des faciès de rupture. De manière globale, l'avancée maximale du clivage diminue lorsque la température d'essai augmente.

Tableau IV.2 : Récapitulatif des avancées maximales du clivage (en mm) sur l'ensemble des faciès de rupture du domaine de transition. Les valeurs sont en millimètres et le signe – indique l'absence de clivage.

	T1 (600°C – 3h)		T2 (690°C et 665°C – 1h)		T3 (720°C – 4h)	
Température d'essai (°C)	130ksi		110ksi		90ksi	
	130P	130M	110P	110M	90P	90M
0	-	4.8	-	-	-	3.4
-20	-	-	-	-	2.5	5.6
-40	3.1	6.7	4.0	4.1	3.2	5.8
-60	5.6	7.7	5.0	5.7	5.7	6.4
-80	6.4	7.8	5.5	5.9	5.9	7.2

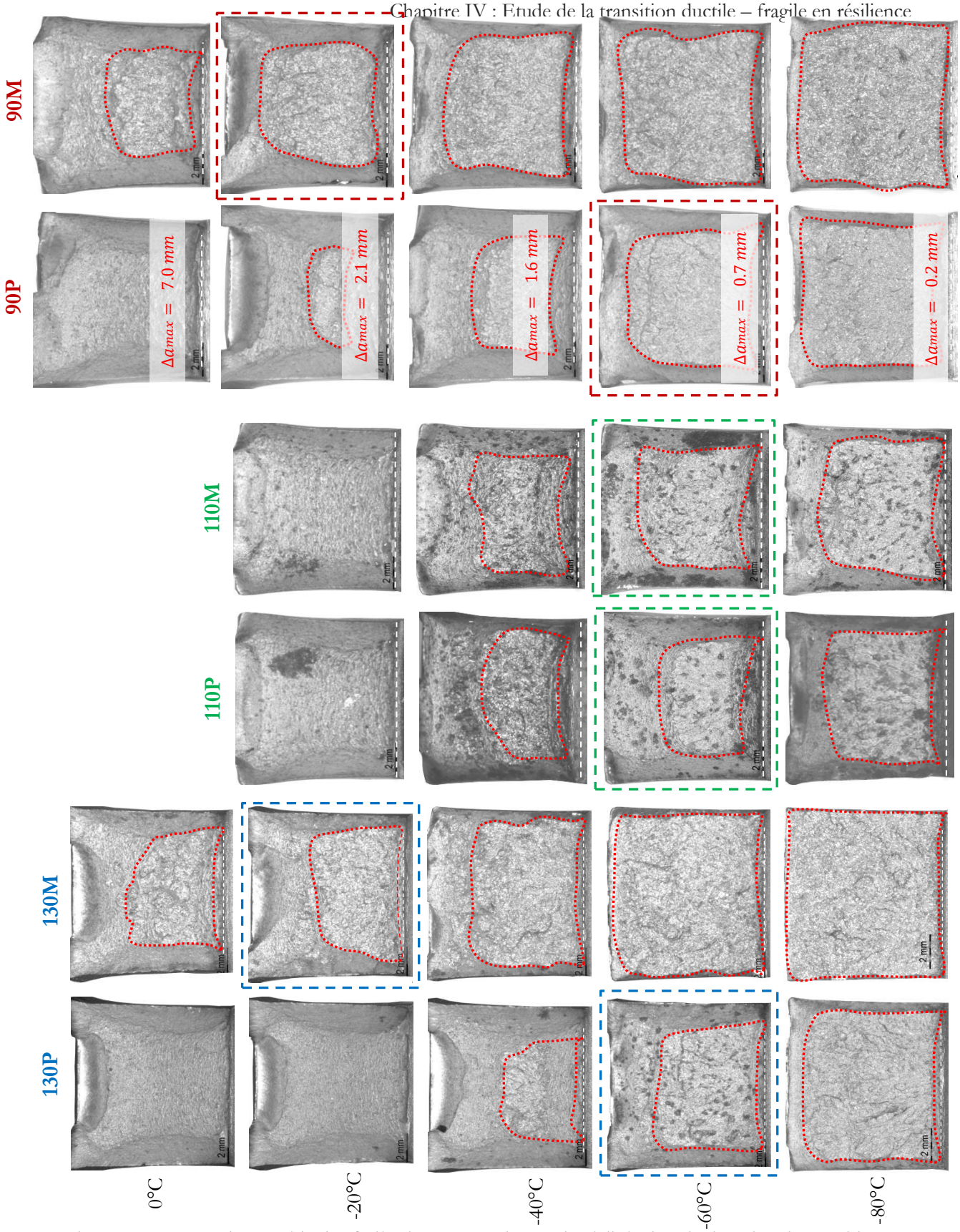


Figure IV.14 : Vue d'ensemble des faciès de ruptures des essais réalisés dans le domaine de transition.

On remarque également un effet du prélèvement (variabilité 1) sur la physique de la propagation de la fissure. En effet, lorsque la température d'essai augmente, l'avancée ductile Δa^{max} augmente également sur les faciès des microstructures P, alors qu'elle varie peu sur ceux des microstructures M ; cet effet est marqué dans la configuration 90ksi. Lorsque la température d'essai augmente, il se produit à la fois une augmentation de Δa^{max} et une diminution de ${\Delta a_c}^{max}$ sur les faciès des microstructures P, alors que celui des microstructures M présente uniquement une diminution de ${\Delta a_c}^{max}$. On peut donc proposer, pour le domaine de transition, un scénario de propagation qui dépend du prélèvement des microstructures :

P → Avancée ductile + propagation clivage + arrêt clivage + propagation ductile

M → (très faible avancée ductile) + propagation clivage + arrêt clivage + propagation ductile

IV.5.2. Domaine de rupture ductile

Du point de vue de la mécanique de la rupture, l'impact du couteau sur l'éprouvette de résilience conduit à l'ouverture de l'entaille en mode I, ce qui impliquerait une propagation plane de la fissure suivant le plan travers. Or la propagation ductile sur les faciès des éprouvettes étudiées indique une succession de déflexions de la fissure, on observe précisément un profil en zig zag avec une orientation de 45° environ par rapport au plans travers (RT), on parlera dans la suite de « propagation en vagues ». La fig.IV.15.a présente une illustration du phénomène sur un faciès du 130P obtenu à la température ambiante.

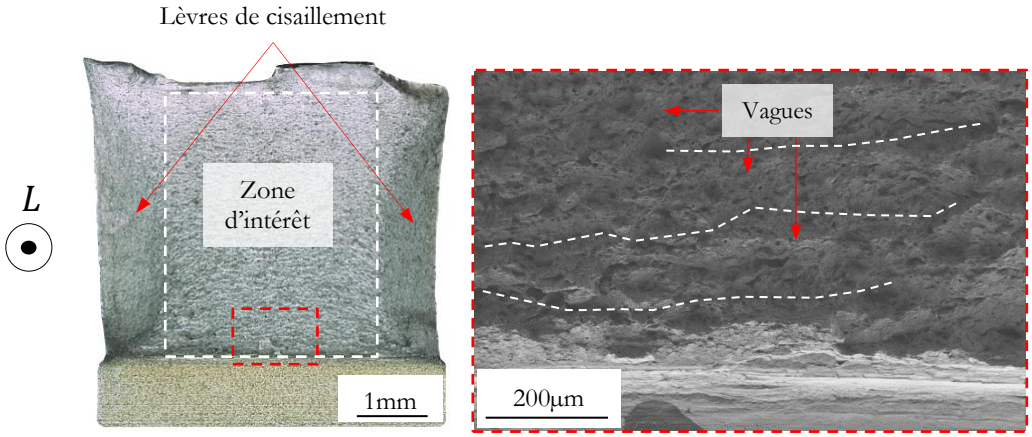


Figure IV.15 : Mise en évidence du phénomène de propagation en vague sur le plan travers RT.

La propagation en vague est connue dans la littérature. Li *et al.* 2018 [3] ont par exemple étudié ce phénomène, au moyen de la tomographie 3D, sur des aciers 4340 présentant différents niveaux de résistance et de ténacité. Dans ladite étude, des échantillons ont été austénitisés à

860°C pendant 30 min puis trempés et les microstructures ont été fabriquées en variant la température de revenu. Pour trois microstructures revenues à 180°C, 350°C et 500°C, des essais de flexion 3 points quasistatique ont été réalisés sur des éprouvettes préfissurées, ces derniers ont été interrompus à 0.8 fois la charge maximale. Comme on peut le voir sur la fig.IV.16, la propagation de la fissure se fait de manière plane (clivage et ductile à plat) pour l'éprouvette revenue à 180°C, une alternance entre déflection (ductile) et propagation plane (clivage) est observée pour l'éprouvette revenue à 350°C alors que l'éprouvette revenue à 500°C présente une propagation ductile en vagues. Ces observations montrent l'effet de la température de revenu sur la propagation en vagues, à savoir que l'augmentation de cette température conduit à un état microstructural qui favorise la formation des vagues.

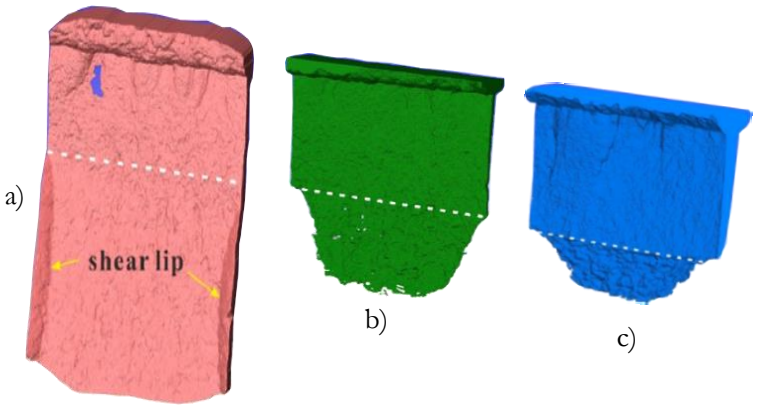


Figure IV.16 : Images de tomographie 3D des rayons X des éprouvettes de ténacité d'un acier 4340 revenues à : a) 180°C, b) 350°C et c) 500°C par Li et *al.* 2018 [3].

La fig.IV.17 présente la vitesse de propagation des trois éprouvettes précédentes, la zone critique d'instabilité a été estimée dans l'étude comme étant atteinte à la charge maximale. Avant la charge maximale, la différence en extension de fissure entre microstructures revenus à 180°C et à 350°C n'est pas marquée, la différence intervient dès que la charge maximale est atteinte. Pour la microstructure revenue à 180°C, le niveau important de la limite d'écoulement ne favorise pas la mobilité des dislocations, ce qui aurait conduit à la formation d'une petite zone plastique en pointe de fissure, d'où une contrainte locale supérieure à celle de clivage et une propagation instable par clivage. Le cas de la microstructure revenue à 500°C serait attribuable à l'émission puis à la mobilité des dislocations lors de la croissance des cavités, d'où un émoussement de la pointe de fissure lors de sa propagation, une contrainte locale inférieure à celle de clivage et une propagation ductile stable. La propagation de la fissure dans la microstructure revenue à 350°C quant à elle résulte d'une combinaison des deux phénomènes précédents.

L'étude de Li *et al.* nous enseigne que la contribution de la microstructure sur le mode de propagation est à considérer. En effet, on constate qu'à partir d'un revenu à 500°C, les

microstructures présentent une propagation ductile en vague qui induit une avancée de fissure réduite donc une augmentation de l'énergie absorbée ; clairement, la rupture ductile en vague est plus souhaitable que le clivage. L'origine du type de propagation serait liée au niveau de résistance de la matrice, à travers la limite d'écoulement ; en ce sens que dans les microstructures à haute limite d'écoulement, l'émission des dislocations en pointe de fissure n'est pas suffisante, la contrainte locale atteint rapidement celle de clivage et la fissure tend à se propager à travers les plans de clivage, alors que les matrices moins dures favorisent l'émission et la mobilité des dislocations en pointe d'entaille.

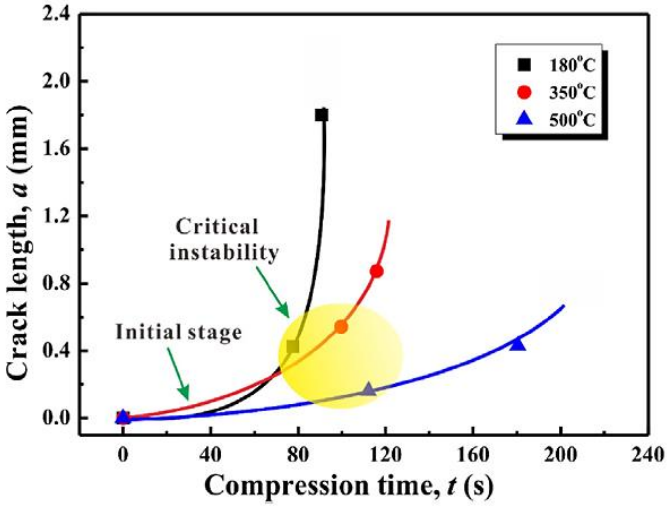


Figure IV.17 : Evolution de la vitesse de propagation de la fissure pour les différents niveaux de revenu d'un acier 4340 par Li et *al.* 2018 [3].

Pour comparer les faciès en vague étudiés ici, une zone d'intérêt de dimension 6 × 8 mm^2 a été définie en rognant les lèvres de cisaillement sur la vue macroscopique ; on a observé en effet que la largeur de ces dernières ne varie pas d'un faciès à un autre. Sur la fig.IV.15.b, on voit que le profil des vallées (indiqués avec les traits interrompus courts) est assez tortueux. On a tout même réalisé plus de 20 mesures de largeur de vagues sur ImageJ, les résultats indiquent que la largeur des vagues se situe entre 100 et 200 μm. Dans la suite de cette section, on analysera le lien entre énergie à rupture et paramètre topographique, on verra si l'apparition des vagues est due à la vitesse de sollicitation ou à la direction de propagation, enfin on évaluera l'effet du prélèvement sur le coût (en joules) d'une avancée ductile en vagues.

Lien entre paramètres topographiques et énergie totale à rupture (microstructures P)

Trois faciès de rupture d'essais réalisés à l'ambiante ont été analysés par microtopographie 3D. Ils ont été choisis par rapport à leurs différences en énergie totale à rupture et parce qu'ils sont issus d'essais réalisés au plateau ductile. On a fait le choix de consacrer cette étude aux

microstructures P, car on a vu au Chapitre II qu'elles sont martensitiques et donc homogènes, ce qui permet de s'affranchir de l'effet des constituants de la microstructure. Les faciès concernés sont ceux des éprouvettes prélevées en sens long LT pour les microstructures 130P (95J), 110P (136J) et une éprouvette d'un essai sur 110P (158J). L'appareil est une station de mesure modulaire haute résolution, dotée d'un crayon de mesure par fibre optique sans contact. Les paramètres de mesure ont été définis comme suit : le pas de mesure de 15µm, une cadence de 100Hz et une vitesse de balayage constante et égale à 1.5mm.s^{-1}. Pour chacun des faciès, les paramètres topographiques extraits sont : la rugosité arithmétique de la surface S_a, le profil de hauteur maximale S_p et la largeur moyenne des profils R_{sm}, compris ici comme la largeur moyenne des vagues. La définition des deux derniers paramètres et l'illustration des trois profils extraits le long de la direction de propagation sont fournies sur la fig.IV.18. Le résultat des mesures est présenté sur la fig.IV.19. À première observation, les vagues sont davantage marquées et les vallées tortueuses quand l'énergie totale à rupture augmente.

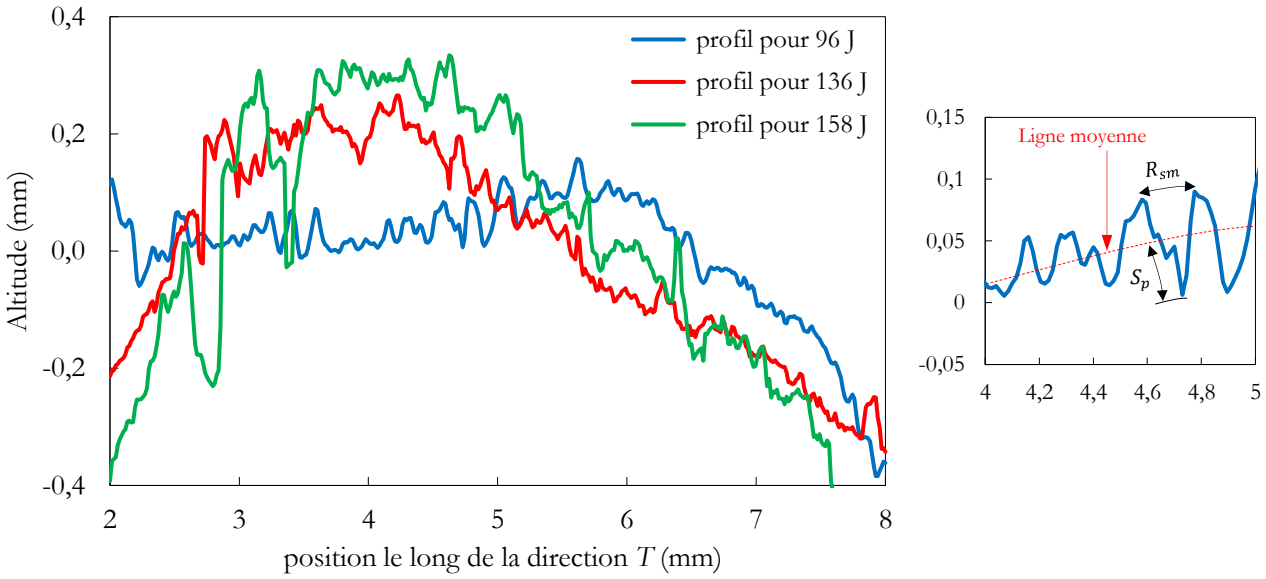


Figure IV.18 : Profil extrait dans la direction de propagation de la fissure à mi-épaisseur des éprouvettes.

L'évolution des trois paramètres topographiques est rapportée dans le tableau IV.3. La rugosité arithmétique et la hauteur maximale des vagues augmentent avec l'énergie totale à rupture. Dans le même temps, le paramètre R_{sm} varie peu, ce qui laisse penser que la largeur des vagues ne varie pas avec l'énergie à rupture ; il semble plutôt que l'augmentation de l'énergie totale à rupture soit en corrélation avec la hauteur maximale des vagues, traduite par l'augmentation relative de S_p. Ce résultat semble paradoxal puisqu'il ne traduit pas les observations faites sur la fig.IV.19.c ; il est envisageable que la taille de filtre (2.5µm) considérée ici ne soit pas adaptée pour capter la variation de largeur des vagues.

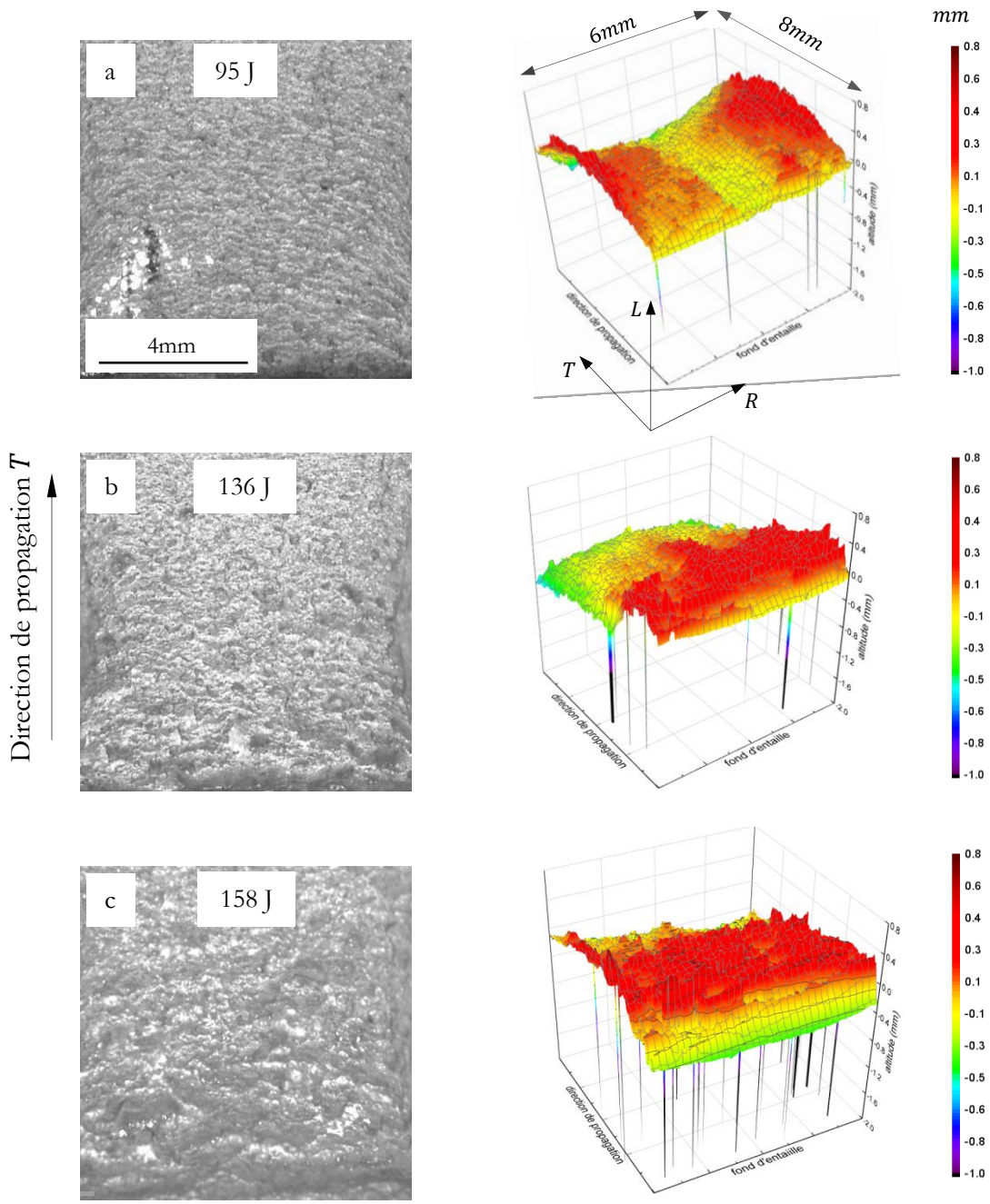


Figure IV.19 : Zone d'intérêt et mesures topographiques correspondantes des faciès de rupture sur le plan travers *RT*, cas des microstructures a) 130P (95J), b) 110P (136J) et c) 110P (158J). Les vues macroscopiques sont au même grandissement.

Tableau IV.3 : Récapitulatif des paramètres topographiques des faciès de rupture.

Paramètres topographiques	T1 (600°C – 3h)		T2 (665°C – 1h)	
	130P		110P	
	130P LT	130P TR	110P LT	110P LT
$Kv\ (J)$	95	96	136	158
S_a	0.13	0.13	0.17	0.20
S_p	0.51	0.48	0.53	0.69
R_{sm}	0.16	0.15	0.20	0.17

Effet de la direction de propagation de la fissure sur le profil en vague

La fig.IV.20 présente un faciès de rupture d'une éprouvette 130P prélevée en sens TR (fig.IV.1) pour que la fissure se propage sur le plan où les bandes de ségrégation sont parallèles. On peut observer que la direction de propagation n'a pas d'effet sur l'apparition des vagues. Si on compare les valeurs des paramètres topographiques obtenues ici avec celles de l'éprouvette en sens long LT, ils apparaissent insensibles à la direction de propagation. Ce commentaire s'appuie sur le tableau IV.3. En plus de l'isotropie transverse de comportement élastoplastique relevée au Chapitre III, section III.3.1, les résultats présentés ici suggèrent une isotropie transverse en comportement à rupture.

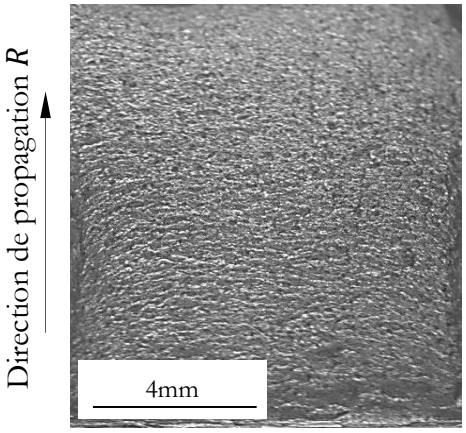


Figure IV.20 : Propagation en vague dans le sens R d'un essai Charpy d'une éprouvette 130P à la température ambiante.

Effet de la vitesse de sollicitation sur la propagation en vague

Les courbes des essais de flexion trois points en quasi-statique à la température ambiante sur les éprouvettes 130P et 130M ont été superposées à celles des essais Charpy instrumentés ;

c'est l'illustration de la fig.IV.21. Précisons que sur la même figure, les ondulations en fin d'essai du 130P sont des artefacts de mesure. On note une sensibilité positive à la vitesse de sollicitation qui se traduit par une augmentation de F_{max}. Les valeurs récapitulées dans le tableau IV.4 donnent les différences majeures entre essais quasi-statiques et Charpy. On voit qu'en plus de F_{max}, le déplacement S_m est plus important lors des essais rapides. Ces résultats sont en corrélation avec l'effet de la vitesse sur le comportement en traction tel qu'on l'a vu au Chapitre III, section III.3.5. L'augmentation de ces deux paramètres entraîne celle de l'énergie d'amorçage E_a.

Globalement, on note une baisse des performances en rupture lors des essais quasi-statiques par rapport aux essais rapides, marquée par une diminution de 42% et 32% de l'énergie totale à rupture pour les microstructures 130P et 130M respectivement. Les tendances présentées ici confirment celles relevées au Chapitre III, en ce sens que l'acier d'étude présente de meilleures performances lors des sollicitations rapides, du moins dans la gamme des essais réalisés. Même si les mesures topographiques n'ont pas été faites pour les faciès des essais rapides, sur la fig.IV.22, on voit aussi à la fois que les vagues apparaissent plus marquées avec l'augmentation de la vitesse de sollicitation, et à une vitesse donnée, elles sont plus marquées pour le 130M comparé au 130P.

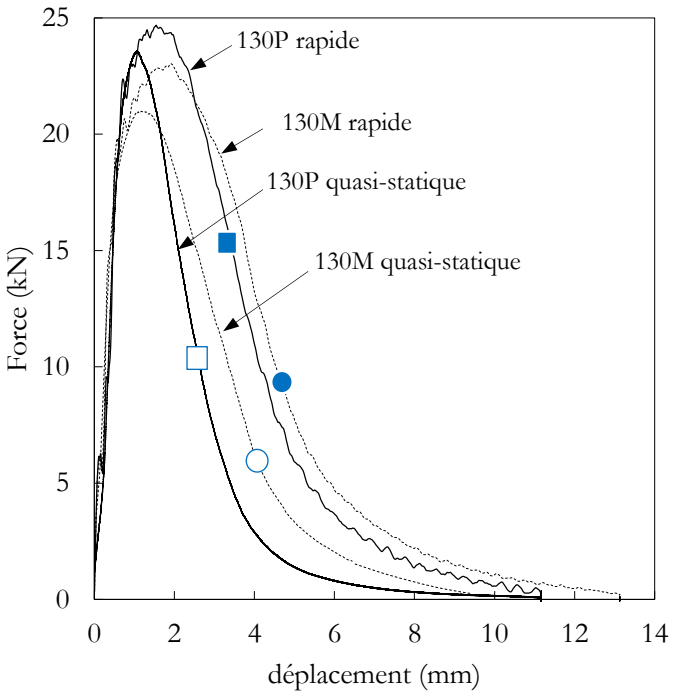


Figure IV.21 : Courbes charge-déplacement des essais à la température ambiante en conditions quasi-statique et rapide. Les essais ont été réalisés sur des éprouvettes en sens long LT.

Tableau IV.4 : Comparaison entre les propriétés à rupture des essais Charpy en condition statique et dynamique. Les résultats concernent les essais à l'ambiante. Les intervalles de valeurs sont des dispersions de mesure sur le nombre d'essais.

		$F_{max}\ (kN)$	$S_m\ (mm)$	$E_a\ (J)$	$E_P\ (J)$	$E_T\ (J)$
Rapide $5m.s^{-1}$	130P	25	1.5	28	67	95 ±1
	130M	23	1.9	36	68	104 ±5
Quasi-statique $3\mu m.s^{-1}$	130P	23	1.3	22 **-20%**	33 **-50%**	55 ±1 **-42%**
	130M	21	1.1	17 **-53%**	54 **-20%**	71 ±2 **-32%**

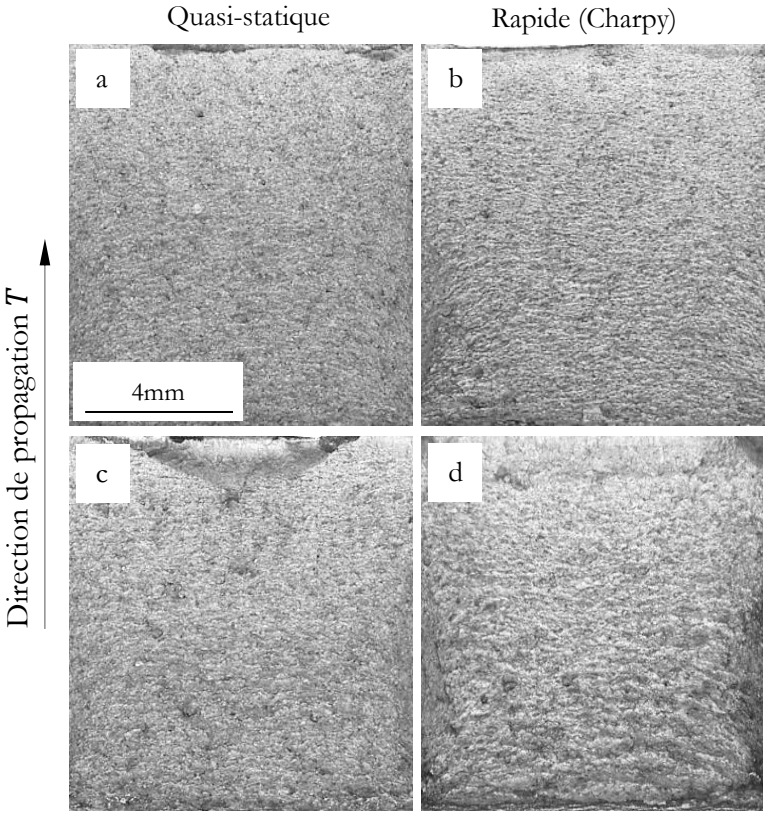


Figure IV.22 : Effet de la vitesse de sollicitation sur la propagation par vagues dans la direction. En sollicitation quasi-statique a) 130P et c) 130M, sollicitation rapide : b) 130P et d) 130M. Les quatre images sont au même grandissement.

Contribution de l'avancée ductile en vague à l'énergie à rupture – effet du prélèvement

On a vu précédemment que les vagues sont intrinsèques à la barre étudiée, car leur apparition est insensible au prélèvement et à la direction de propagation dans le plan travers. De ce fait, pour une configuration donnée, on souhaite évaluer le coût en énergie de l'avancée ductile en vague entre les microstructures 130P et 130M. On a précisé dans la section IV.2.2 que ces essais ont été réalisés sur mouton pendule manuel de 50J, de manière à imposer à l'éprouvette une énergie (réglable) suffisante pour une avancée ductile donnée. On peut voir que l'énergie totale à rupture par unité d'aire est la même (fig.IV.23.a), ce qui nous conforte dans le choix des dimensions des mini-éprouvettes. En effet, les résultats seront considérés comme extensibles sur les éprouvettes Charpy classiques.

Pour la configuration 130ksi, on a vu dans la section IV.4.1 que l'énergie d'amorçage sur éprouvette normalisée est proche de 25J, or on ne disposait pas de l'énergie d'amorçage pour les mini-éprouvettes. Des essais de résilience sur deux mini éprouvettes à l'aide du mouton pendule normalisé ont permis de déterminer leurs énergies E_a et E_p respectives. Les résultats présentés sur la fig.IV.23.b indiquent le rapport d'énergies entre éprouvettes normalisées et mini-éprouvettes ; c'est à partir de ces derniers que l'énergie à imposer aux mini-éprouvettes pour créer une avancée ductile donnée a été estimée.

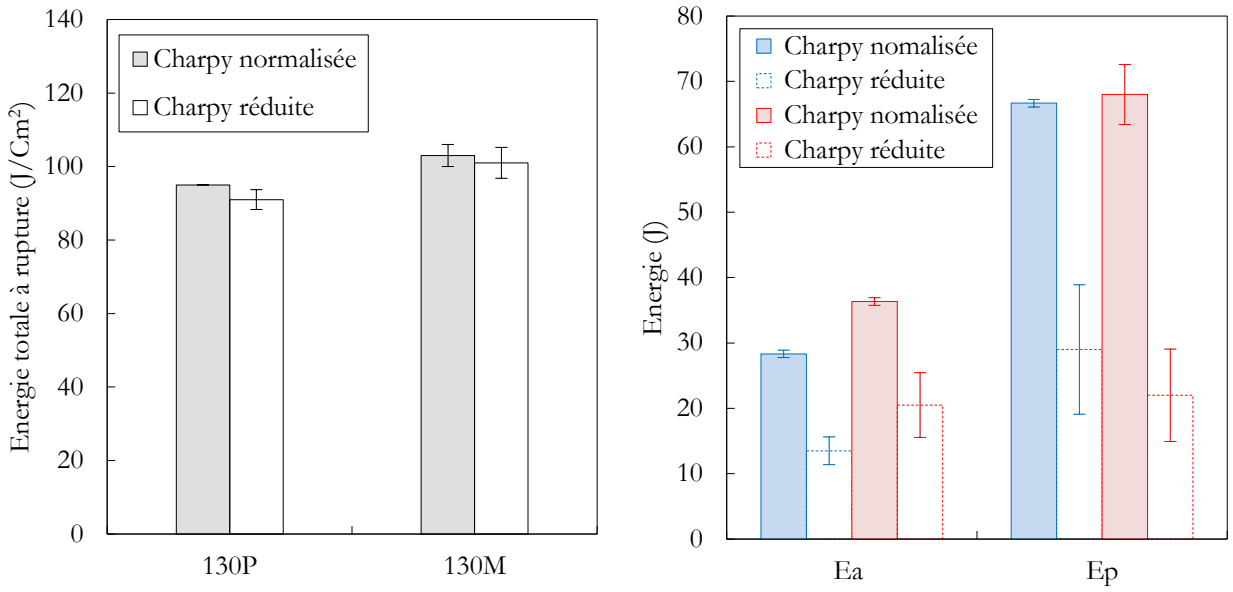


Figure IV.23 : a) Effet de la dimension des éprouvettes Charpy sur les énergies à rupture par unité d'aire des essais Charpy entre éprouvettes normalisées et éprouvettes réduites, b) Comparaison des énergies d'amorçage et de propagation.

La fig.IV.24 présente les faciès de rupture des mini-éprouvettes pour chacun des essais. Remarquons que les vagues sont toujours observées et qu'à énergie égale, elles sont davantage marquées sur les microstructures M. Ici les mesures d'avancée ductile ont été faites conformément à la fig.IV.7.b et les résultats de ces mesures sont mis en relation avec les énergies de propagation correspondantes sur la fig.IV.25. Pour une énergie de propagation donnée, l'avancée ductile est plus élevée pour le 130M comparé au 130P. Pour comprendre cette différence en avancée ductile, remarquons que sur la fig.IV.11, l'énergie de propagation à la température ambiante est la même entre 130P et 130M. Aussi, on a vu au Chapitre III que le plateau athermique est conservé de +20°C à+80°C et que dans cette plage de température il n'y a pas de différence marquée en comportement élastoplastique et en réduction de diamètre, on ne devrait donc pas s'attendre, à priori, à un effet marqué pour un comportement à rupture 100% ductile. Ajoutons que les avancées ductiles mesurées ici incluent les phases d'amorçage et de propagation de la fissure ; et on a vu sur la fig.IV.8 que du point de vue global, les courbes de transition en énergie et en cristallinité prévoient un 130M au-dessus du 130P à la température ambiante, avec respectivement 10J et 5% de cristallinité. Ces éléments mis bout à bout indiquent que même si l'énergie de propagation peut être la même entre 130P et 130M, l'avancée ductile plus importante pour les éprouvettes 130M peut s'expliquer par des micro-avancées de clivage sur les 5% de cristallinité. Les résultats montrent également une capacité intéressante du 130M à absorber de l'énergie au même titre que le 130P, malgré des zones de clivage.

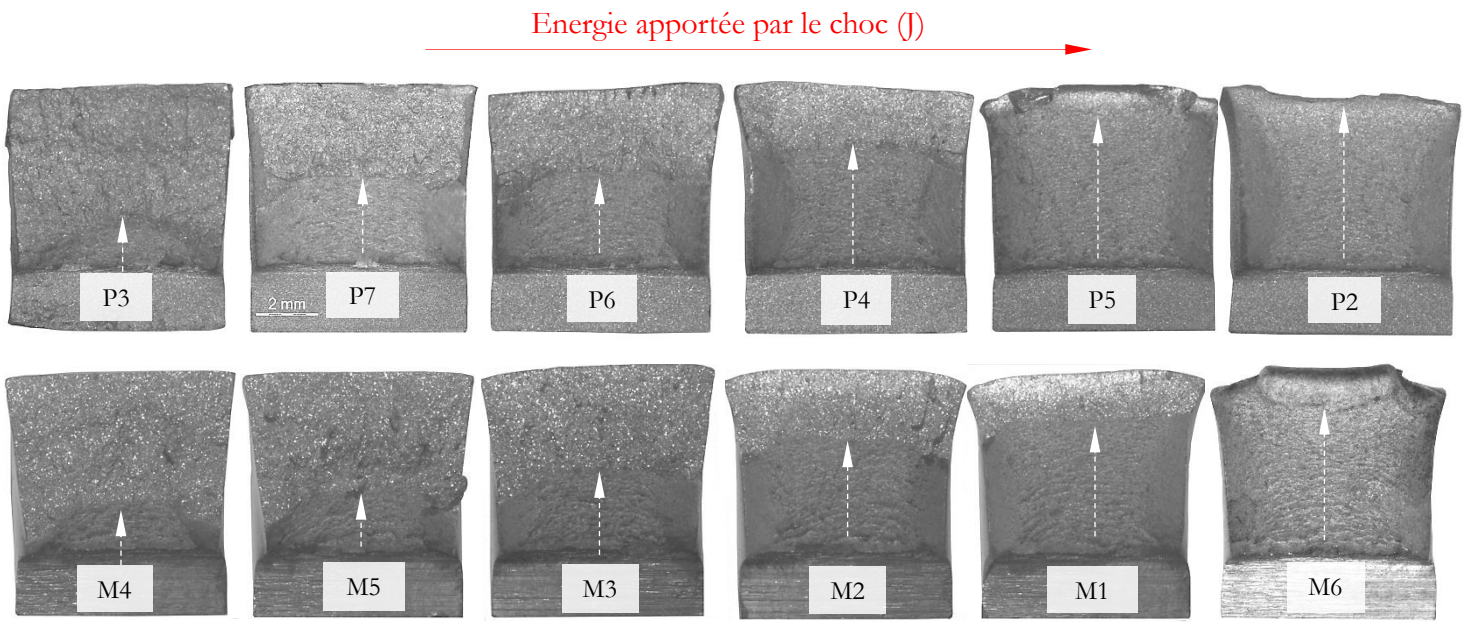


Figure IV.24 : Illustration de l'étendue des avancées ductiles sur les faciès de rupture des mini-éprouvettes. La direction ***T*** est celle de propagation de la fissure.

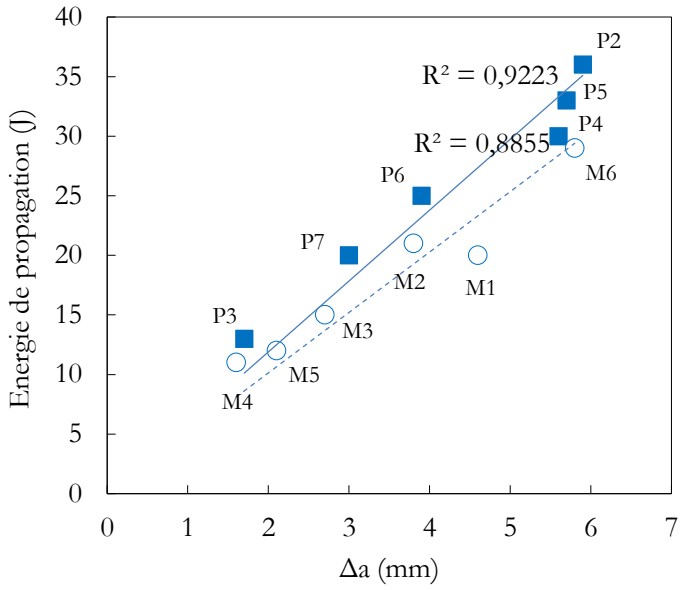


Figure IV.25 : Evolution de l'énergie de propagation avec l'avancée ductile des éprouvettes Charpy réduites.

IV.5.3. Conclusions sur les mécanismes de rupture à l'échelle macroscopique

Dans cette partie on a analysé les mécanismes de rupture à l'échelle macroscopique, en particulier les phénomènes d'amorçage suivi de l'arrêt de clivage dans le domaine de transition et la propagation ductile en vague sur le plateau ductile.

Dans le domaine de transition ductile – fragile, on peut affirmer qu'à une température donnée, l'énergie à rupture des microstructures P est plus élevée que celle des microstructures M, du fait à la fois de l'amorçage tardif du clivage et de son arrêt qui se produit plus tôt dans les microstructures P comparé aux microstructures M. Cette phénoménologie s'applique bien dans les configurations 130ksi et 90ksi. Dans la configuration 110ksi, même si l'avancée du clivage est légèrement plus importante sur le faciès du 110M comparé à celui du 110P, leurs énergies à rupture sont assez proches. Clairement, il faut aller au-delà des observations macroscopiques pour comprendre l'origine de l'amélioration de la résistance à la propagation dans le 110M.

Dans le domaine de rupture ductile, la propagation en vague est indépendante de la direction et de la vitesse de sollicitation ; elle est inhérente au matériau de l'étude. Les vagues apparaissent néanmoins plus marquées avec l'augmentation de la température de revenu et de la vitesse de sollicitation ; ces effets sont en corrélation avec une augmentation de la hauteur des vagues. On a également noté un effet de la microstructure, avec des vagues davantage marquées sur les faciès des microstructures M comparé aux microstructures P. On peut retenir que la formation des vagues découle d'un état microstructural où l'émission des dislocations est suffisante pour que la contrainte locale soit faible devant celle de clivage.

IV.6. Mécanismes physiques de la rupture – Aspects microscopiques

À la suite des mécanismes de rupture à l'échelle du faciès, on se propose dans cette partie d'analyser les mécanismes de rupture sur le plateau fragile (section IV.6.1), dans le domaine de transition (section IV.6.2) et sur le plateau ductile (section IV.6.3). L'idée est de dégager, pour chaque domaine, les entités microstructurales qui gouvernent la rupture et s'appuyer sur ces dernières pour proposer un lien quantitatif entre microstructure et propriétés à rupture.

IV.6.1. Domaine de rupture fragile

Le tableau IV.1 nous a enseigné que sur le plateau fragile (-196°C), l'énergie à rupture dépend du prélèvement, avec des moyennes de 12J et 6J respectivement pour les microstructures P et M. La résistance à la rupture fragile étant essentiellement due à la résistance à l'amorçage de fissure, on va s'intéresser particulièrement aux entités microstructurales responsables du déclenchement du clivage.

Les fig.IV.26.a et fig.IV.26.b présentent les vues macroscopiques des faciès de rupture d'éprouvettes 130P et 130M à -196°C. Précisons que les faciès des trois éprouvettes ont dans un premier temps été observés à l'œil nu, puis celui ayant l'énergie intermédiaire a été retenu comme représentatif des autres et c'est sur ce dernier que les études fractographiques ont été menées. Le foyer d'amorçage du clivage a été identifié en remontant les rivières macroscopiques jusqu'à leur domaine de convergence. Seul un faciès a été retenu par éprouvette pour l'étude fractographique et sera considéré comme représentatif des modes de rupture observés. De manière générale, le foyer d'amorçage se situe à environ 300µm à partir du fond d'entaille. On a constaté que pour le cas particulier des microstructures M, dans la zone où convergent les rivières macroscopiques, il peut y avoir jusqu'à trois foyers d'amorçage potentiels. On suggère comme hypothèse que le site d'amorçage le plus proche du fond d'entaille serait le premier. On présente sur la fig.IV.27 le foyer d'amorçage du clivage pour l'ensemble des six microstructures. Des images de taille 1024 × 728 ont été prises aux MEB – FEG en électrons secondaires aux grandissements ×10.000 et ×25.000 respectivement pour les vues globales et de détail. Les paramètres d'observation retenus sont : la tension d'accélération des électrons de 5kV et la distance de travail d'environ 5mm.

Dans la configuration 130ksi, l'amorçage du clivage sur le 130P s'est vraisemblablement produit par **décohésion locale d'un ex-joint de grain d'austénite primaire** ; c'est l'illustration sur la fig.IV.27.a. Cette affirmation s'explique par des facettes équiaxes de taille proche de 1µm dépourvues de rivières où on retrouve par endroits une dispersion de particules de même taille et de même forme que les carbures, mais aussi des cavités, probables ex-logements de carbures. Le faciès de rupture du 130M présenté sur la fig.IV.27.b montre plusieurs facettes de clivage de taille comprise entre 2 – 10 µm. La forme et la taille de ces facettes est similaire à celles observées par exemple : par Lambert-Perlade et *al.* 2004 [7] sur le faciès des éprouvettes axisymétriques entaillées d'un acier bainitique à -160°C, puis par Wu et *al.* 2014 [8] sur le faciès des éprouvettes de flexion quatre points d'un acier bainitique SA508 à -160°C et -196°C : **leur forme laisse**

penser au clivage des paquets de bainite supérieure. Pour le cas du faciès 130M observé, la remontée des rivières sur facettes de clivage de la bainite supérieure n'a pas permis d'identifier une particule apparente qui aurait amorcé le clivage, il est envisageable qu'elle soit restée sur le faciès non observé ou qu'elle soit sous-jacente à la surface de rupture. On a également observé très localement par endroits des rattrapages ductiles.

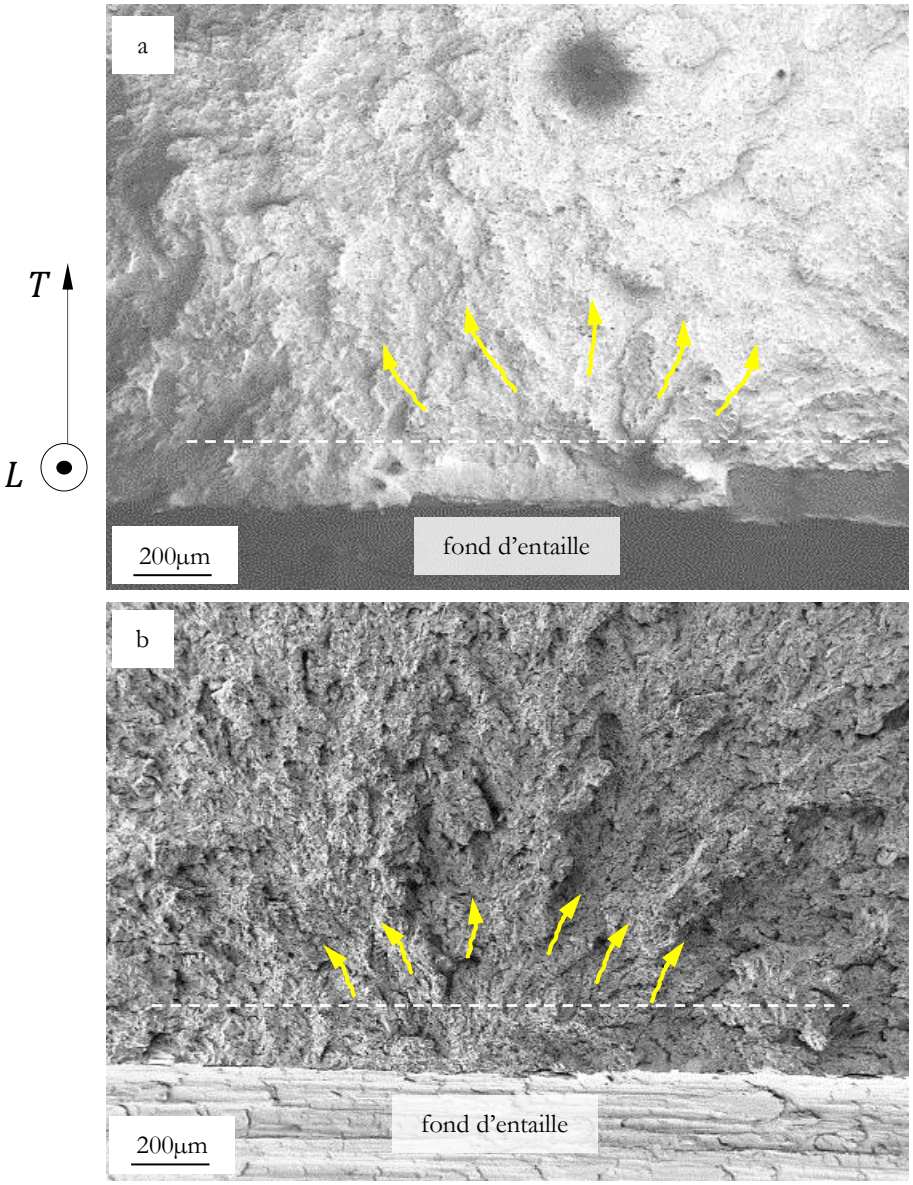


Figure IV.26 : Vue macroscopique des faciès de rupture à -196°C des microstructures a) 130P et b) 130M montrant une zone d'amorçage relativement large avec les sites d'amorçage potentiels. Les flèches jaunes indiquent la première propagation.

Dans la configuration 110ksi, on observe encore une nouvelle facette typique d'une décohésion d'un ex-joint de grain austénitique pour le 110P (fig.IV.27.c), avec la particularité que le nombre de ces facettes est réduit à un seul foyer d'amorçage probable, comparé à celui du 130P. Sur la fig.IV.27.d, on observe sur le faciès du 110M des facettes typiques du clivage d'un paquet de bainite supérieure. La remontée des rivières de cette facette de clivage permet d'identifier une inclusion de sulfure (de taille 100×500 nm^2 dans le plan d'observation) dont la nature a été révélée au moyen d'un pointé EDS ; c'est vraisemblablement cette dernière qui serait à l'origine du déclenchement du clivage. Remarquons que l'inclusion est cassée sur le bout orienté vers le paquet de bainite. Comme le cas du 130P, on observe sur le même faciès des rattrapages ductiles par endroits entre plans de clivage ; ce qui suggère que même si l'on est sur le palier fragile, la rupture n'est pas 100% fragile.

Dans la configuration 90ksi, il n'est pas évident d'identifier, à fort grandissement, le foyer d'amorçage du clivage dans le 90P (fig.IV.27.e). En effet, lorsqu'on remonte les rivières macroscopiques, on tombe sur une zone chaotique où l'on observe plutôt des facettes parallèles. La largeur de ces facettes est du même ordre de grandeur que la taille des paquets de lattes estimés par EBSD au Chapitre II ; elle varie entre 0.5µm – 0.8µm ; ce qui laisse penser à une propagation du clivage à travers des paquets de lattes de martensite. Les facettes concernées sont lisses, parfois sans rattrapage de plan. On observe aussi, mais très localement, sur le faciès du 90P, des zones de probable rupture intergranulaire dont la taille des facettes (proche de 0.5µm) et leur caractère très lisse laisse penser aux grains formés par recristallisation qui ont été observé localement dans la microstructure 90P au Chapitre II, c'est l'illustration de la fig.IV.28. Pour terminer, le foyer d'amorçage du 90M (fig.IV.27.f) présente de nouveau le clivage des paquets de bainite supérieure.

De manière globale, on retient un effet du prélèvement, donc de la variabilité 1, sur la physique de la rupture par clivage. **L'amorçage du clivage pour les éprouvettes Charpy 110M s'est vraisemblablement produit par rupture d'une inclusion présente dans un paquet de bainite supérieure**. Pour le cas particulier des faciès 130M et 90M, il est possible que la particule ayant amorcé le clivage n'ait pas été observée car elle serait restée sur le faciès non observé ; on validera les observations relatives à l'amorçage du clivage dans les microstructures M au Chapitre V avec l'approche locale de la rupture fragile. **Pour le cas des microstructures P, le déclenchement du clivage se produit probablement par décohésion d'une ou plusieurs interfaces carbure – matrice sur des ex-joints de grains austénitiques.** On a aussi noté la présence de rattrapages ductiles, qui sont probablement à l'origine des 6J d'énergie résiduelles qui marquent l'écart en énergie à rupture entre les microstructures P et M.

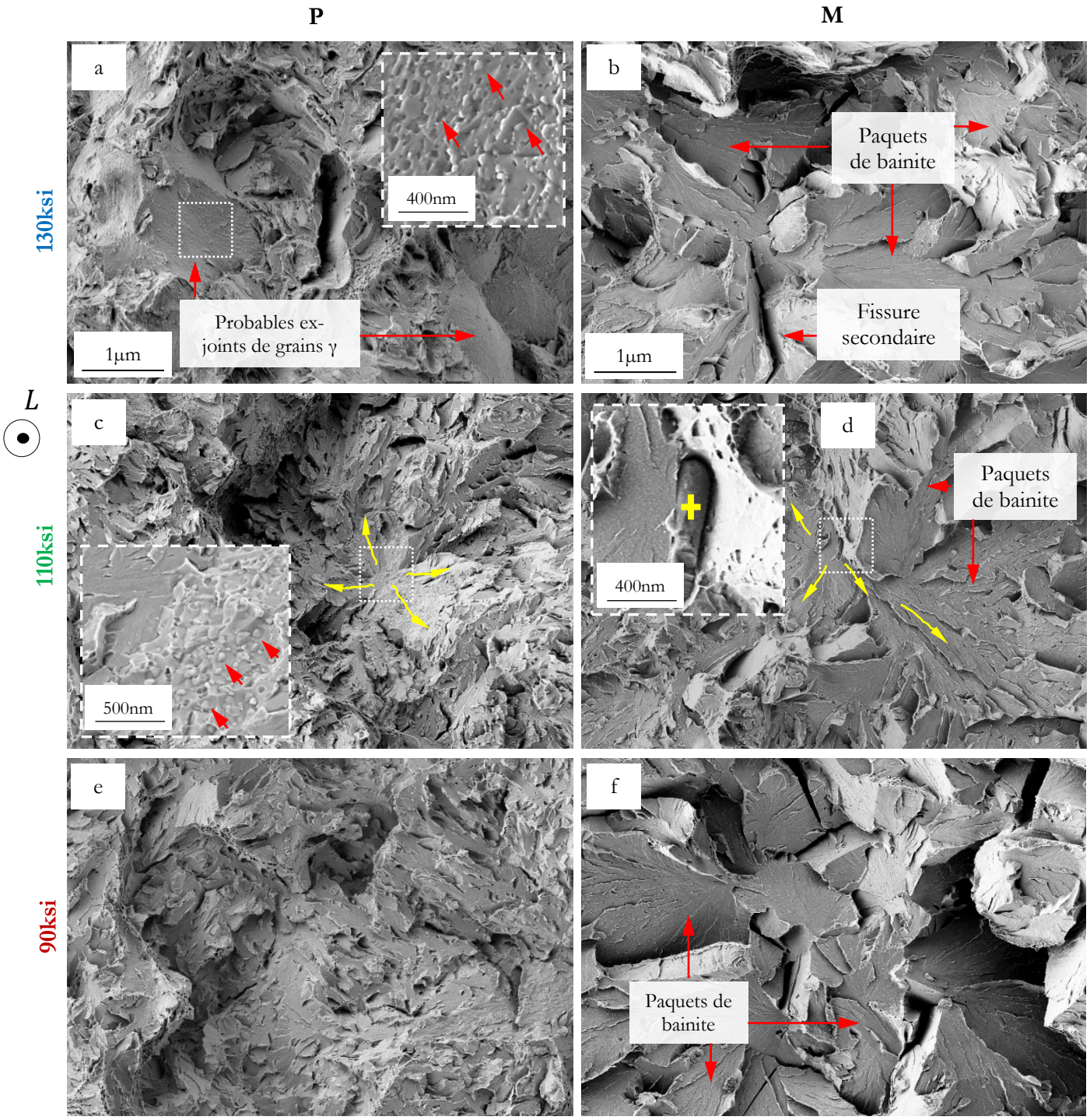


Figure IV.27 : Foyer d'amorçage du clivage à -196°C pour les microstructures a) 130P pour E_T = 12J, b) 130M pour E_T = 5J, c) 110P pour E_T = 12J, d) 110M pour E_T = 6J, e) 90P pour E_T = 10J et f) 90M pour E_T = 4J. Les flèches rouges et courtes indiquent des particules, vraisemblablement des carbures, les flèches jaunes indiquent la propagation de la fissure et le signe + indique une inclusion. Les images globales sont toutes à la même échelle.

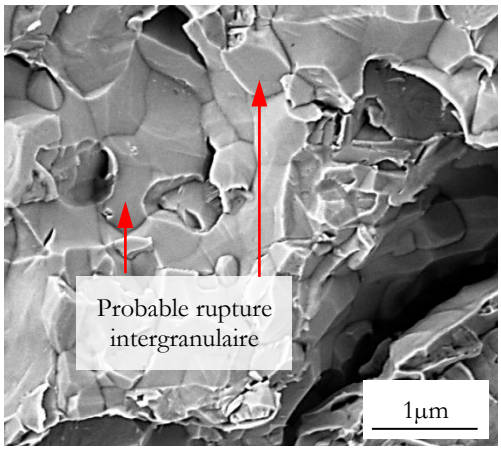


Figure IV.28 : Probable rupture intergranulaire à -196°C pour la microstructure 90P.

L'effet des revenus additionnels, donc de la variabilité 2, sur l'évolution du mode de rupture est à considérer pour les microstructures P, avec notamment la diminution du nombre de facettes typiques de décohésion des ex-joints de grains dans le 110P, qui sont inexistants dans le 90P. Pour ce dernier cas, **il est aussi probable que la décohésion des joints avec « lits de carbures » a pu être court-circuitée par la fissuration des paquets de lattes de martensite, des zones de résistance au clivage encore plus faible pour ce cas précis**. Au-delà du foyer d'amorçage, le clivage se propage suivant des plans parallèles séparés par des ligaments (cas du 90P). Le rôle des différents joints face au clivage a par exemple été abordé par Tsuboi et *al.* 2017 [9]. L'étude a été réalisée sur un acier martensitique faiblement allié 0.1C-2Mn, à partir duquel des essais de résilience sur mini éprouvettes ont été réalisés à -175°C. En combinant les analyses cristallographiques et fractographiques, ils déduisent que les plans de clivage dans la martensite sont les plans {001}.

IV.6.2. Domaine de transition ductile - fragile

Le domaine de transition est caractérisé par la résistance à la propagation du clivage. On a vu dans la section IV.5.1 qu'à l'échelle macroscopique, le faciès de rupture présente à la fois des avancées ductiles et une zone intermédiaire de rupture par clivage. Sachant que la propagation par clivage dissipe moins d'énergie que l'avancée ductile, c'est sur la zone clivée qu'on porte l'étude fractographique.

La fig.IV.29 présente le foyer d'amorçage des éprouvettes 130P et 130M pour les essais réalisés à leurs températures de transition ductile – fragile respectives, soit -60°C et -40°C. Lorsqu'on remonte les rivières macroscopiques, sur le faciès de l'éprouvette 130P (fig.IV.29.a), on tombe sur deux facettes planes sensiblement équiaxes, dépourvues de rivières et parfois jointives en forme de biseau ; ces derniers suggèrent de nouveau un amorçage par décohésion de deux ex-joints de grains austénitiques. Précisons ici qu'un seul foyer d'amorçage a été identifié sur le faciès du domaine de transition, comparé à ceux du plateau fragile, on peut en déduire que les joints

sont très sollicités à très basse température. Le foyer d'amorçage du 130M quant à lui présente des facettes typiques du clivage des paquets de bainite supérieure, toutefois sans particules apparentes. Les deux observations rapportées ici rejoignent la physique d'amorçage du clivage telle qu'on l'a vue dans la section IV.6.1 pour le cas de la rupture par clivage dans le domaine fragile.

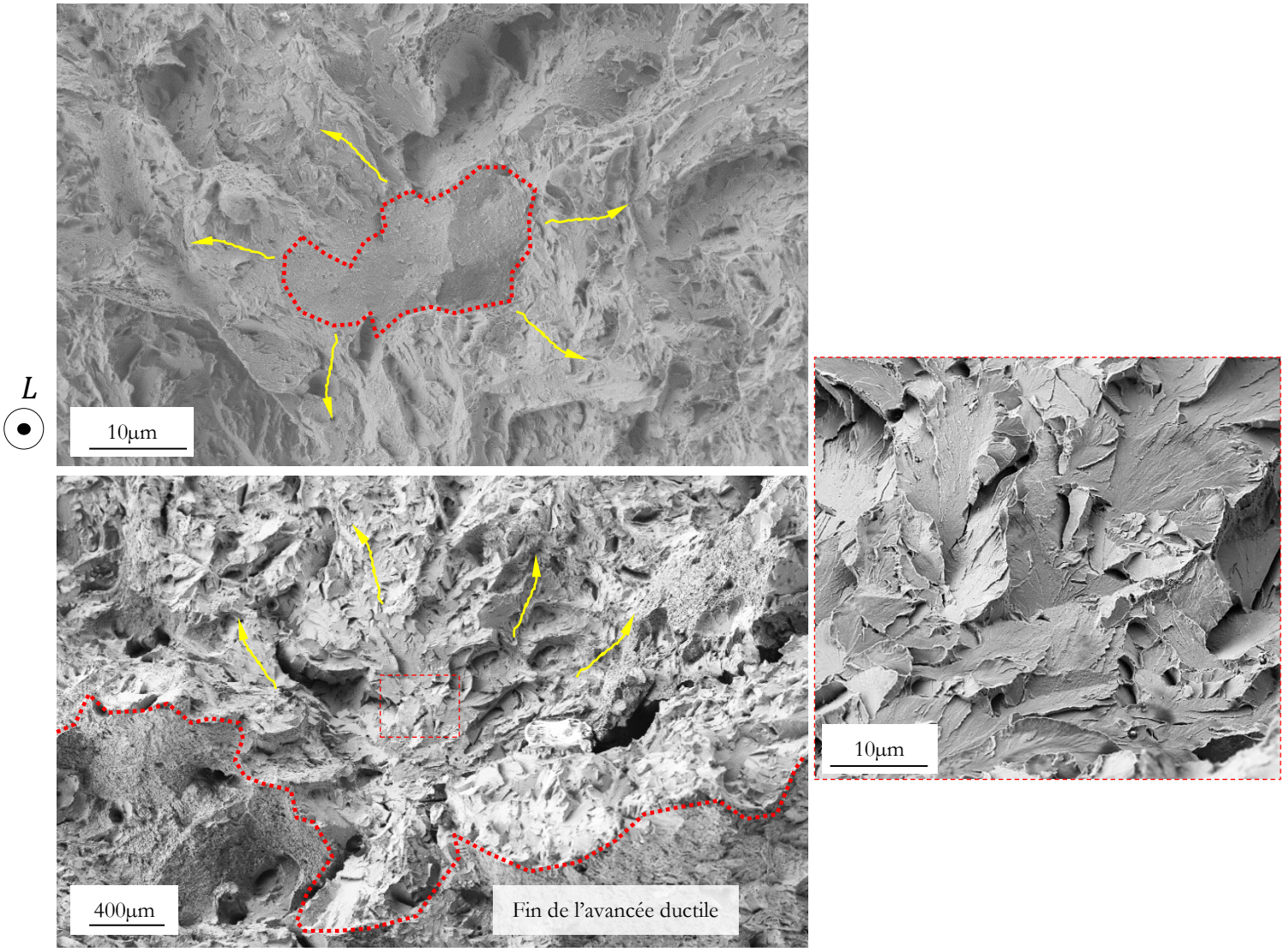


Figure IV.29 : Foyer d'amorçage du clivage à la température de transition ductile – fragile. Les faciès correspondent à des essais réalisés à : a) -60°C pour le 130P, E_T = 50J et b) -40°C pour le 130M, E_T = 51J. Les flèches jaunes indiquent la direction de propagation macroscopique.

Pour l'analyse des mécanismes de propagation dans le domaine de transition, des images de taille 1024 × 728 ont été prises en électrons secondaires aux grandissements ×5000 et ×2500 respectivement pour les faciès issus des microstructures P et M ; elles sont illustrées sur la fig.IV.30.

Dans la configuration 130ksi, on identifie sur le 130P (fig.IV.30.a) des facettes typiques de paquets de lattes de martensite (~ 1µm), séparées par des ligaments ductiles. La propagation du clivage sur le faciès du 130M (fig.IV.30.b) révèle cependant une succession de facettes typiques du clivage des paquets de bainite supérieure (~ 8µm). La taille des facettes de bainite supérieure indique que la fissure s'est propagée sur des longueurs caractéristiques plus élevées que celles des paquets de lattes dans la martensite (visible pour le 130P par exemple).

Dans la configuration 110ksi, on a vu que les deux microstructures présentent des températures de transition similaires, à savoir -60°C ; il en est de même de l'énergie à rupture à cette température qui est de 70J. La zone de clivage sur le faciès de rupture présente une alternance entre paquets de lattes et ligaments ductiles sur le faciès de l'éprouvette 110P (fig.IV.30.c). Les facettes identifiées sur le faciès de l'éprouvette 110M (fig.IV.30.d) sont à la fois du clivage des paquets de lattes de martensite et de bainite supérieure. On observe également par endroits des ligaments ductiles et des rattrapages de plans de clivage par de la rupture ductile avec la présence de cupules. Par comparaison avec le faciès de l'éprouvette 130M, celui du 110M présente davantage de ligaments ductiles entre les facettes de clivage.

Dans la configuration 90ksi, on a vu que les températures de transition des microstructures 90P et 90M sont respectivement -40°C et -20°C. Les paquets de lattes de martensite identifiés sur fractographie dans les configurations précédentes sont également observés ici mais avec davantage de ligaments ductiles entre ces dernières. Sur le faciès du 90P (fig.IV.30.e), on observe un effet marqué du revenu à 720°C sur la propagation du clivage le long des plans {001} ; il se traduit par la forme des paquets de lattes de martensite qui sont ici bien définis. Sur le faciès de rupture du 90M, la propagation se fait par alternance entre facettes de clivage et ligaments ductiles (fig.IV.30.f).

De manière générale, conformément aux foyers d'amorçage des faciès 130P et 130M à la température de transition, il semble que les carbures aux ex-joints de grains γ et les paquets de bainite supérieure ont respectivement pour les deux microstructures, joué un effet sur l'amorçage de la rupture. On a aussi identifié au-delà du foyer d'amorçage, des facettes typiques de paquets de lattes de martensite qui suggèrent une propagation du clivage dans les plans {001}. Ces informations confirment que les entités microstructurales qui affectent la température de transition peuvent être la taille des carbures, la taille des paquets de bainite et la taille du grain effectif.

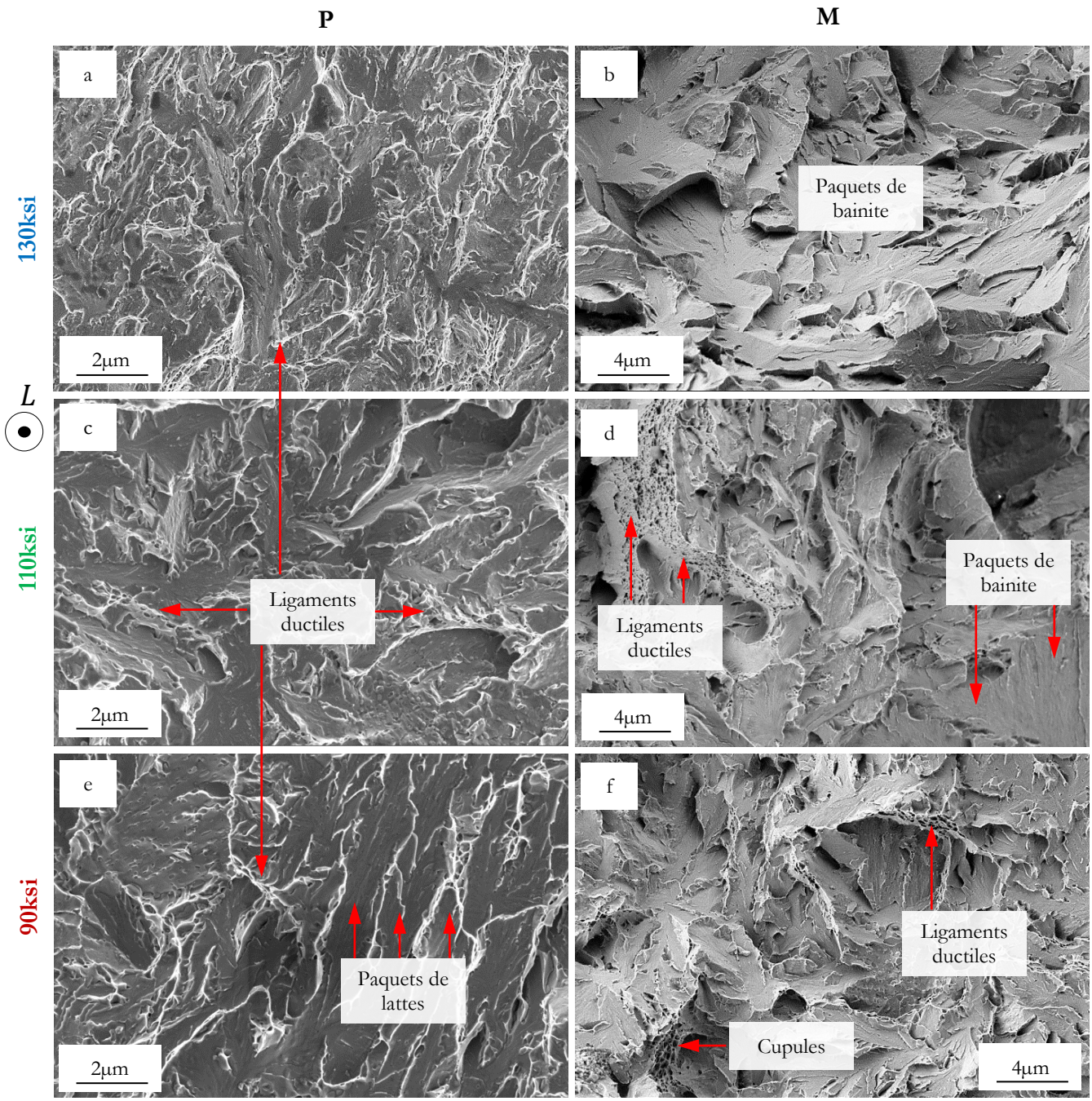


Figure IV.30: Propagation dans le domaine de transition ductile – fragile. Les faciès correspondent à des essais réalisés à : a) -60°C pour le 130P, b) -40°C 130M, c) -60°C pour le 110P, d) -60°C pour le 110M, e) -40°C pour le 90P et f) -20°C pour le 90M.

Mintz et *al.* 1979 [10] ont étudié l'effet de l'épaisseur des carbures situés aux joints de grains sur les courbes de transition d'un acier bas carbone C-Mn dépourvu de perlite. Cette étude a considéré deux microstructures de tailles de grains austénitiques différentes. Les résultats montrent que pour la microstructure de grain austénitique grossier, la diminution de la taille des carbures est en corrélation avec la baisse de la température de transition et un plateau ductile plus élevé. Par contre pour la microstructure à grains fins, il n'est pas évident de conclure quant à l'effet de la taille des carbures sur les courbes de transition.

L'effet de la taille de grain austénitique et des carbures est aussi rapporté par Petch, 1986 [13] dans le cadre d'une approche théorique et expérimentale. Ce dernier précise que pour une taille de carbures donnée, la résistance au clivage augmente lorsque la taille de grain diminue. La résistance à la propagation du clivage dans le domaine de transition peut également découler d'une combinaison d'effets entre taille de carbures et taille de grains. Du et *al.* 2012 [11] soulignent par exemple cet effet entre la taille des particules TiN grossières ($>$ 0.5µm) et celle des grains ferritiques. A partir de calculs de résistance au clivage basées sur une approche de type Griffith, ils ont estimé pour trois microstructures les contraintes locales aux interfaces particule – matrice, σ_{pm} et matrice – matrice, σ_{mm}. Les auteurs expliquent que lorsque $\sigma_{pm} < \sigma_{mm}$, on peut attendre une résistance pilotée par la taille des grains, puis à l'opposé dans le cas inverse. Les mêmes remarques ont été faites par Ghosh et *al.* 2013 [12] sur un acier bas carbone et bainitique à haute résistance. Plus globalement, on voit que la taille des grains et celle des carbures sont des éléments importants à considérer pour établir un lien entre propriétés à rupture et entités microstructurales.

Etant donné que les microstructures proviennent de la même barre, on raisonne ici en iso taille de grain γ, d'autant plus que d'après le Chapitre II, l'austénitisation a été faite à une température inférieure à 900°C, on peut donc considérer que les joints de grains bougent peu au cours du maintien à haute température. On présente sur la fig.IV.31 le lien entre la taille moyenne des carbures et les températures retenues comme étant celles de la transition ductile – fragile en cristallinité. Il semble que ce soit à cause de leurs carbures grossiers que les microstructures 90P et 90M présentent une température de transition plus élevée. Cependant, malgré la finesse des carbures du 130M, par comparaison avec ceux des microstructures 110P et 110M, cette microstructure présente une température de transition qui est de 20°C plus élevée, ce qui confirme que la taille des carbures seule ne peut pas expliquer toutes les différences de températures de transition.

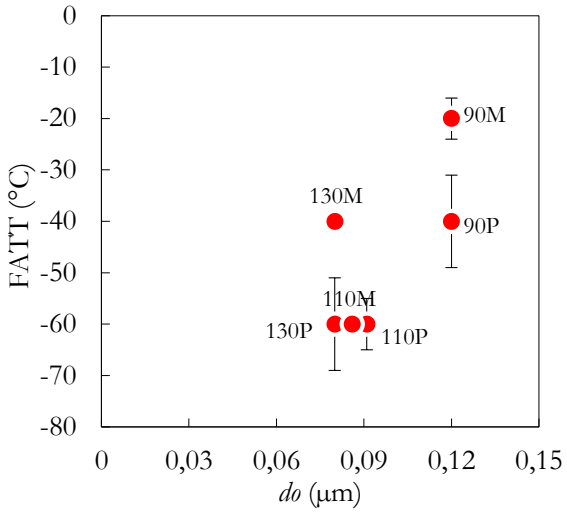


Figure IV.31 : Lien entre la température de transition en cristallinité et la taille moyenne des carbures

Il est courant d'établir une corrélation linéaire entre la température de transition en cristallinité des aciers martensitiques et l'inverse de la taille de grain effective ; la taille de grains effectifs correspond au parcours moyen d'une fissure de clivage. La fig.IV.32.a présente la corrélation entre les deux grandeurs pour les six microstructures de l'étude. On observe une tendance proche de celle attendue, avec des températures de transition plus basses pour les microstructures de la configuration 110ksi qui présentent, d'après le Tableau II.12, les plus petits grains effectifs. Mais lorsqu'on regarde le coefficient de régression, ce dernier indique une dispersion importante avec une fiabilité dans la prédiction de la température de cristallinité d'à peine 20%. Des auteurs suggèrent que pour les aciers « industriels », il faut aller au-delà du 80^{ieme} percentile de la distribution de la taille de grain effectif pour obtenir une corrélation relativement acceptable ; c'est le cas pour un acier S960 [14] et un acier martensitique à 0.13C [15]. Cette approche renseigne que les grains effectifs grossiers ont un poids plus important sur la résistance au clivage ; ce sont les maillons les plus faibles. On présente sur la fig.IV.32.b l'effet de la taille des grains effectifs, cette fois estimée au 90^{e} percentile, sur la température de transition en cristallinité. Les observations faites ici ne permettent pas de tirer une conclusion claire. On retient que les microstructures 130P, 110M et 110P, puis 130M et 90P présentent une température de transition assez proche alors que les tailles de grains effectifs sont différentes. Ceci dit ils ne sont évaluées que sur la martensite alors que la bainite supérieure des microstructures M participe au clivage.

En guise de conclusion, **on peut postuler que la température de transition ductile - fragile des six microstructures est influencée de manière complexe par la taille des carbures et la taille des grains effectifs. Les corrélations présentées dans cette section ne permettent pas d'éclaircir les effets recherchés.** Néanmoins, à un prélèvement donné, la température de transition du 130P est plus basse que celles des microstructures 110P et 90P à

cause de la finesse des paquets de lattes de martensite et des carbures. L'augmentation de la température de transition entre les microstructures 130P (-60°C) et 90P (-40°C) pourrait s'expliquer par un amorçage favorisé par les carbures grossiers du 90P, puis une propagation plus aisée à travers ses paquets de lattes dans lesquelles les joints de lattes ont été partiellement annihilés avec le revenu à 720°C – 4h comme on l'a vu au Chapitre II. Les observations précédentes sont également valides pour les microstructures 130M et 90M. On ajoute que l'écart en température de transition entre 130P et 130M, puis 90P et 90M provient vraisemblablement de la présence de paquets de bainite supérieure dans les microstructures 130M et 90M ; ces derniers favorisent l'amorçage du clivage comme la propagation sur des longueurs caractéristiques (de l'ordre de 8µm) plus élevées que celles des paquets de lattes de martensite (autour de 1µm).

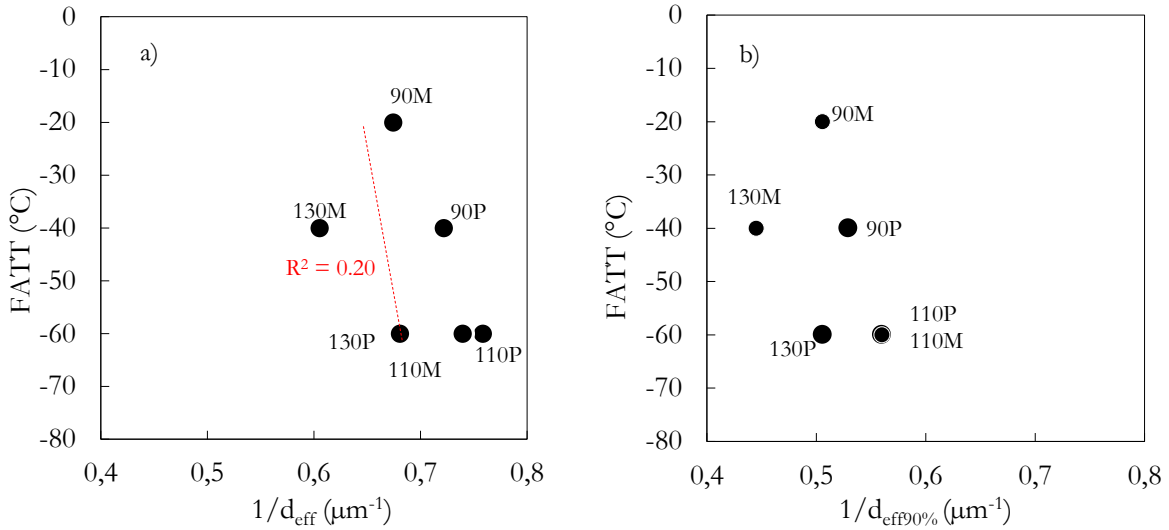


Figure IV.32: Corrélation entre la température de transition en cristallinité et : a) la taille moyenne de grains effective, d_{eff} ; b) la taille de grains effective estimée au 90e percentile, $d_{eff90\%}$

Malgré la présence de la bainite supérieure dans la microstructure 110M, celle-ci a une température de transition proche de celle du 110P probablement pour deux raisons à savoir : **a) la finesse des carbures comparé à ceux de la microstructure 110P,** une tendance qui se prolonge jusqu'aux carbures grossiers comme on l'a vu au Chapitre II, fig.II.28. **b) la fraction de zones ductiles présentes sur le faciès des microstructures 110M** ; ces dernières auraient constitué des barrières à la propagation de la fissure, favorisant par endroit, une avancée stable de la fissure par germination, croissance et coalescence des cavités. Les éléments à disposition ne permettent pas pour l'instant de confirmer cette dernière affirmation ; il faudrait aller plus loin dans l'étude de cette microstructure pour comprendre ce qui favorise la propagation ductile stable par endroits, au point de compenser l'effet néfaste du clivage des paquets de bainite supérieure.

IV.6.3. Domaine de rupture ductile

Les faciès présentés dans cette section sont ceux d'essais réalisés à +60°C. A cet effet, une seule éprouvette par microstructure a été retenue comme représentative pour la quantification, mais des vérifications ont été faites sur les autres pour s'assurer que les mécanismes de rupture, la forme des cavités et les particules ayant amorcé des cupules sont similaires. Des images de taille 1024 × 728 ont été prises aux grandissements ×5.000 et ×10.000 dans une zones située à environ 300µm du fond d'entaille, identifiée comme étant le voisinage de la zone d'amorçage probable lors de la rupture fragile, une hypothèse qu'on suppose également valide ici.

Dans l'ensemble, on identifie des cupules (fines et grossières) qui confirment le mécanisme de rupture ductile ; c'est l'illustration de la fig.IV.33. Au fond des cupules grossières (de taille proche de 3 µm), on identifie des inclusions. La nature de ces inclusions n'a pas été formellement identifiée, mais leur contour lisse laisse penser à des MnS. Comme on l'a vu au Chapitre III sur le faciès d'une éprouvette de traction simple à l'ambiante, remarquons que la coalescence des cupules grossières n'a pas eu lieu, puisque ce sont les cavités fines, formées au voisinage des carbures (fig.IV.34) qui ont pris le relais lors de l'endommagement ductile. Les observations sont en accord avec l'étude fractographique faites sur les faciès des éprouvettes de traction au Chapitre III et **confirment l'aspect dual du mécanisme de rupture ductile des aciers trempés – revenus** tel que relevé par Curry et *al.* 1979 [16]. Tout comme sur les faciès des éprouvettes de traction simple, les cupules fines couvrent plus de 90% des faciès de résilience ; les 10% restants peuvent se répartir entre les cupules grossières et les zones cisaillées qui sont majoritaires dans les microstructures de la configuration 130ksi et quasiment inexistantes dans les configurations 110ksi et 90ksi. On trouve également sur les faciès des microstructures 130P et 130M des zones de déchirure ductile, sans formation de cavité apparente, un exemple est illustré sur les fig.IV.33. Ces zones de déchirure ductile peuvent être un amas de cupules fines et grossières avec des cavités initialement alignées, qui ont coalescé avec l'augmentation de la contrainte locale.

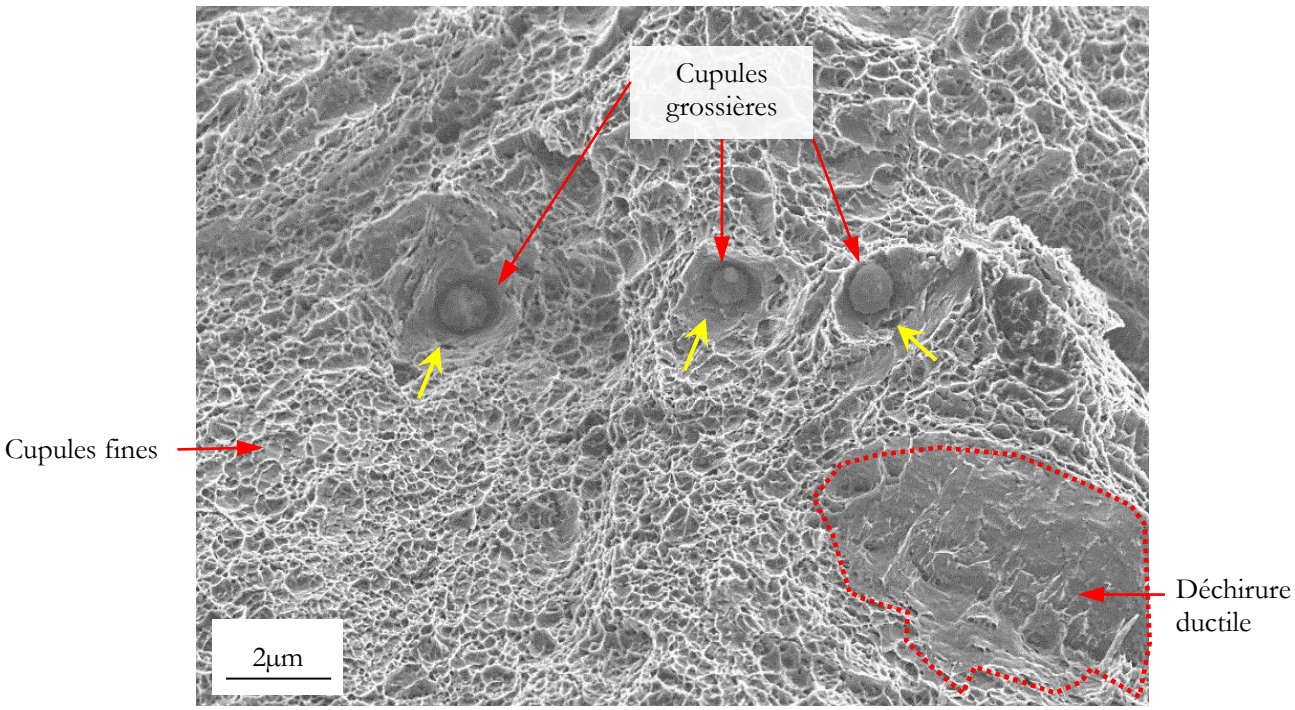


Figure IV.33 : Faciès de rupture d'une éprouvette 130M, les flèches jaunes indiquent des inclusions

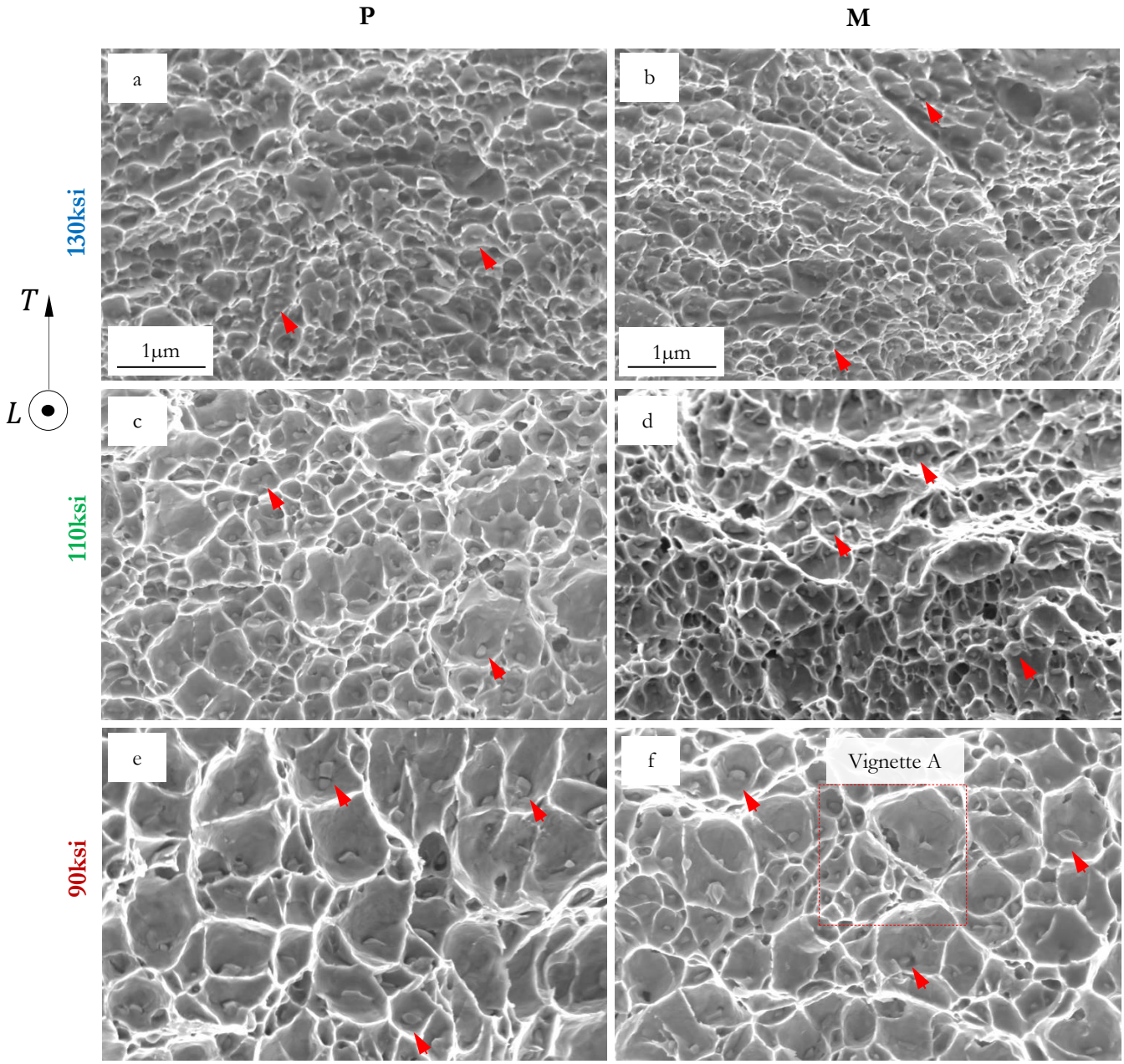


Figure IV.34 : Faciès de rupture sur le plateau ductile des six microstructures au même grandissement : a) 130P à 100J, b) 130M à 120J, c) 110P à 142J, d) 110M à 147J, e) 90P à 160Jet f) 90M à 170J. Les faciès de rupture sont ceux des essais réalisés à +60°C et les flèches rouges indiquent certains carbures.

Sur la fig.IV.34, on observe une augmentation de la taille des cupules avec la température de revenu. Stüwe, 1980 [17] précise que la taille et la forme des cupules peuvent quantitativement refléter les propriétés à rupture des matériaux ductiles. Ainsi, la taille moyenne des cupules, $\emptyset_c$ a été estimée au moyen de la méthode présentée au Chapitre III, fig.III.16. La forme des cupules étant équiaxe, leur taille moyenne a été considérée en diamètre de cercle équivalent. Pour chacune des microstructures, au moins 6 images de taille 1024 × 728 de grandissement ×10.000 étaient nécessaires et les valeurs moyennes ont été calculées sur plus de 1000 cupules. Pour chacun des faciès, on identifie des particules à l'intérieur des cupules dont la taille et la répartition surfacique nous renvoient aux carbures (Chapitre II). Notons également qu'on retrouve au moins une particule par cupule et que les zones de ruptures intergranulaire, identifiées par fractographie lors d'essais dans le domaine de transition et sur le plateau fragile, ne sont pas présentées ici.

Pour mieux appréhender la physique de la formation des cupules, on a étudié l'endommagement ductile sous le faciès de rupture. Les objectifs étaient d'évaluer l'étendue de l'endommagement sous le faciès et de confirmer que l'endommagement prend naissance aux interfaces cémentite – martensite. On a vu au Chapitre III, section III.3.4 que la densité de cavités formées sous le faciès en traction uniaxiale augmente avec le revenu et qu'elle est plus importante pour le 90P. Pour maximiser la probabilité d'observer de l'endommagement sous le faciès, on a limité notre étude à l'endommagement sous le faciès de résilience de la microstructure 90P à +60°C ; ce choix se justifie car l'essai correspond au plateau ductile et on sait depuis le Chapitre III que le plateau athermique est atteint à cette température.

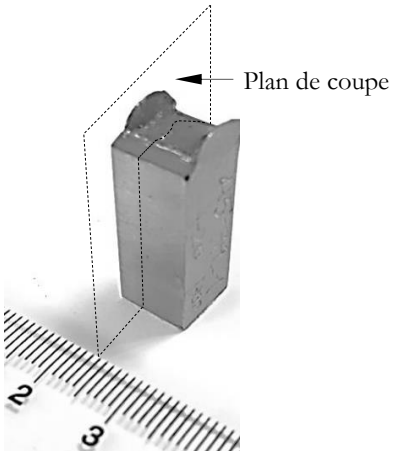


Figure IV.36 : Méthode de découpe des échantillons pour l'observation de l'endommagement

La fig.IV.36 présente le plan de coupe considéré dans cette démarche. La fig.IV.37.a présente la vue macroscopique de la coupe polie. L'étendue de la zone endommagée reste confinée sous le faciès, sur environ 20µm. Cette étendue est inférieure à celle observée au Chapitre III sous le faciès des éprouvettes de traction (80µm). On peut présumer que l'endommagement serait moins marqué, voire confiné sous les faciès des éprouvettes 130P en

particulier ; ce qui traduirait une localisation de la déformation plus importante lors des essais Charpy qu'en traction uniaxiale quasistatique. On peut expliquer ces dernières par l'augmentation de la triaxialité des contraintes, estimée avant la striction à 0.33 au centre des éprouvettes de traction uniaxiale alors qu'elle va jusqu'à 1.6 sur les éprouvettes de résilience.

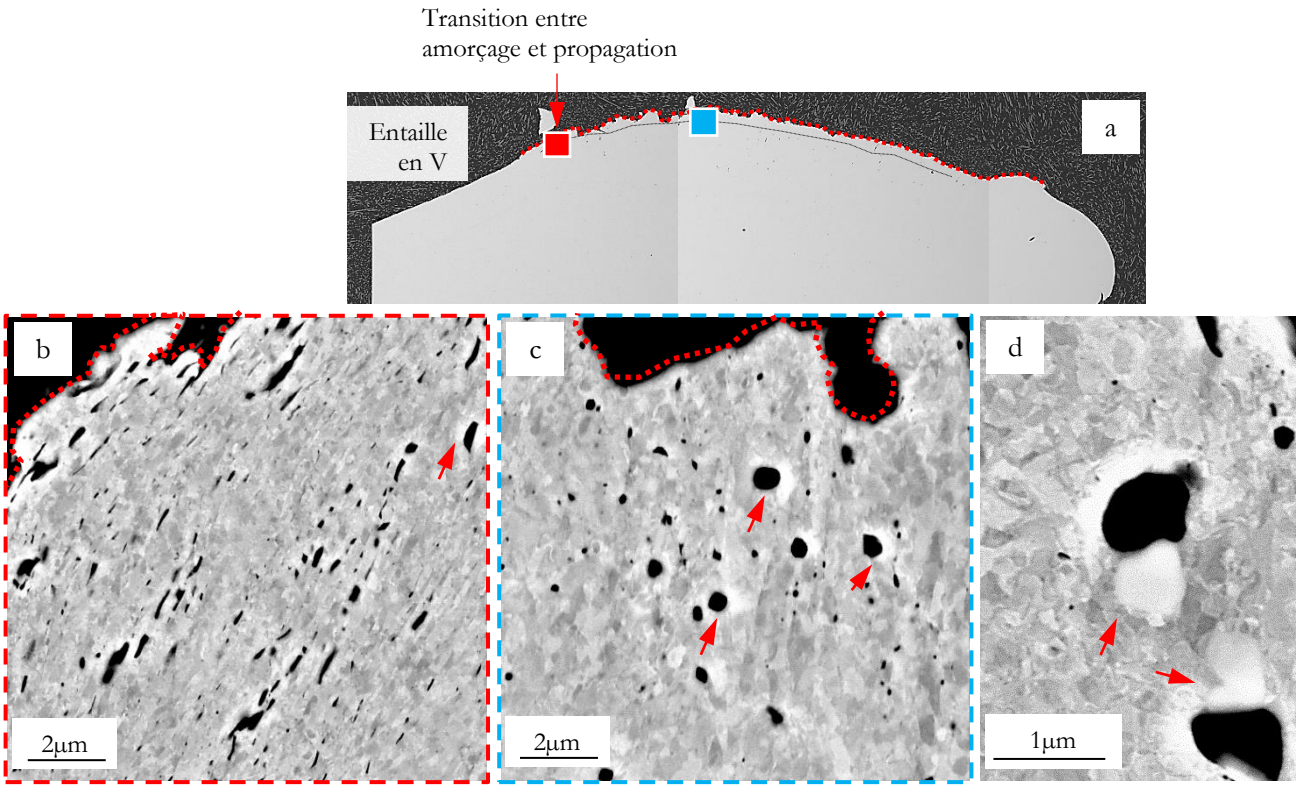


Figure IV.37 : Endommagement ductile sur coupe polie d'une éprouvette de résilience 90P, l'essai a été réalisé à +60°C. On a : a) Vue d'ensemble, b) Endommagement dans la zone de transition entre amorçage et propagation ductile, c) Endommagement dans la zone de propagation et d) Décohésion entre carbures (phases claires) et matrice. Les flèches rouges indiquent les carbures et les images ont été prises en électrons rétrodiffusés.

Sous le faciès de la zone située dans la transition entre les phases d'amorçage et de propagation de la fissure, on observe des cavités allongées, c'est l'illustration de la fig.IV.36.b. Par contre, les cavités observées sous la zone de propagation sont préférentiellement de forme équiaxe (fig.IV.36.c). Il est possible que les cavités de la première zone étaient également dans un premier temps de forme équiaxe, et c'est la déformation en continu de l'éprouvette, lors de l'impact du marteau, qui les a déformées. Remarquons au passage que les vagues sont bien identifiables sur cette coupe, et qu'il n'est pas évident, à cette échelle, d'attribuer leur formation à une fluctuation microstructurale sous-jacente. La taille des cavités indique qu'elles ne se sont pas toutes formées en même temps, il est possible que les cavités grossières qui semblent avoir germé

au voisinage des carbures grossiers, se sont formées dans les premiers stades de l'endommagement ductile par comparaison aux cavités fines. Ce sont ces derniers éléments qui peuvent expliquer qu'on retrouve par endroits, cas de la vignette A sur la fig.IV.34.f, des cavités de tailles fines autour des cavités grossières. **Enfin, la fig.IV.37.c illustre bien que les cavités se sont formées par décohésion des interfaces cémentite – martensite et préférentiellement au voisinage des carbures grossiers.**

Le Tableau IV.5 donne le récapitulatif des tailles moyennes des cupules estimées sur les faciès de résilience. On constate, dans un premier temps, que les moyennes de taille des cupules sur les faciès de résilience sont du même ordre de grandeur que celles des faciès de traction (Chapitre III). On relève ensuite une augmentation de $\emptyset_c$ d'environ 50% et 100% respectivement pour les microstructures 110P et 90P par rapport au 130P. Remarquons que dans les mêmes conditions, l'augmentation de l'énergie totale au plateau ductile, E_U se situe autour de 40% et 60% respectivement. Il apparaît clairement que l'augmentation de E_U est en corrélation avec celle de $\emptyset_c$. Néanmoins on note un gap de -10% et -40% entre les augmentations la taille des cupules et de l'énergie totale au plateau ductile ; ce dernier suggère que la croissance des cavités à elle seule ne peut pas expliquer l'augmentation de l'énergie totale au plateau ductile.

Tableau IV.5 : Taille moyenne des cupules mesurée sur les faciès de rupture au plateau ductile. Les pourcentages indiquent l'augmentation de la taille des cupules par rapport à leur référence respective.

	T1 (600°C – 3h)		T2 (690°C et 665°C – 1h)		T3 (720°C – 4h)	
Taille des cupules	130ksi		110ksi		90ksi	
	130P	130M	110P	110M	90P	90M
$\emptyset_c$ (μm)	0.18	0.16	0.27 **+50%**	0.26 **+63%**	0.36 **+100%**	0.32 **+100%**
Ecart type	±0.09	±0.08	±0.16	±0.17	±0.26	±0.22

Il semble important de se pencher sur la physique de la rupture ductile pour établir un lien entre entités microstructurales et énergie au plateau ductile. On a vu au Chapitre II que les inclusions sont plus nombreuses au voisinage du mi-rayon de la barre, or dans la configuration 130ksi, l'énergie au plateau ductile du 130M est de 20J supérieure à celle du 130P. Cette donnée renseigne que l'effet des inclusions sur le comportement à rupture n'est pas du premier ordre bien qu'elles soient à l'origine de la formation des premières cavités. Les cupules fines constituent environ 90% du faciès de rupture et leur germination prend naissance au voisinage des particules de cémentite. On peut donc penser que même si la croissance des cavités ne peut pas à elle seule expliquer l'augmentation de l'énergie au plateau ductile, ce sont les particules de cémentite qui, *in fine*, pilotent le mécanisme de rupture ductile.

Shigeto et *al.* 2013 [18] se sont intéressés à l'effet des carbures sur la résilience des aciers martensitiques trempés et revenus entre deux microstructures de tailles de grains austénitiques différentes, soit 6µm et 60µm. Ils ont constaté que le plateau ductile de la première microstructure est de 40J supérieure à celui de la deuxième, un effet qu'ils attribuent à la finesse de la taille des carbures identifiés dans les deux microstructures. Cependant, on vu au Chapitre II que la taille des carbures est la même entre microstructures P et M dans les configurations 130ksi et 90ksi, alors que dans ces configurations de revenu, l'énergie au plateau ductile des microstructures M est supérieure à celle des microstructures P : par conséquent, prise de manière isolée, la taille des carbures n'est pas un paramètres pertinent pour expliquer ces différences de comportements à rupture.

Lorsqu'on regarde de près le lien entre l'augmentation de la taille moyenne de cupules et l'énergie au plateau ductile, on formule l'hypothèse que la croissance des cavités contribue probablement davantage à cette énergie par rapport à la phase de coalescence. A ce niveau, si on se place à l'échelle des particules de cémentite, on peut imaginer que l'énergie absorbée par le matériau pour cette croissance de cavités serait d'autant élevée que le ligament de matière entre deux carbures voisins est suffisamment épais ; ce qui introduit la distance intercarbures, d_c, comme paramètre à considérer. Ce raisonnement est par exemple proposé dans la littérature par Chatterjee et *al.* 2014 [19]. Ils ont suggéré que le plateau ductile d'un acier 9Cr – 1Mo peut être amélioré grâce à une distance intercarbures plus élevée. Plus concrètement, l'augmentation de la distance intercarbures serait en lien avec une distance critique de coalescence des cavités ductiles par striction interne et elle favoriserait une déformation plastique plus élevée pendant la phase d'amorçage de la fissure. Hong et *al.* 2016 [19] intensifient le raisonnement en ajoutant que l'énergie au plateau ductile des aciers SA 508 est améliorée pour les microstructures ayant à la fois davantage de bainite inférieure, des carbures fins mais surtout une distribution homogène de ces derniers à l'intérieur et aux joints de lattes. Cao et *al.* 2013 [20] ont montré que les meilleures performances à rupture dans le domaine de transition sont obtenus pour les aciers ayant à la fois des grains et des carbures fins. Pour autant, les études mentionnées ne proposent pas de lien quantitatif entre ces paramètres et la résistance à la rupture ductile.

En considérant la contribution de la matrice martensitique dans le processus de la rupture, à travers le lien entre distance intercarbures d_c et limite d'écoulement $Rp_{0.2}$ du Chapitre III, puis sur la phase d'amorçage à travers le paramètre de résistance F_{max}, on propose sur la fig.IV.38 un lien quantitatif entre l'énergie au plateau ductile et la distance intercarbures ; il édifie le fait que l'évolution de l'énergie à rupture sur le plateau ductile est corrélée à la distance intercarbures.

Ainsi, si l'on considère l'augmentation de la température de revenu, par les configurations 130ksi, 110ksi et 90ksi, **l'amélioration du niveau d'énergie au plateau ductile proviendrait majoritairement de l'augmentation de la distance intercarbures.** En plus de cette dernière, il faut aussi considérer les contributions du facteur de forme des carbures, notamment dans les

premiers stades de germination des cavités, on a en effet vu que les particules sont davantage en forme d'aiguille dans la configuration 130ksi et qu'elles ont été globulisées au fur et à mesure des revenus additionnels. A ce titre, Chang et *al.* 1991 [21] indiquent que le facteur de forme des carbures peut dégrader le plateau ductile, du fait des concentrations de contraintes importantes au voisinage des carbures en forme de plaquettes, ce qui favoriserait une germination des cavités dès le premiers stades de la déformation plastique. Enfin, la phase de propagation est également à considérer, à travers notamment l'augmentation de la hauteur des vagues pendant la phase de coalescence des cavités ductiles.

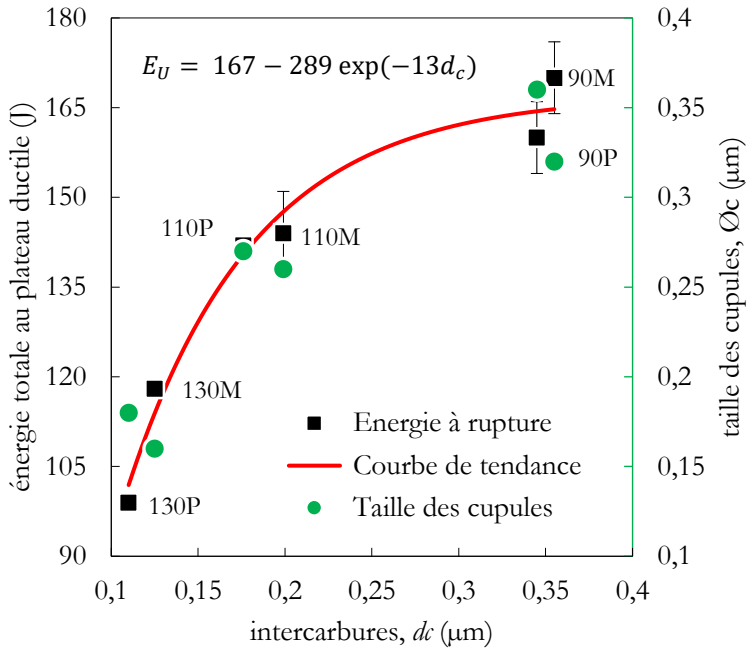


Figure IV.38 : Lien entre la distance moyenne intercarbure, l'énergie au plateau ductile et la taille moyenne des cupules

Dans une configuration de revenu donnée, **c'est l'effet bénéfique de la bainite supérieure qui aurait favorisé l'amélioration du plateau ductile des microstructures M (130M et 90M en particulier)**. En effet, on a vu au Chapitre II que dans le 130M, la bainite supérieure est moins dense en carbures comparé à la martensite ; ce qui reste vrai dans les configurations 110ksi et 90ksi. La bainite supérieure aurait conduit à des déformations à rupture plus importantes. Sauf qu'en plus de la densité des carbures, l'effet de la taille et du facteur de forme des particules de cémentite est à considérer dans chacune des configurations de revenu. Dans la configuration 130ksi, l'écart en énergie est considérable entre 130P et 130M à cause du facteur de forme des carbures, plutôt en aiguille, où allongés, dans la martensite et globulaires dans la bainite. Or dans la configuration 90ksi, les particules de cémentite sont dans l'ensemble globulaires, seulement on peut considérer que la microstructure 90M garde l'effet mémoire du

comportement à rupture de la bainite supérieure avec une densité de carbures moins importante comparé à la martensite. Ces observations suggèrent qu'un effet bénéfique de la bainite serait qu'elle retarde la localisation de la déformation plastique en favorisant un endommagement ductile plus important dans le volume.

IV.7. Conclusions sur la transition ductile-fragile en résilience

Dans ce chapitre, nous avons analysé le comportement des six microstructures de l'étude. Dans un premier temps, les courbes de transition ductile – fragile ont été étudiées. L'analyse séparée des énergies d'amorçage et de propagation nous a permis d'évaluer leurs contributions respectives au comportement à rupture global. Les dernières parties du chapitre étaient consacrées aux études fractographiques à l'échelle du faciès entier et à l'échelle des entités microstructurales responsables de la rupture. Suivant les domaines de rupture, on aboutit aux conclusions suivantes :

Domaine de rupture fragile

- Le domaine de rupture fragile s'étend de -196°C à -140°C ; une étendue qui est indépendante de la microstructure considérée.

- Les carbures situés aux joints de grains austénitiques sont vraisemblablement responsables du déclenchement du clivage dans les microstructures P alors que dans les microstructures M, ce sont probablement des inclusions, situées dans les paquets de bainite supérieure qui sont les éléments critiques ayant amorcé le clivage.

- L'énergie au plateau fragile est fonction du prélèvement des échantillons, elle se situe autour de 12J et 6J respectivement pour les microstructures P et M.

Domaine de transition ductile – fragile

- Le domaine de transition commence à -140°C pour les prélèvements P et M et il s'étend jusqu'à +20°C et +60°C respectivement pour les deux prélèvements P et M.

- Pour une température d'essai donnée, l'écart en énergie à rupture entre microstructures P et M peut s'expliquer par les mécanismes de rupture dans la phase de propagation. Plus précisément, pour une configuration de revenu considérée, les microstructures P ont une énergie à rupture plus élevée comparé aux microstructures M du fait à la fois de l'amorçage tardif du clivage et de son arrêt qui se produit plus tôt pendant la phase de propagation. C'est vraisemblablement la présence des paquets de bainite supérieure dans les microstructures M qui à la fois, facilite l'amorçage du clivage et retarde son arrêt dans ces dernières.

- La température de transition semble être affectée de manière complexe par la taille des carbures et la taille des paquets de lattes. Pour dissocier les deux effets, l'étude du lien entre taille

des paquets et température de transition peut être envisagée dans le cadre des perspectives de ces travaux.

- La fissure se propage sur des distances proches du micromètre dans les microstructures P alors que les paquets de bainite présents dans les microstructures M favorisent la propagation sur des longueurs comprises entre [2 – 10] μm, qui sont des longueurs caractéristiques typique du clivage des paquets de bainite supérieure. C'est cette dernière contribution qui en plus de l'arrêt tardif du clivage dans les microstructures M, pour une configuration de revenu donnée, conduit à une température de transition plus élevée pour les microstructures M comparé aux microstructures P.

Domaine de rupture ductile

- La propagation ductile se fait suivant un profil en vague indépendant de la direction et de la vitesse de sollicitation. Cependant, les vagues apparaissent davantage marquées lorsque la température ou la vitesse de sollicitation augmente ; un effet qui découlerait de l'augmentation de la hauteur maximale des vagues. Même si on a vu qu'il y a un lien entre microstructure et apparition des vagues, à travers la température de revenu notamment, précisons qu'il n'est pas évident de conclure quant à l'entité microstructurale responsable de leur formation. Les vagues auraient donc une origine mécanique traduite par une localisation successive de la déformation dans des plans à ±45° par rapport à la direction de sollicitation.

- Lorsque la température de revenu augmente, l'amélioration du plateau ductile est probablement due à l'augmentation de la distance intercarbures ; ce qui semble avoir eu un effet sur la croissance des cavités.

- Dans une configuration de revenu donnée, c'est un effet bénéfique de la bainite supérieure qui semble favoriser l'amélioration du plateau ductile des microstructures M, notamment en améliorant la capacité de déformation à la charge maximale, conduisant ainsi à un retard à la germination des cavités.

Dans ce chapitre, on a observé qu'il n'est pas évident d'établir un lien direct entre entités microstructurales et le niveau d'énergie à rupture dans le domaine fragile. Pour contourner cette difficulté, on se propose au Chapitre V d'établir une corrélation entre entités microstructurales et résistance au clivage pour chacun des prélèvements. Dans le même Chapitre, le lien quantitatif entre énergie au plateau ductile et distance intercarbures proposé ici sera pris en compte pour le modèle global de la résilience.

[1] W. Oldfield, « Curve fitting impact data », *ASTM Standardization News*, p. 24-29, 1975.

[2] H. Kim, J. Park, M. Kang, et S. Lee, « Interpretation of Charpy impact energy characteristics by microstructural evolution of dynamically compressed specimens in three tempered martensitic steels », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 649, p. 57-67, janv. 2016.

[3] H. F. Li, S. G. Wang, P. Zhang, R. T. Qu, et Z. F. Zhang, « Crack propagation mechanisms of AISI 4340 steels with different strength and toughness », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 729, p. 130-140, juin 2018.

[4] A. Genty, « Etude expérimentale et numérique de l'amorcage et de l'arrêt de fissure, sous choc thermique, dans un acier faiblement allie (16mnd5) », thèse de doctorat, Paris, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1989.

[5] F. M. Burdekin, J. F. Knott, J. D. G. Sumpter, et A. H. Sherry, « TAGSI views on aspects of crack arrest philosophies for pressure vessels with thicknesses up to 100 mm », *Int. J. Press. Vessels Pip.*, vol. 76, n° 13, p. 879-883, nov. 1999.

[6] 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 », these de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001.

[7] A. Lambert-Perlade, A.-F. Gourgues, J. Besson, T. Sturel, et A. Pineau, « Mechanisms and modeling of cleavage fracture in simulated heat-affected zone microstructures of a high-strength low alloy steel », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 35, p. 1039-1053, 2004.

[8] S. Wu, H. Jin, Y. Sun, et L. Cao, « Critical cleavage fracture stress characterization of A508 nuclear pressure vessel steels », *Int. J. Press. Vessels Pip.*, vol. 123-124, p. 92-98, nov. 2014.

[9] M. Tsuboi, A. Shibata, D. Terada, et N. Tsuji, « Role of Different Kinds of Boundaries Against Cleavage Crack Propagation in Low-Temperature Embrittlement of Low-Carbon Martensitic Steel », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 48, n° 7, p. 3261-3268, juill. 2017.

[10] B. Mintz, W. B. Morrison, et A. Jones, « Influence of carbide thickness on impact transition temperature of ferritic steels », *Met. Technol.*, p. 252-260, juill. 1979.

[11] J. Du, M. Strangwood, et C. L. Davis, « Effect of TiN Particles and Grain Size on the Charpy Impact Transition Temperature in Steels », *J Mater Sci Technol*, vol. 28, n° 10, p. 878-888, 2012.

[12] A. Ghosh, A. Ray, D. Chakrabarti, et C. L. Davis, « Cleavage initiation in steel: Competition between large grains and large particles », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 561, p. 126-135, janv. 2013.

[13] N. J. Petch, « The influence of grain boundary carbide and grain size on the cleavage strength and impact transition temperature of steel », *Acta Metall.*, vol. 34, n° 7, p. 1387-1393, juill. 1986.

[14] S. Pallaspuro, A. Kaijalainen, S. Mehtonen, J. Kömi, Z. Zhang, et D. Porter, « Effect of microstructure on the impact toughness transition temperature of direct-quenched steels », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 712, p. 671-680, janv. 2018.

[15] S. Pallaspuro, S. Mehtonen, J. Kömi, Z. Zhang, et D. Porter, « Effects of local grain size and inclusions on the low-temperature toughness of low-carbon as-quenched martensite », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 743, p. 611-622, janv. 2019.

[16] D. A. Curry et P. L. Pratt, « The Role of Second Phase Particles in the Ductile Fracture of Higher Carbon Steels », *Mater. Sci. Eng.* vol. 37, p. 223-235, 1979.

[17] H. P. Stüwe, « The work necessary to form a ductile fracture surface », *Eng. Fract. Mech.*, vol. 13, n° 2, p. 231-236, janv. 1980.

[18] S. Takebayashi, K. Ushioda, N. Yoshinaga, et S. Ogata, « Effect of Carbide Size Distribution on the Impact Toughness of Tempered Martensitic Steels with Two Different Prior Austenite Grain Sizes Evaluated by Instrumented Charpy Test », *Mater. Trans.*, vol. 54, n° 7, p. 1110-1119, 2013.

[19] S. Hong, J. Song, M.-C. Kim, K.-J. Choi, et B.-S. Lee, « Effects of microstructural variation on Charpy impact properties in heavy-section Mn-Mo-Ni low alloy steel for reactor pressure vessel », *Met. Mater. Int.*, vol. 22, n° 2, p. 196‑203, mars 2016.

[20] R. Cao, G. Li, X. Y. Fang, J. Song, et J. H. Chen, « Investigation on the effects of microstructure on the impact and fracture toughness of a C–Mn steel with various microstructures », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 564, p. 509‑524, mars 2013.

[21] E. Chang, C. Y. Chang, et C. D. Liu, « The effects of double austenitization on the mechanical properties of a 0.34C containing low-alloy Ni-Cr-Mo-V steel », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 25, n° 3, p. 545‑555, mars 1994.

Chapitre V :
Modélisation des propriétés à rupture de l'acier 40CrMo4

V.1. Introduction 188
V.2. Modèle de comportement élastoplastique de l'acier 40CrMo4 188
V.2.1. Introduction et choix de la méthode d'identification des paramètres 189
V.2.2. Loi d'écrouissage et critère de plasticité 191
V.2.3. Mise en données numérique et optimisation des paramètres 193
V.2.4. Validation de la loi de comportement 195
V.2.5. Conclusion sur le modèle de comportement élastoplastique 197
V.3. Approche locale de la rupture par clivage de l'acier 40CrMo4 198
V.3.1. Comportements élastoplastique et à rupture à -196°C 198
V.3.2. Identification de la loi de comportement à -196°C 201
V.3.3. Mise en donnée numérique du calcul sur éprouvettes ***AE*** 203
V.3.4. Etude de la sensibilité du maillage et calcul des éprouvettes ***AE*** 204
V.3.5. Foyer d'amorçage de la rupture des ***AE*** et mécanismes de rupture -196°C 208
V.3.6. Estimation des contraintes critiques de clivage 215
V.3.7. Lien entre microstructure et contrainte critique de clivage 219

V.3.8. Conclusions sur les liens entre microstructure et contrainte critique de clivage 225
V.4. Proposition d'un modèle global de la courbe de résilience 226
V.4.1. Elaboration du modèle 226
V.4.2. Prise en compte de la physique de la rupture 229
V.4.3. Paramètres du modèle 231
V.4.4. Analyse des résultats 235
V.4.5. Sensibilité du paramètre local $\boldsymbol{To}$ 236
V.4.6. Quelques limites du modèles 237
V.5. Conclusions 238

V.1. Introduction

Dans ce dernier chapitre, on aborde les aspects numériques et de modélisation des travaux de thèse. Les développements sont alimentés par l'ensemble des résultats expérimentaux issus des Chapitre III et IV notamment. Ce chapitre cherche à répondre à trois objectifs à savoir : proposer un modèle de comportement élastoplastique de l'acier de l'étude, prolonger l'analyse sur le lien entre microstructure et propriétés à rupture sur le plateau fragile et proposer un modèle prédictif de la résilience à travers une démarche qui soit généralisable sur d'autres aciers de même type.

Ce chapitre est organisé en trois parties pour répondre aux trois objectifs précédemment relevés. Dans la Partie V.2, on présente le modèle de comportement élastoplastique de l'acier d'étude dans le domaine de la rupture ductile. On analyse les limites des résultats numériques obtenus dans le cadre du stage de master (pré-thèse) puis on montre comment les résultats des campagnes expérimentales (Chapitre III) ont guidé les choix autour de la loi d'écrouissage et du critère de plasticité. Dans la Partie V.3 on va prolonger les conclusions du Chapitre IV sur le plateau fragile notamment, en proposant une démarche simple basée sur l'approche locale de la rupture par clivage avec laquelle on a pu établir un lien quantitatif entre contrainte critique de clivage à froid et entités microstructurales. Enfin dans la Partie V.4, on propose un modèle global de la résilience conformément aux objectifs des travaux de thèse. On verra à la fois que ce modèle basé sur la microstructure s'avère pertinent de par sa relative simplicité, mais aussi qu'il est indispensable de s'appuyer sur une base de données fournie pour consolider la robustesse et améliorer le caractère prédictif du modèle. Au final, les résultats des deux dernières parties permettront d'enrichir notre compréhension du comportement à rupture des microstructures de l'étude, en dégageant notamment dans la Partie V.4, les paramètres pertinents pour analyser les propriétés à rupture des microstructures de l'étude.

V.2. Modèle de comportement élastoplastique de l'acier 40CrMo4

L'un des objectifs de ces travaux est de préparer le terrain pour un modèle de rupture ductile de l'acier à haute résistance de l'étude. On a fait le choix de limiter cette étude aux deux microstructures de la configuration 130ksi car c'est la configuration ayant la base expérimentale la plus fournie (Chapitre III). Puisque les microstructures 130P et 130M présentent peu d'endommagement, on dissocie le comportement élastoplastique et l'endommagement ; on néglige de ce fait l'adoucissement lié à la formation des cavités. Les éléments précédents suggèrent qu'un modèle de rupture ductile, même s'il ne sera pas traité dans le cadre de ces travaux, serait de type découplé. L'une des originalités dans cette partie est de s'appuyer sur les données post-striction de la réduction de diamètre pour l'identification des paramètres de la loi de comportement. Au passage, on analysera la contribution du comportement post –striction. On précise que ce modèle a été utilisé pour estimer les vitesses d'ouverture de l'entaille Charpy afin de déterminer les vitesses de sollicitation pertinentes à tester en TGV (Annexe A).

V.2.1. Introduction et choix de la méthode d'identification des paramètres

On a vu au Chapitre III que l'éprouvette en déformation plane DP a été introduite pour rendre compte du comportement mécanique dans un état de déformations planes car ce dernier est plus proche de celui rencontré lors des essais Charpy qu'un état de contraintes rencontré dans une éprouvette axisymétrique entaillée. Précisons que la campagne expérimentale sur DP date du stage de master, où en plus des DP, une géométrie d'éprouvette en déformation plane entaillée DPU avait été introduite pour l'identification des modes de rupture Charpy au moyen d'essais de traction quasistatique à différentes températures. On a d'ailleurs montré, dans Tioguem *et al.* 2018 [1] à partir des analyses fractographiques à l'échelle du faciès, que les DPU présentent une transition ductile fragile en cristallinité dont les domaines de température recouvrent bien ceux des essais Charpy pour le 130P, alors que le cas particulier du domaine de transition du 130M présente un décalage en transition d'environ 30°C vers les températures plus élevées, par comparaison avec les faciès de rupture Charpy.

C'est dans ce contexte qu'une première méthode d'identification a été mise en œuvre. On reprend ici les points importants de la démarche adoptée. L'idée était d'identifier un modèle de comportement de l'acier 40CrMo4 par la méthode inverse « dite globale », car elle s'appuie sur les courbes macroscopiques des essais de traction à la température ambiante. Plus précisément, la méthode globale consiste à choisir un modèle de comportement du matériau et à identifier ses paramètres sur un ou plusieurs essais puis le valider car calcul sur d'autres essais. Ce sont les essais de traction uniaxiale AL_6 qui ont servi de base de données pour la modélisation. La fig.V.1 illustre les principales étapes de la méthode qu'on a appliquée ici aux courbes macroscopiques du 130P sollicité en sens L. Dans un premier temps, on sépare le comportement post-striction de la courbe de traction globale, la partie pré-striction est ensuite exprimée en contraintes vraies - déformations vraies, on réalise enfin l'optimisation des paramètres de la loi de comportement sur le logiciel Zset. À cette époque, on avait fait le choix de la loi d'écrouissage donnée par l'expression V.1 où R_o définit le début de la plasticité, Q et b sont les paramètres d'écrouissage à optimiser et p est la déformation plastique cumulée. Les paramètres matériau fixés pour la description du comportement élastique sont le module d'Young $E = 210\ GPa$ et le coefficient de Poisson $\nu = 0.3$; un critère associé de type von Mises avait été choisi.

$$R(p) = R_o + Q(1 - e^{-bp}) \tag{V.1}$$

A la suite de l'optimisation des paramètres de la loi d'écrouissage, le calcul des éprouvettes DP et DPU, tel qu'illustré sur la Fig.V.2, met en exergue un double écart de prédiction entre courbes macroscopiques et simulation numérique. La prédiction numérique ne reproduit pas le comportement au-delà de la charge maximale des essais DP, alors qu'elle surestime d'au moins 5% la charge maximale des essais DPU. Les limites de prédiction observées ont permis de conclure que : a) le matériau n'obéit pas à un critère de type Von Mises, b) la description du comportement post-striction des essais DP n'est pas prise en compte, alors qu'elle s'avère

indispensable pour des prédictions fiables en grandes déformations et c) la base de données expérimentale doit être enrichie pour prendre en compte le comportement post-striction dans la prédiction, et pouvoir ainsi évaluer son effet sur les paramètres du modèle.

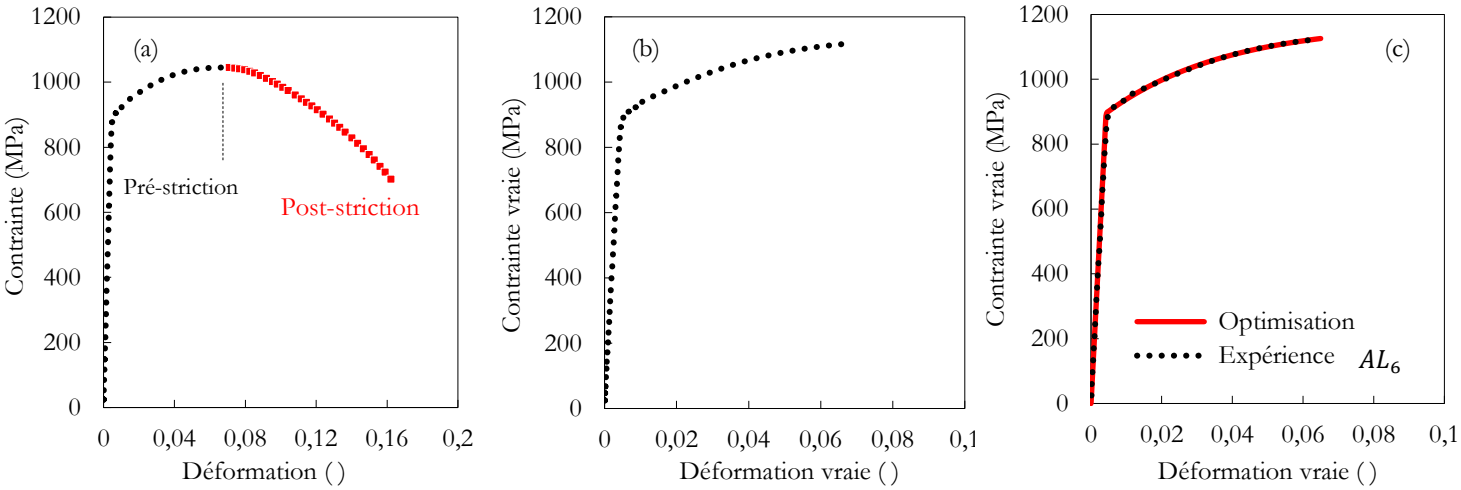


Figure V.1 : Traitement préliminaire avant l'optimisation des paramètres de la loi de comportement : a) courbe contraintes – déformations du 130P à la température ambiante et b) courbe contraintes vraie – déformation vraie de la partie pré-striction. c) Confrontation entre prédiction du modèle et courbe expérimentale pour le même essai, d'après Tioguem, 2016 [2].

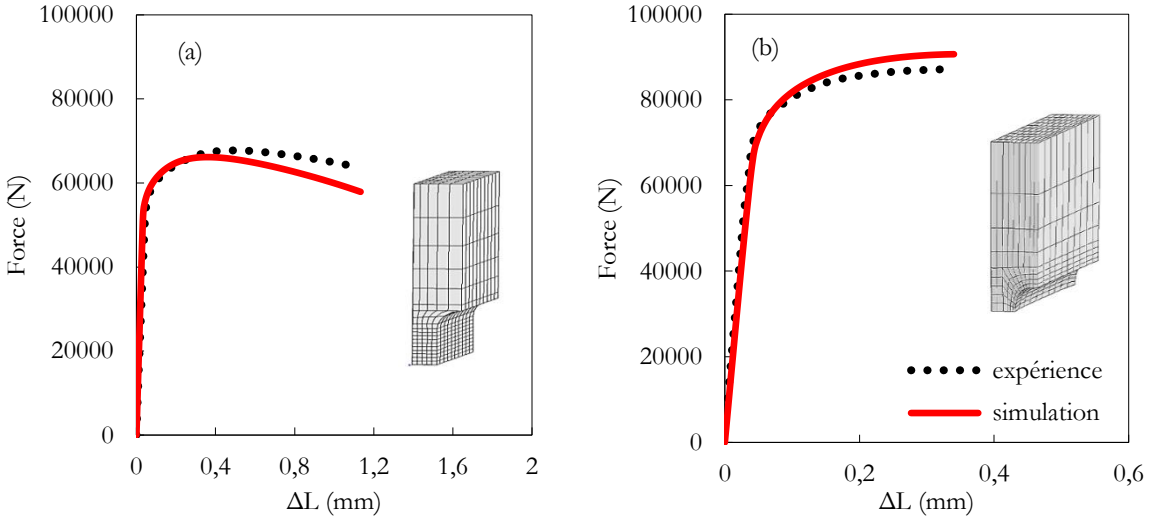


Figure V.2 : Résultats des calculs numériques réalisés pour les essais de traction à la température ambiante des éprouvettes : a) DP et b) DPU, d'après Tioguem, 2016 [2], microstructure 130P. Les maillages correspondant aux deux géométries sont également fournis pour chacune des figures.

Dès les premiers mois de la thèse et à la suite des campagnes expérimentales liées à l'étude du comportement en traction simple (Chapitre III), on s'est proposé d'améliorer le modèle de comportement élastoplastique. On met le poids sur la description précise du comportement en s'autorisant un nombre de paramètres relativement important. Concernant la méthode d'identification, à la suite du choix de la loi d'écrouissage et du critère de plasticité, une triple optimisation a été faite en même temps sur les courbes macroscopiques $F - \Delta L$ de traction sur éprouvette AL_6 et DP (Chapitre III) pour le comportement pré-striction, puis sur la courbe $F - \Delta \emptyset$ des essais de traction simple AL_6 pour accéder au comportement post-striction. La loi de comportement a ensuite été validée à l'aide des éprouvettes DPU et des essais de flexion Charpy quasi-statiques (section.V.2.4).

V.2.2. Loi d'écrouissage et critère de plasticité

Le modèle de comportement est pertinent lorsqu'il rend compte de la sensibilité du matériau, vis à vis de la température d'essai, de la vitesse de sollicitation et de l'anisotropie. Pour la microstructure 130P, le plateau athermique commence à partir de -40°C et s'étend jusqu'à +80°C pour la plage des essais réalisés. Dans le domaine athermique, on a vu sur la fig.III.20 d'une part que la réduction de diamètre est indépendante de la température d'essai entre +20 et +80°C, de plus les courbes de réduction de diamètre restent parallèles quelle que soit la température d'essai. On formule l'hypothèse que même si les niveaux de résistance sont différents et qu'on peut s'attendre à des domaines athermiques différents entre le 130P et le 130M, les tendances relevées ci-dessus sont également valides pour le 130M, à savoir entre autres qu'à la température ambiante, le plateau athermique du 130M est atteint. Les résultats précédents indiquent que pour la plage de température de validation du modèle de comportement, il n'est pas nécessaire de prendre en compte l'effet de la température de sollicitation.

Dans le tableau III.2, on a vu qu'il faut aller jusqu'à une vitesse de sollicitation supérieure à $60s^{-1}$ en pratique pour observer une augmentation des paramètres de résistance $Rp_{0.2}$ et Rm respectivement de 11% et 8% pour le 130P, alors que les augmentations sont de 4% et 13% pour le 130M. Avec ces augmentations, on a vu sur les fig.III.22 b et d que le comportement au-delà de la striction semble indépendant de la vitesse de sollicitation ; il en est de même du rapport des paramètres de résistance n_R. Ces éléments mis bout à bout renseignent qu'on peut considérer les microstructures 130P et 130M comme insensibles à la vitesse de sollicitation, donc ne pas intégrer l'effet de la vitesse de sollicitation dans le modèle de comportement élastoplastique.

Pour terminer, on a conclu dans la section III.3.1 que dans la configuration 130ksi, les courbes macroscopiques des essais de traction dans les directions L et T se superposent bien, à la seule différence que les éprouvettes sollicitées dans le sens T cassent plus tôt du fait de la forme des inclusions qui sont allongées dans cette direction. De plus les faciès de rupture des éprouvettes sollicitées selon ces deux directions restent circulaires au terme des essais :

l'anisotropie plastique en déformation du matériau peut être considérée comme étant négligeable jusqu'à rupture.

On fait le choix une loi d'écrouissage non-linéaire avec une triple somme de termes de type Voce, en considérant que la troisième composante de la somme permettra de décrire le comportement post-striction. La loi d'écrouissage est donnée par l'expression V.2 où R_o et p désignent respectivement le début de la plasticité et la déformation plastique cumulée. Les paramètres Q_i et b_i sont les paramètres matériau à optimiser.

$$R(p) = R_o + \sum_i Q_i \left(1 - e^{-b_i p}\right) \quad i = 1,\ 2,\ 3 \tag{V.2}$$

Comme on le verra dans la section suivante, la méthode d'identification est une méthode inverse que l'on appellera « locale » car on prend en compte le comportement post-striction via l'évolution de la réduction de diamètre $\varepsilon_{\emptyset}$, ce qui devrait permettre de mieux décrire les taux de déformation élevés. En s'appuyant sur l'expression V.2, on peut montrer par un développement limité au premier ordre que pour un coefficient b très petit, l'on peut supposer l'approximation donnée par l'expression V.4.

$$1 - e^{-b_i p} \sim 1 - 1 + b_i p \tag{V.3}$$

$$\text{Soit} \quad Q_i(1 - e^{-b_i p}) \sim (Q_i b_i)p \tag{V.4}$$

Précisons enfin qu'en identifiant le comportement jusqu'à la charge maximale, on peut utiliser au passage le critère de Considère qui se définit par :

$$\frac{dR}{dp} = R(p) \; avec \;\; p = p_{crit} \tag{V.5}$$

$$\sum_i Q_i\, b_i e^{-b_i p} = R_o + \sum_i Q_i (1 - e^{-b_i p}) \;\; avec \; p = p_{crit} \tag{V.6}$$

$$R_o - \sum_i Q_i \left[(1 + b_i) e^{-b_i p_{crit}} - 1\right] = 0 \qquad i = 1, 2, 3 \tag{V.7}$$

Dans les expressions V.5 à V.7, p_{crit} correspond à la déformation plastique cumulée à la charge maximale estimée à 0.058 sur les courbes expérimentales des essais de traction AL_6 à la température ambiante après conversion en contraintes vraies et déformations vraies. L'expression V.7 montre aussi que R_o est obtenu par calcul au moyen des paramètres Q_i et b_i ; ce qui permet de réduire le nombre de paramètres à optimiser.

Pour simuler les essais de traction réalisés sur les géométries AL_6 et DP en prenant en compte les limites relevées précédemment, nous avons opté pour un critère de plasticité plus général que celui de von Mises : il s'agit du critère de Hosford, 1972 [3] qui est une généralisation des critères de Tresca et Mises. Le critère est défini par l'expression V.8 où σ_H est la contrainte

équivalente de Hosford, σ_1, σ_2 et σ_3 sont des contraintes principales et n le coefficient de Hosford. La surface de plasticité retenue dans le cadre de l'identification de la loi de comportement est définie par l'expression V.9 dans laquelle $\bar{\bar{\sigma}}$ représente le tenseur des contraintes et $\bar{\bar{\varepsilon}}$ celui des déformations. Sur la fig.V.3 on peut voir que le critère de Hosford positionne la surface de charge entre celles de Von Mises et de Tresca. On a constaté qu'une meilleure approximation des microstructures 130P et 130M est obtenue pour $n = 7$.

$$\sigma_H = \sqrt[n]{\frac{(\sigma_1 - \sigma_2)^n + (\sigma_2 - \sigma_3)^n + (\sigma_3 - \sigma_1)^n}{2}} \tag{V.8}$$

$$f\left(\bar{\bar{\sigma}}, \bar{\bar{\varepsilon}}_p\right) = \sigma_H - R\,(p) \tag{V.9}$$

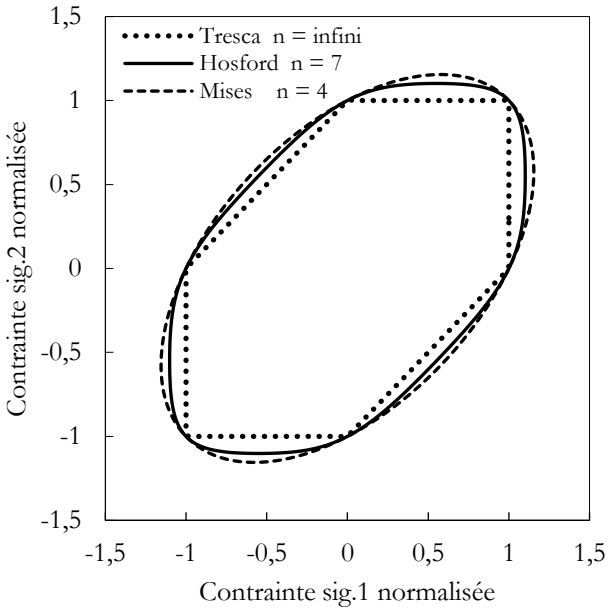


Figure V.3 : Surface de plasticité pour les critères de Mises, de Tresca et de Hosford.

V.2.3. Mise en données numérique et optimisation des paramètres

La fig.V.4 présente la mise en données adoptée dans le cadre de l'optimisation de la loi de comportement. Les maillages présentés utilisent des éléments quadratiques à intégration réduite de type cax8r et c3d20r respectivement pour les éprouvettes AL_6 (fig.V.4.a) et DP (fig.V.4.b). Pour tenir compte des symétries, seul un quart des éprouvettes est représenté en 3D pour les DP, précisons que le maillage des éprouvettes axisymétriques lisses utilise des éléments axisymétriques. Sur les mêmes figures, les plans P_1 et P_2 sont des plans de symétrie sur lesquelles on impose un déplacement nul, l'axe A est un axe de révolution et un déplacement uniforme vertical est imposé sur le plan P_o. Un algorithme de type Nelder – Mead, 1965 [4] a été utilisé et l'ensemble du

processus a été mis en œuvre au moyen de Zopt. Au terme de chaque simulation, on récupère pour chacune des éprouvettes la force F mesurée sur le plan P_o, le déplacement vertical u_1 et la réduction de diamètre u_2. Précisons que le poids des contributions des observables est le même. On présente les résultats de l'optimisation sur la fig.V.5, l'optimisation est globalement satisfaisante. Les calculs ont été faits en grande déformation. Une étude de sensibilité de la taille de maille a été réalisée et on a constaté que la taille des mailles utilisée ici n'a aucun effet sur la prédiction du comportement macroscopique des AL_6 et des DP. Seules les courbes macroscopiques $F - \Delta L$ des essais sur éprouvettes AL_6 et DP ont été utilisées pour le 130M car des mesures de réduction de diamètre n'avaient pas été faites lors des essais en quasistatique à la température ambiante. On a vérifié si la prédiction du comportement post-striction de l'éprouvette AL_6 serait satisfaisante sans prise en compte des données expérimentales $F - \Delta\emptyset$ pour le 130P; il s'avère que le comportement est bien décrit et que les paramètres Q_3 et b_3 restent très proches de ceux présentés dans le tableau V.1. On peut penser que même si le comportement post-striction du 130M n'a pas été pris en compte, le résultat obtenu ici reste valable. Les éléments précédents indiquent qu'il n'est pas indispensable de mobiliser les équipements sophistiqués pour la mesure de la réduction de diamètre pour chaque microstructure. Les paramètres optimisés sont récapitulés dans le tableau V.1. Il semble que l'écart en $Rp_{0.2}$ entre le 130P et 130M soit réparti dans la contribution des paramètres R_0, Q_1 et Q_2. Le paramètre $b_3 \sim 0.1$ indique que les termes Q_3 et b_3 jouent assez tard sur la courbe. Ces paramètres ont ensuite été exploités pour valider la loi de comportement, c'est l'objet de la section suivante.

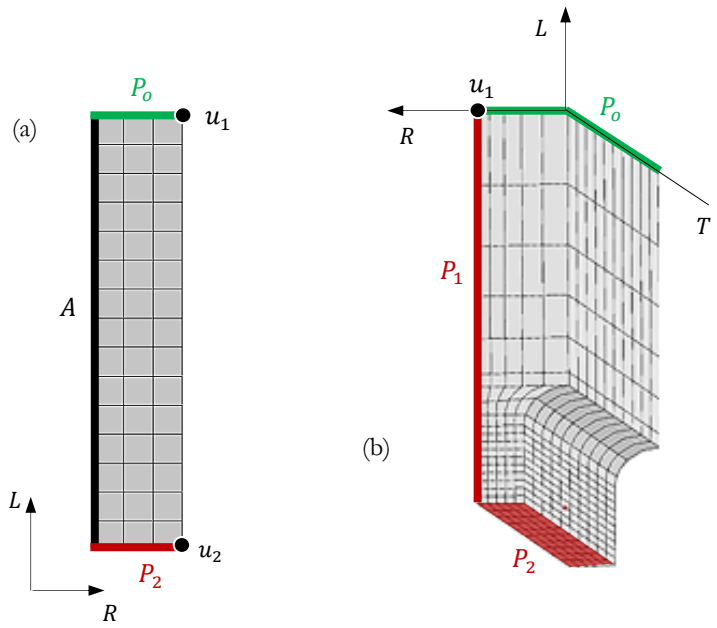


Figure V.4 : Mise en données pour l'optimisation des paramètres de la loi de comportement des éprouvettes : a) axisymétriques lisses D6 et b) de déformation plane DP.

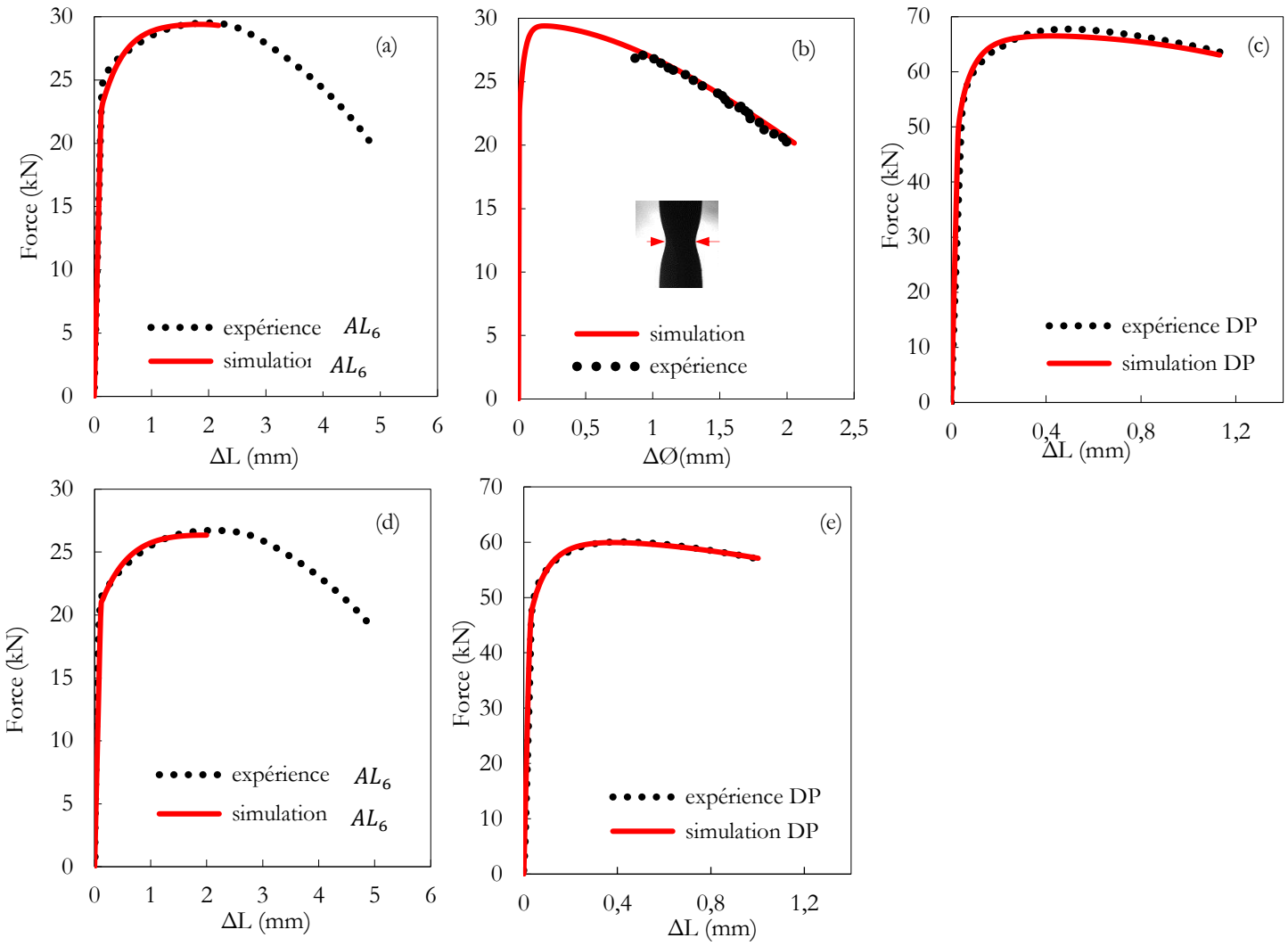


Figure V.5: Résultats de l'optimisation de la loi de comportement pour les essais de traction sur éprouvettes axisymétrique AL_6 et en déformation plane DP avec en a-b-c) la microstructure 130P et d-e) la microstructure 130M.

Tableau V.1 : Récapitulatif des paramètres optimisés.

Microstructures	R_0(MPa)	Q_1 (MPa)	b_1	Q_2 (MPa)	b_2	Q_3 (MPa)	b_3
130P	866	241	82	312	4	106	0.1
130M	800	216	62	214	4	102	0.1

V.2.4. Validation de la loi de comportement

Pour le calcul des DPU, les tendances obtenues entre le 130P et le 130M sont similaires, mais seul le cas du 130P est présenté ici. Cependant, le lecteur peut retrouver plus de détails dans

Tioguem et *al.* 2018 [1] . La mise en données du calcul des DPU est fournie sur la fig.V.6.a, sur laquelle on peut voir que la définition des plans et des nœuds d'intérêt est la même que celle des maillages DP (section V.2.3). Sur la fig.V.6.b, on peut voir qu'un écart au niveau de la charge maximale est du même ordre de grandeur que lors du stage, mais cette rappelons que les expérimentations faites à cette époque avaient montré des erreurs due au défaut d'alignement. Il n'est pas exclu qu'une flexion parasite ait affecté l'évolution de la force. Puisque les prédictions macroscopiques des essais AL_6 et DP sont correctes, on en déduit que le calcul des DPU réalisé en grande déformation est satisfaisant.

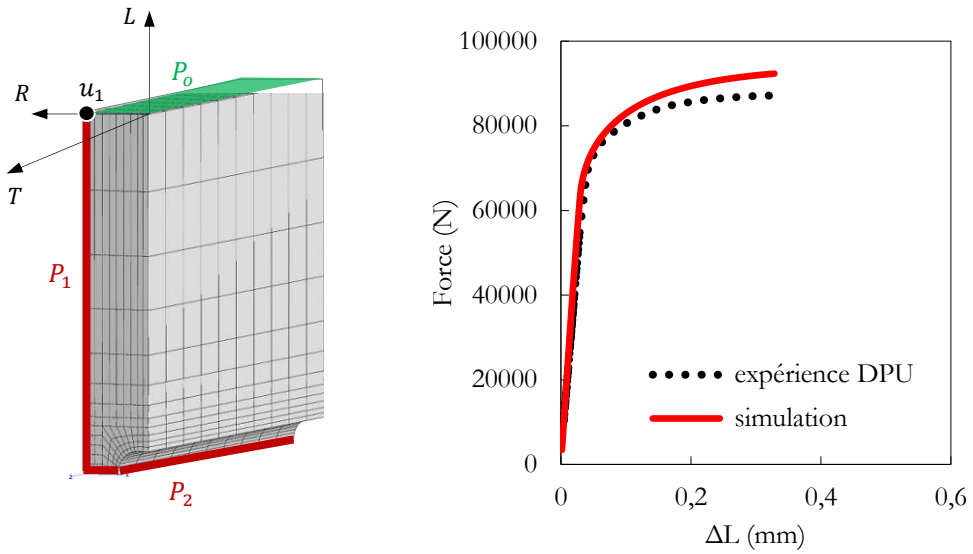


Figure V.6 : a) mise en données pour le calcul des éprouvettes DPU et b) prédiction numérique du comportement en traction simple sur une éprouvette DPU, cas du 130P.

À la suite des calculs sur les éprouvettes DPU, un calcul d'un essai Charpy a été réalisé pour valider la loi de comportement. L'endommagement n'étant pas pris en compte, l'objectif ici est de vérifier si l'on reproduit bien le comportement élastoplastique. Du fait de la complexité d'un tel calcul, deux limitations ont été retenues : a) le calcul a été fait en condition quasi-statique et b) seule la microstructure 130P est retenue. La fig.V.7.a présente la mise en donnée numérique, le maillage a été affiné au niveau des contacts et en fond d'entaille afin de bien décrire les champs. Seul un quart de l'éprouvette Charpy a été modélisé pour prendre en compte les symétries. Le déplacement du marteau a été imposé sur le plan P_2. Les contacts marteau-éprouvette et éprouvette-supports machine sont de type Coulomb, avec un coefficient de frottement de 0.1 habituellement utilisé dans un tel cas de figure [5]. Le marteau et les appuis sont considérés comme élastique, on les modélise par un comportement élastique avec $E = 220\ GPa \quad \nu = 0.3$. Les paramètres optimisés de la loi de comportement sont ceux du 130P dans le tableau V.1.

La fig.V.7.b montre la comparaison entre la mesure expérimentale de la fig.IV.21 et la prédiction par la simulation numérique. Globalement, la montée linéaire est acceptable. Le décalage (environ +20%) observé entre la pente de la courbe numérique et la courbe expérimentale peut s'expliquer par les jeux qui se mettent en place lors de l'essai instrumenté. Au-delà de la charge maximale, plusieurs sources d'erreurs liées entre autre à la gestion des contacts entre l'éprouvette et les supports se sont manifestées, mais on l'a précédemment rappelé, la suite du calcul au-delà de la charge maximale ne nous intéresse pas. Finalement, les résultats obtenus dans cette section nous renseignent que les lois de comportement ainsi paramétrés sont fiables, et peuvent être adoptées dans le cadre d'une étude numérique sur l'acier d'étude et pour la mise ne place d'un modèle de rupture ductile des aciers 40CrMo4 notamment.

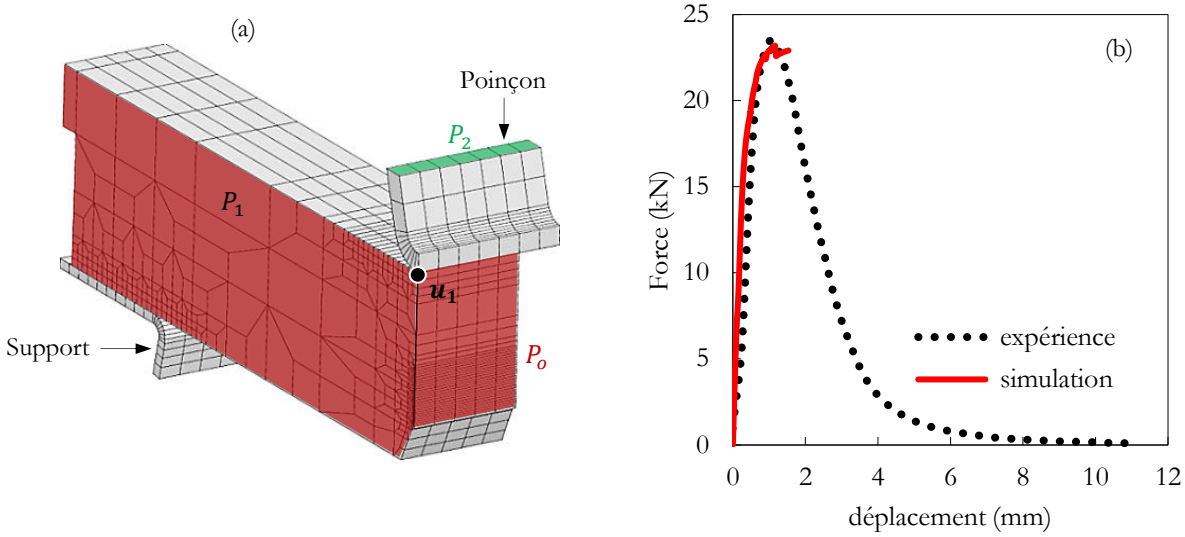


Figure V.7 : a) Mise en données pour le calcul d'un essai de flexion 3 points en condition quasi-statique et b) prédiction numérique de la courbe instrumentée d'un essai réalisé sur le 130P sur une éprouvette de flexion 3 points en sens LT.

V.2.5. Conclusion sur le modèle de comportement élastoplastique

Dans cette partie on s'est appuyé sur les résultats expérimentaux du comportement en traction pour encadrer le choix du modèle de comportement élastoplastique des microstructures 130P et 130M. Les critères isotropes de type Mises sont limités pour ces microstructures alors qu'un critère plus général de type Hosford apparaît plus adapté, pour un paramètre $n = 7$; ce qui positionne la surface de plasticité entre celle de Mises et celle de Tresca. Le paramètre n reviendra dans la suite de ce chapitre.

Du point de vue de la démarche adoptée, la prise en compte de la réduction de diamètre lors de l'optimisation des paramètres s'avère intéressante, mais pas indispensable pour atteindre des résultats satisfaisants (cas du 130M), pourvu que l'on dispose des essais en déformation plane. En somme, on dispose d'une loi de comportement

de l'acier d'étude dans la configuration 130ksi exploitable dans le cadre des analyses numériques plus fines sur l'acier de l'étude. Une continuation des travaux menés dans cette partie serait de réduire le nombre de paramètres de la loi d'écrouissage et vérifier si les tendances obtenues restent valides afin de conclure sur le nombre de paramètres pertinents permettant de disposer d'une loi aisément exploitable industriellement.

V.3. Approche locale de la rupture par clivage de l'acier 40CrMo4

On a vu dans le Chapitre IV que l'énergie au plateau fragile des microstructures étudiées dépend de la position de prélèvement ; plus précisément, elle est autour de 12J et 6J respectivement pour les microstructures P et M. Or dans le Chapitre II, on a vu que pour un prélèvement donné, le revenu a conduit à des évolutions microstructurales, notamment en termes de distribution de taille de carbures, de distance intercarbures, de restauration de la matrice et de largeur des lattes de martensite. Il semble donc pertinent de prolonger l'étude du lien entre microstructure et propriétés à rupture au plateau fragile pour une raison fondamentale à savoir que la contrainte de clivage peut être considérée comme paramètre pour le dimensionnement d'une structure à froid [6]. Dans la littérature, il est reporté que la contrainte de rupture par clivage des aciers dépend fondamentalement des entités microstructurales par exemple : la taille des blocs [7], les carbures de taille critique [8], la taille des grains austénitiques et la taille des carbures [9]. On voit que la connaissance précise des entités microstructurales responsables du déclenchement du clivage et de leur lien avec la contrainte de clivage peut permettre a priori de prédire cette dernière. Précisons enfin que l'absence d'austénite résiduelle nous autorise à étudier les conditions de déclenchement du clivage à très basse température.

La démarche appliquée dans ces travaux s'appuie sur l'approche locale de la rupture fragile, elle est présentée comme suit : la construction de la base de données expérimentales avec les essais de comportement élastoplastique et à rupture à -196°C (section V.3.1), l'identification du modèle de comportement élastoplastique à froid (section V.3.2), la mise en données numériques (section V.3.3) suivie de l'étude de l'effet de la taille de maille sur les résultats globaux et locaux (section V.3.4). Pour accéder aux contraintes de clivage qui seront présentées dans la section V.3.6, on identifie la position du foyer d'amorçage sur le faciès de rupture des éprouvettes AE (section V.3.5). A la fin de cette partie, on propose dans la section V.3.7 le lien entre la contrainte critique de clivage et l'entité microstructurale ayant amorcé la rupture pour les microstructures P et M.

V.3.1. Comportements élastoplastique et à rupture à -196°C

Les conditions expérimentales des essais à froid sur les éprouvettes de traction uniaxiale AL_4 ont été définies dans le Chapitre III. Le tableau V.2 récapitule les propriétés mécaniques en traction à -196°C des six microstructures de l'étude et les courbes expérimentales sont fournies en Annexe C. Par comparaison avec les propriétés mécaniques en traction à la température ambiante

(tableau III.1), on observe que la hiérarchie des niveaux de résistance est conservée, elle est traduite à la fois par un effet du prélèvement et de la température de revenu. Le premier effet confirme un niveau de résistance plus important des microstructures P comparé aux microstructures M et le second aspect est mis en exergue, pour un prélèvement donné, par la diminution du niveau de résistance lorsque la température de revenu augmente. L'effet de la température sur les propriétés mécaniques est illustré sur la fig.V.8. On note ici en particulier un $Z_{\%}$ relativement plus important dans la configuration 110ksi, ce qui suggère une légère amélioration de la ductilité à froid des microstructures de la configuration 110ksi avec le traitement T2 par comparaison avec les microstructures des configurations 130ksi et 90ksi.

Tableau V.2 : Récapitulatif des caractéristiques mécaniques des essais de traction à froid sur éprouvette AL_4. Essais réalisés suivant le sens L. Les intervalles indiquent la dispersion des mesures sur 3 essais. Les écarts relatifs sont calculés par rapport à la configuration 130ksi.

Revenus	T1 (600°C – 3h)		T2 (690°C et 665°C – 1h)		T3 (720°C – 4h)	
Propriétés à rupture à -196°C	130ksi		110ksi		90ksi	
	130P	130M	110P	110M	90P	90M
$Rp_{0.2}$(MPa)	1419 ±3	1257 ±5	1237 ±3 **-14%**	1171 ±2 **-7%**	1131 ±14 **-25%**	1088 ±13 **-15%**
Rm (MPa)	1511 ±8	1333 ±38	1329 ±21 **-13%**	1298±9 **-2%**	1205 ±9 **-22%**	1198 ±13 **-11%**
n_R	0.93	0.94	0.93	0.90	0.93	0.90
$A_{\%}$	16 ±0	11 ±1	18 ±1 **+11%**	18 ±1 **+38%**	21 ±2 **+23%**	20 ±1 **+45%**
$Z_{\%}$	37 ±3	34 ±2	45 ±5 **+17%**	44 ±2 **+22%**	41 ±5 **+9%**	40 ±3 **+15%**

Concernant les essais à rupture à -196°C sur les éprouvettes AE, on donne dans le tableau V.3 la désignation de chacune des éprouvettes lors de la campagne expérimentale. Pour cette campagne d'essai, douze éprouvettes ont été utilisées, soit deux par microstructure. Comme on l'a précisé dans le Chapitre III, les essais ont été réalisés sur une machine MTS de 100kN à une vitesse de déformation visée en fond d'entaille de 5.10^{-3} s^{-1} et en introduisant les éprouvettes dans une enceinte remplie d'azote liquide.

Tableau V.3 : Désignation des essais à -196°C sur les éprouvettes AE.

130ksi		110ksi		90ksi	
130P	130M	110P	110M	90P	90M
1PC	1MC	1PTC	1MTC	5PTC	5MTC
2PC	2MC	2PTC	2MTC	6PTC	6MTC

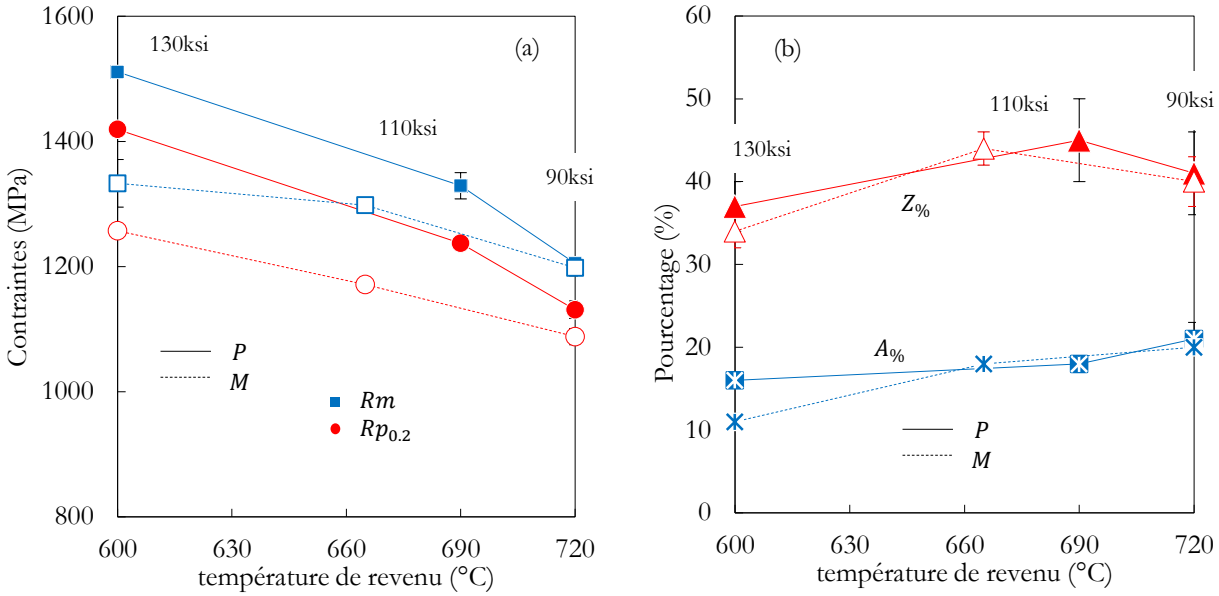


Figure V.8 : Evolution des caractéristiques mécaniques à -196°C avec le revenu : a) les paramètres de résistance et b) les paramètres de ductilité.

Tableau V.4 : Récapitulatif des propriétés à rupture à -196°C sur éprouvette AE. Essais réalisés suivant le sens L.

		N°	$F_{r\,(N)}$	$\emptyset_{o\,(mm)}$	$\emptyset_{r\,(mm)}$	$\Delta\emptyset_{r\,(mm)}$	$\varepsilon_{r\,(\,)}$	$\sigma_{r\,(MPa)}$
130ksi	P	1PC	29322	4.02	3.77	0.064	0.128	2386
		2PC	29106	4.03	3.78	0.063	0.128	2356
	M	1MC	26156	4.03	3.86	0.030	0.086	2082
		2MC	25792	3.99	3.95	0.031	0.035	2095
110ksi	P	1PTC	25474	4.03	3.74	0.089	0.149	2088
		2PTC	25364	4.00	3.77	0.087	0.118	2110
	M	1MTC	22812	4.02	3.99	0.008	0.015	1805
		2MTC	23864	4.03	3.99	0.018	0.020	1889
90ksi	P	5PTC	21875	4.04	3.93	0.022	0.055	1726
		6PTC	21813	4.05	3.98	0.021	0.035	1712
	M	5MTC	21091	4.03	4.00	0.015	0.015	1667
		6MTC	21006	4.05	3.99	0.018	0.030	1646

On a constaté que la reproductibilité des courbes de traction macroscopiques des deux éprouvettes d'une même microstructure est quasiment parfaite et que la principale différence, quand elle existe, se situe au niveau de la déformation à rupture. Cette observation est illustrée par les propriétés à rupture récapitulés dans le tableau V.4. Si on s'intéresse à la contrainte globale à rupture σ_r et la déformation à rupture ε_r, on fait les observations majeures suivantes :

- Au niveau de σ_r, la reproductibilité de la contrainte axiale moyenne à rupture est bonne. En effet, l'écart le plus important entre les deux essais d'une même microstructure est de l'ordre de 2% seulement pour les microstructures 130P. On voit également que la hiérarchie de la contrainte σ_r est en corrélation avec les paramètres de résistance du tableau V.2, avec des microstructures P plus résistantes que les M pour une même configuration de revenu.
- Au niveau de ε_r, on note que les éprouvettes 2MC et 5MTC cassent plus tôt que leur consœur sollicitée dans les mêmes conditions, avec un écart de près de 50%. En attendant les études fractographiques de la section V.3.6 pour comprendre l'origine de ces ruptures précoces, observons que même si les contraintes globales à rupture sont relativement proches, on observe une dispersion au niveau de la déformation à rupture, davantage marquée entre les éprouvettes des microstructures M (qui contiennent de la bainite supérieure).

V.3.2. Identification de la loi de comportement à -196°C

L'identification de la loi de comportement s'appuie sur les courbes macroscopiques $F - \Delta L$ des essais de traction AL_4 à -196°C. De même que dans la Partie V.2, on a retenu l'algorithme de Nelder – Mead, 1965 [4] pour la minimisation de la fonction coût. On suppose que la surface de charge à +20°C reste la même à -196°C, ce qui nous conduit à retenir le critère de plasticité défini au sens de Hosford avec $n = 7$, d'autant plus qu'on ne dispose pas d'essai sur géométrie DP à froid pour le recalage du paramètres n. Sachant que les AE cassent globalement assez tôt, on suppose que le comportement en grandes déformations n'est pas nécessaire. L'optimisation de la loi de comportement a été réalisée jusqu'à la charge maximale pour ne pas prendre en compte le comportement post-striction, les valeurs de la déformation maximale à la contrainte maximale, p_{crit} précisées dans le fichier matériau pour chacune des microstructures sont fournies dans le tableau V.5. On a constaté *a posteriori* qu'il est indispensable de prendre en compte le plateau de Lüders pour une meilleure prédiction du début de la plasticité des AE.

Tableau V.5 : Valeurs de la déformation totale à la contrainte maximale.

Prélèvement	Microstructure	p_{crit}
P	130P	0.13
	110P	0.12
	90P	0.13
M	130M	0.13
	110M	0.18
	90M	0.16

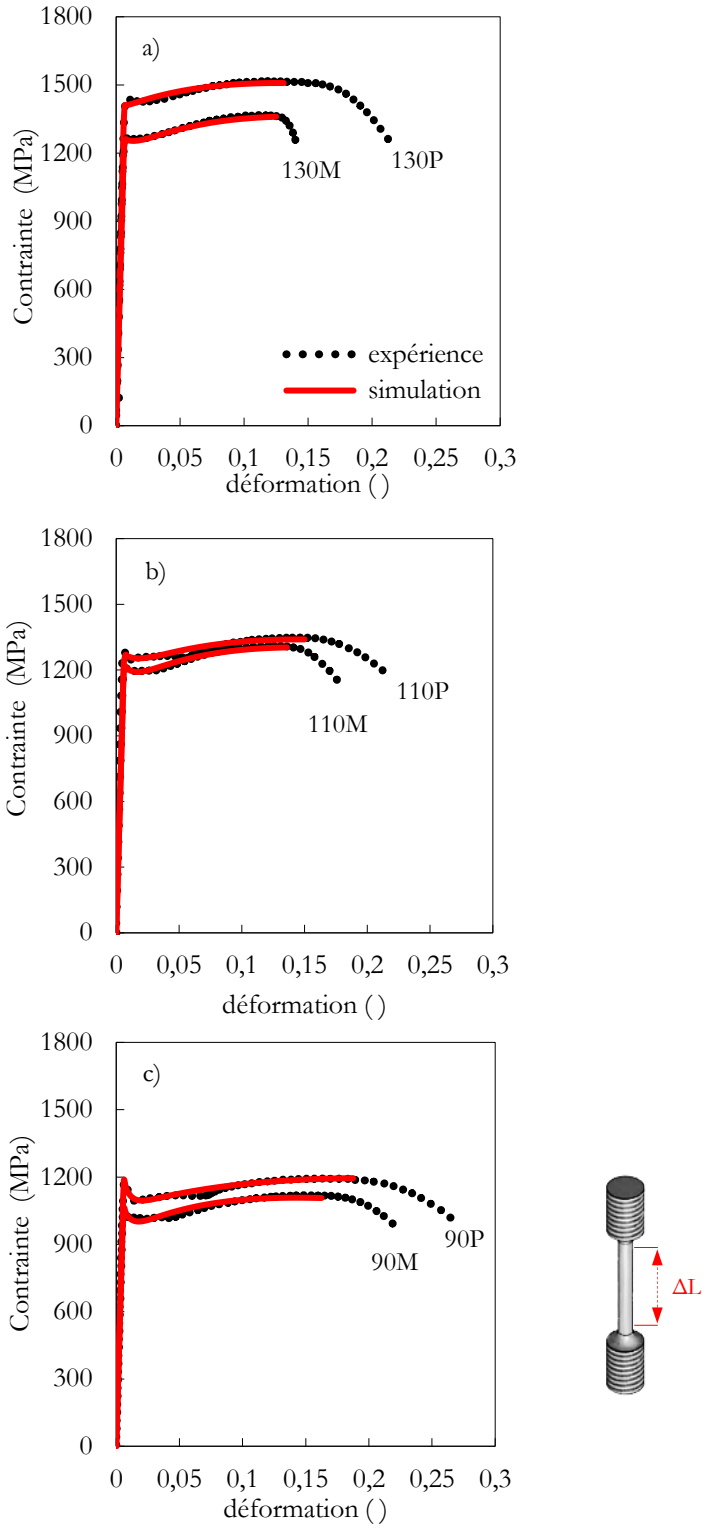


Figure V.9 : Résultats de l'optimisation de la loi de comportement pour les essais de traction à froid sur éprouvettes axisymétriques AL_4.

Sur la fig.V.9 on confronte la modélisation numérique et les courbes expérimentales ; on peut y voir que les résultats sont satisfaisants. Les paramètres optimisés de la loi d'écrouissage sont fournis dans le tableau V.6. Les coefficients Q_1 et b_1 sont dédiés au crochet de traction (d'où $Q_1 < 0$). On voit que Q_2 a considérablement augmenté par comparaison avec Q_1. Probablement du fait que partant de plus bas, le paramètre Q_1 ne peut plus contribuer à l'écrouissage et c'est Q_2 qui prend le relais. Les lois de comportement dont les paramètres ont été identifiés dans cette section ont permis d'alimenter le calcul des éprouvettes AE à froid tel qu'on le verra dans la suite de cette partie.

Tableau V.6 : Paramètres des lois d'écrouissage à -196°C optimisés pour chacune des microstructures.

Paramètres	130P	110P	90P	130M	110M	90M
R_o	1415	1037	1173	1360	859	732
Q_1	-6	-70	-124	-51	-88	-124
b_1	240	93	172	118	123	152
Q_2	607	518	726	523	513	450
b_2	5.0	7.0	4.0	7.8	8.5	9.6
Q_3	97	3.7	51	227	206	168
b_3	0.2	0.1	0.2	0.2	0.2	0.2

V.3.3. Mise en donnée numérique du calcul sur éprouvettes AE

Lorsqu'on s'intéresse aux éprouvettes entaillées de type AE, la taille de maille peut avoir un effet vis-à-vis des champs mécaniques locaux. En guise d'illustration, la fig.V.10 montre l'effet de la taille de maille sur la position du site d'amorçage sur une éprouvette AE, elle est issue des travaux de Defaisse, 2018 [10] sur la modélisation de la rupture ductile d'un acier à très haute résistance (maraging). On constate qu'un maillage grossier déplace le point du maximum d'endommagement vers le centre de l'éprouvette, ce qui ne permet pas de bien décrire les champs locaux. Dans le cas de notre étude, une mise en donnée avec différentes tailles d'éléments a été effectuée afin d'évaluer l'effet de ces dernières à la fois sur les observables macroscopiques et la description des champs locaux.

La fig.V.11 présente la mise en donnée et les tailles de maille choisies pour cette étude. Pour des raisons de symétrie, seul un huitième de l'éprouvette AE est modélisé. Un maillage quadratique à intégration réduite avec des éléments cax8r a été utilisé. Au niveau de la taille des éléments, les cotes b et h désignent respectivement la largeur et la hauteur de la maille. On a choisi de définir les éléments en diminuant de moitié la cote b d'un élément à l'autre puisqu'il permet de mieux décrire les champs locaux le long du ligament en pointe d'entaille. L'axe A et le plan P_2 sont respectivement l'axe de révolution et le plan de symétrie ; un déplacement uniforme

vertical a été imposé sur P_o. Tous les calculs ont été réalisés en grandes déformations avec le code de calcul Zset. Au terme de chaque calcul, on récupère trois grandeurs : la force F, mesurée sur le plan P_o, le déplacement axial ΔL, mesuré en u_1 et la réduction de diamètre $\Delta \emptyset$, mesuré en u_2.

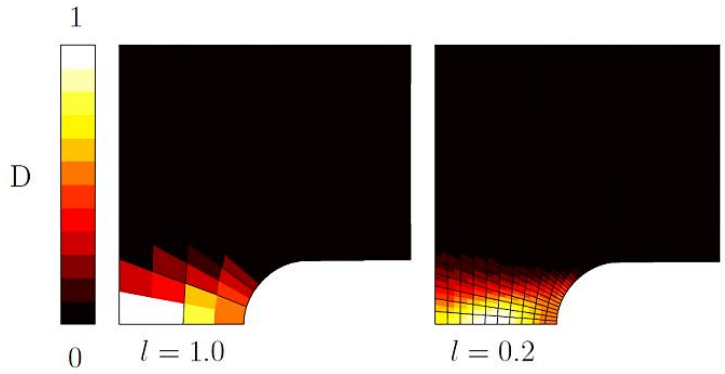
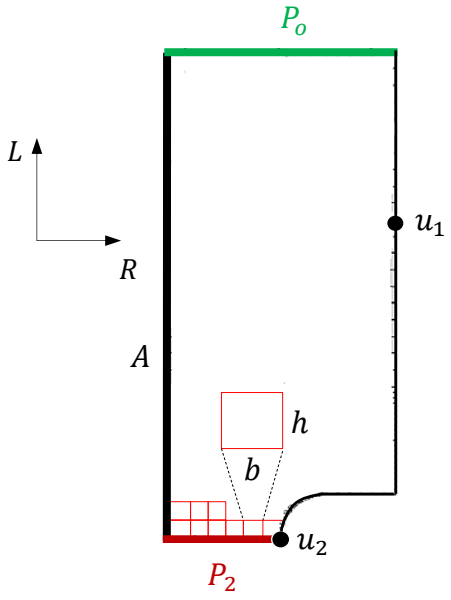


Figure V.10 : Effet de la taille des mailles sur l'emplacement du lieu d'endommagement maximal (D=1) d'amorçage des éprouvettes AE, d'après Defaisse, 2018 [10].



Maillages AE	Taille ($b \times h$), µm²	Nombre d'éléments cax8r
400 µm	400 × 200	140
200 µm	200 × 120	290
100 µm	100 × 60	840
50 µm	50 × 30	2600

Figure V.11 : Mise en données pour le calcul des éprouvettes AE à froid.

V.3.4. Etude de la sensibilité du maillage et calcul des éprouvettes *AE*

La fig.V.12 illustre la cartographie du champ de contraintes dans la direction axiale pour les quatre maillages. Il est évident que les gradients du champ de contrainte sont finement décrits lorsque la taille de maille diminue. On peut voir sur la fig.V.13 que quelle que soit la taille des éléments, la prédiction du comportement macroscopique est bonne. **Pour évaluer l'effet de la taille de maille sur la description des champs locaux, on extrapole les valeurs de la**

contrainte σ_{LL} et de la déformation plastique cumulée p sur les nœuds du ligament du plan P_2. On présente sur la fig.V.14 les évolutions de la contrainte axiale et de la déformation plastique cumulée p avec la distance au fond d'entaille. On note un effet marqué des maillages grossiers, en l'occurrence 400µm et 200µm, qui se traduit à la fois par une sous-estimation des contraintes axiales et une surestimation de la déformation plastique cumulée lorsqu'on se rapproche du fond d'entaille. Pour la suite, on a choisi la taille de maille 50µm car elle offre une description plus lisse des champs locaux.

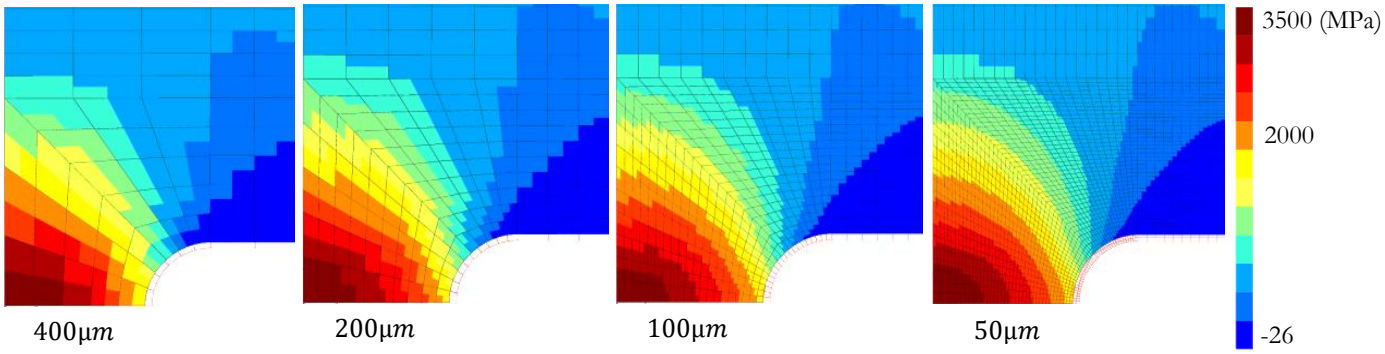


Figure V.12 : Cartographie du champ de contraintes axiales σ_{LL} au même déplacement (proche des conditions de rupture) pour tous les maillages. Les calculs ont été réalisés avec les paramètres optimisés du 130P.

Au moyen des données précédentes à savoir : les lois de comportement à -196°C, la mise en données et le maillage 50µm, on a réalisé un seul calcul numérique par microstructure, mais avec deux dépouillements pour inclure la déformation à rupture. La fig.V.12 présente la prédiction numérique des courbes charge – déplacement sur éprouvette AE à -196°C, un seul essai par microstructure est présenté pour une meilleure lisibilité, cependant, on a pris le soin de vérifier que toutes les simulations reproduisent bien à la fois les courbes macroscopiques $F - \Delta L$ et $F - \Delta\emptyset$. Dans la configuration 130ksi, on voit que comparé au 130P, le 130M présente une moindre contrainte σ_r à la fois parce qu'il casse plus tôt et que son niveau de résistance est d'environ 400MPa plus bas. Dans les configurations 110ksi et 90ksi, on voit que les courbes des microstructures P et M sont similaires, à la seule différence est que les microstructures M cassent plus tôt : c'est sans doute pour cette raison que les microstructures 110M et 90M présentent une contrainte globale à rupture σ_r plus faible que celles des microstructures 110P et 90P respectivement. La prochaine étape consiste à déterminer les contraintes locales à rupture pour chacun des essais. Pour cela, il est indispensable de connaître le lieu de l'amorçage de la rupture sur tous les faciès, c'est en fait à ce niveau qu'on ira chercher précisément les contraintes locales à rupture : c'est l'objet de la section suivante.

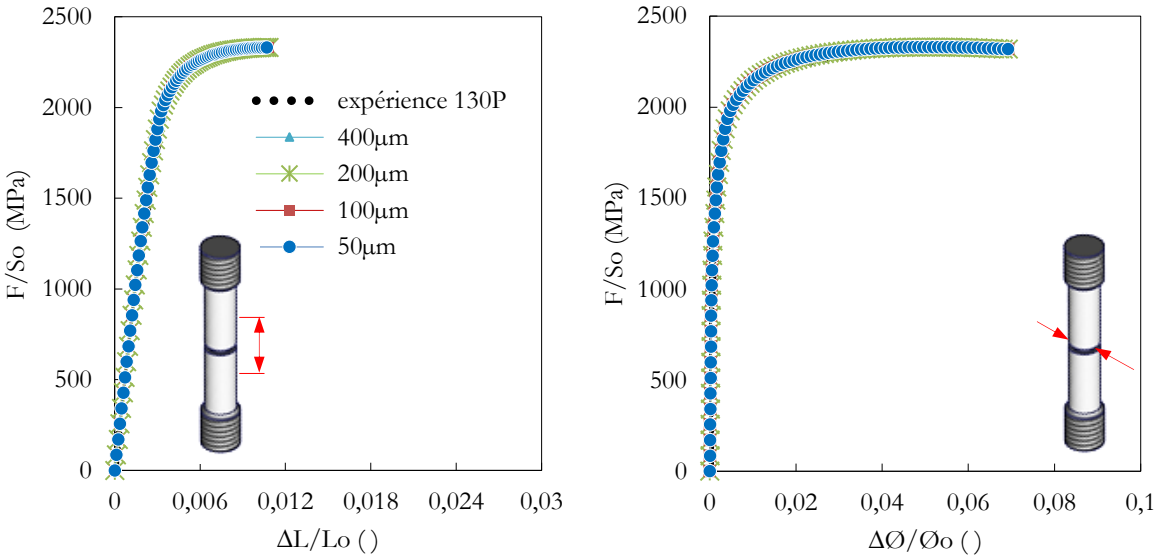


Figure V.13 : Prédiction du comportement macroscopique des essais de traction à -196°C sur différentes tailles de maille d'une éprouvette AE : les courbes sont superposées.

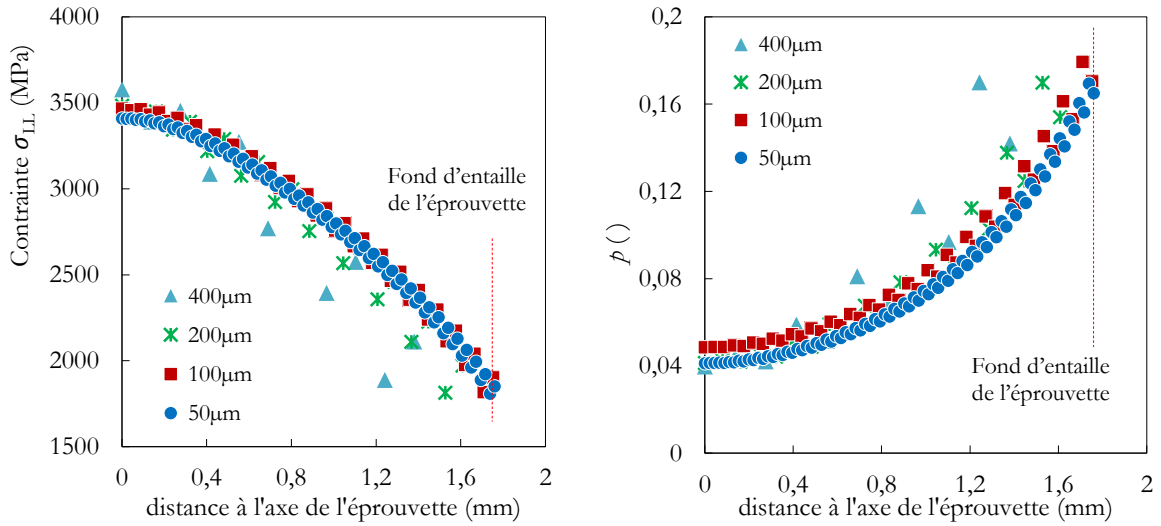


Figure V.14 : Champs locaux le long du ligament des éprouvettes AE à l'instant de rupture.

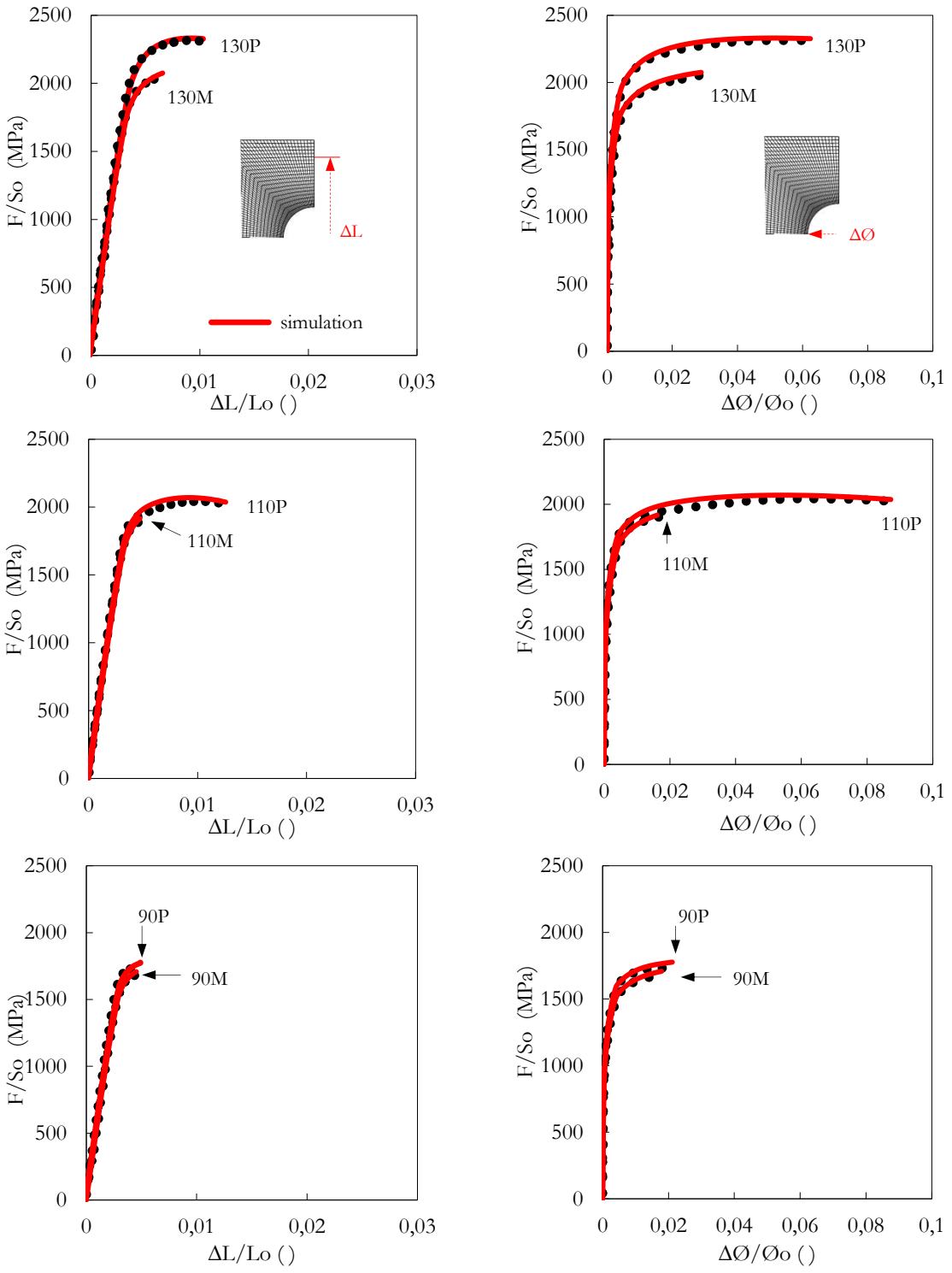


Figure V.15 : Comparaison entre la prédiction par le modèle et les valeurs expérimentales du comportement à rupture à -196°C des éprouvettes AE.

V.3.5. Foyer d'amorçage de la rupture des AE et mécanismes de rupture à -196°C

Comme on l'a vu pour les faciès de rupture Charpy sur le plateau fragile (Chapitre IV, section IV.6.1), l'identification du foyer d'amorçage consiste à remonter les rivières macroscopiques jusqu'à leur point de convergence, c'est ce dernier qui est indiqué par une étoile sur chacun des faciès de la fig.V.16. Les observations ont été faites au MEB - FEG à un grandissement ×38 et la résolution est proche de la taille d'un pixel, ce qui correspond à 6µm environ. Remarquons que les faciès restent circulaires en post-mortem et qu'aucun amorçage ne s'est fait sur la peau de l'éprouvette. La position du foyer d'amorçage r_a a été évaluée comme étant la distance entre le centre de la surface de rupture et le foyer d'amorçage ; ces valeurs sont récapitulées dans le tableau V.7. La valeur qui se dégage est celle de l'essai 1MTC sur le 110M, elle est de 1480µm. Pour ce dernier essai, la position du foyer d'amorçage est proche du bord de l'éprouvette, ce qui est en corrélation avec le déplacement à rupture $\Delta\emptyset_r$ le plus bas (section V.3.1). Pour l'analyse microscopique des mécanismes de rupture au foyer d'amorçage, on fait par la suite le choix de présenter les foyers d'amorçage des essais dont la position du foyer d'amorçage r_a est la plus proche de l'axe de l'éprouvette. Précisons que des observations additionnelles ont été faites sur le deuxième faciès pour vérifier que la forme du foyer d'amorçage est la même et que les entités microstructurales responsables du déclenchement du clivage sont les mêmes.

Tableau V.7 : Récapitulatif des positions du site d'amorçage r_a estimées par rapport à l'axe de l'éprouvette.

Prélèvements	Microstructures	Essais AE	r_a(µm)
P	130P	1PC	239
		2PC	155
	110P	1PTC	715
		2PTC	535
	90P	5PTC	720
		6PTC	520
M	130M	1MC	500
		2MC	575
	110M	1MTC	1480
		2MTC	726
	90M	5MTC	567
		6MTC	528

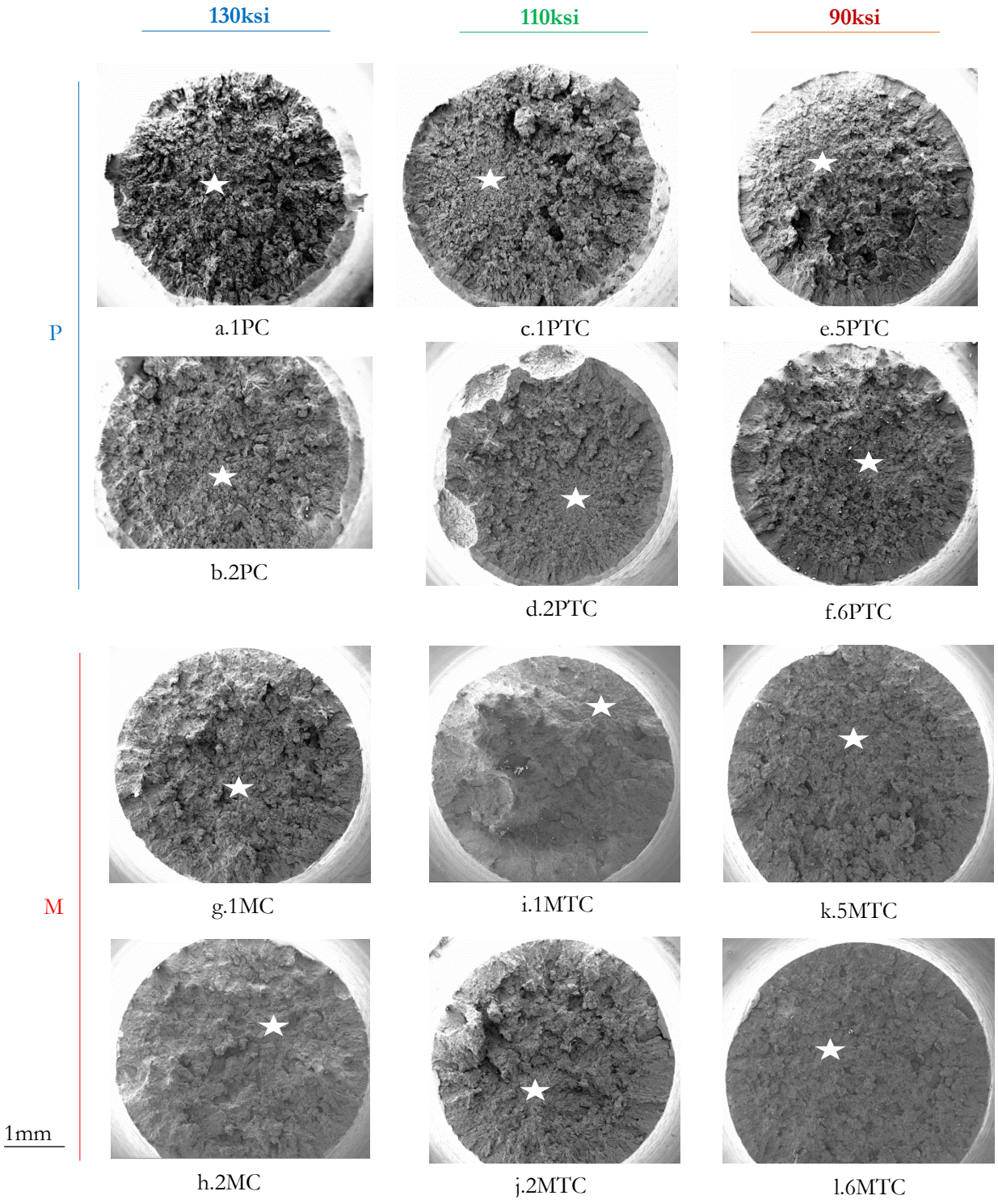


Figure V.16 : Position des foyers d'amorçage de la fissure sur les faciès des éprouvettes AE. Macrographies faites au MEB.

L'examen des mécanismes de rupture a été faite au MEB – FEG à une échelle plus locale avec pour objectif principal de dégager les entités microstructurales responsables de l'amorçage du clivage. Les observations ont ensuite été comparées avec celles des mécanismes de rupture des éprouvettes Charpy à-196°C (Chapitre IV) afin de dégager les similitudes entre les deux types d'éprouvettes.

Microstructures P

La fig.V.17 présente les mécanismes de rupture observés au niveau du site d'amorçage des éprouvettes AE à -196°C pour les microstructures P ; les images ont été faites aux grandissements ×2.500 pour les vues d'ensemble, puis ×10.000 et ×20.000 pour les vues de détail.

On retrouve sur les fig.V.17.a et b des facettes issues de la décohésion des ex-joints de grains austénitiques pour le 130P, sur lesquelles on identifie des cavités et des carbures de taille proche de 0.10µm ; ce qui est similaire aux observations faites sur les éprouvettes Charpy (fig.IV.27). Notons que la taille des carbures semble légèrement plus grossière que la taille moyenne des particules de cémentite de la configuration 130ksi (80 nm, tableau II.13). Au niveau du foyer d'amorçage du 110P (fig.IV.17.c), on identifie une facette de clivage dont la remontée des rivières converge vers une particule de cémentite (fig.IV.17.d). Une fois de plus, la taille de cette particule est de l'ordre de 0.20µm, plus grande que la moyenne de la microstructure 110P (90nm). De même qu'au foyer d'amorçage du 130P, on identifie ici localement quelques rattrapages de plan par des ligaments ductiles. Précisons enfin qu'aucune facette typique de la décohésion intergranulaire n'a été identifiée au voisinage du foyer d'amorçage sur le 110P alors qu'il y en avait sur les faciès de résilience à -196°C. On identifie sur le foyer d'amorçage du 90P (fig.IV.17.e), une probable particule de cémentite de taille proche de 0.45µm et très localement des ligaments ductiles.

Microstructures M

La fig.V.18 présente les mécanismes de rupture observés au niveau du site d'amorçage des éprouvettes AE à -196°C pour les microstructures M. Les images ont été prises aux grandissements ×1.000 pour les vues d'ensemble et ×5.000 pour les vues de détail.

En remontant les rivières macroscopiques, on converge dans une zone où l'on identifie des paquets de bainite pour l'ensemble des trois microstructures. Les paquets de bainite, typiques de la fig.IV.6.2, sont parfois entourés par des facettes de clivage dont la taille réduite et la forme allongée laissent penser aux paquets de lattes de martensite. Remarquons aussi les rattrapages de plans de clivage par d'autres facettes (fig.V.18.c). Pour rappel, on a vu dans le cas de l'éprouvette Charpy du 110M que l'amorçage s'est probablement produit par rupture d'une inclusion logée dans un paquet de bainite (fig.IV.27.d). De toute évidence, c'est la bainite supérieure qui semble être le maillon faible face au clivage dans les microstructures M.

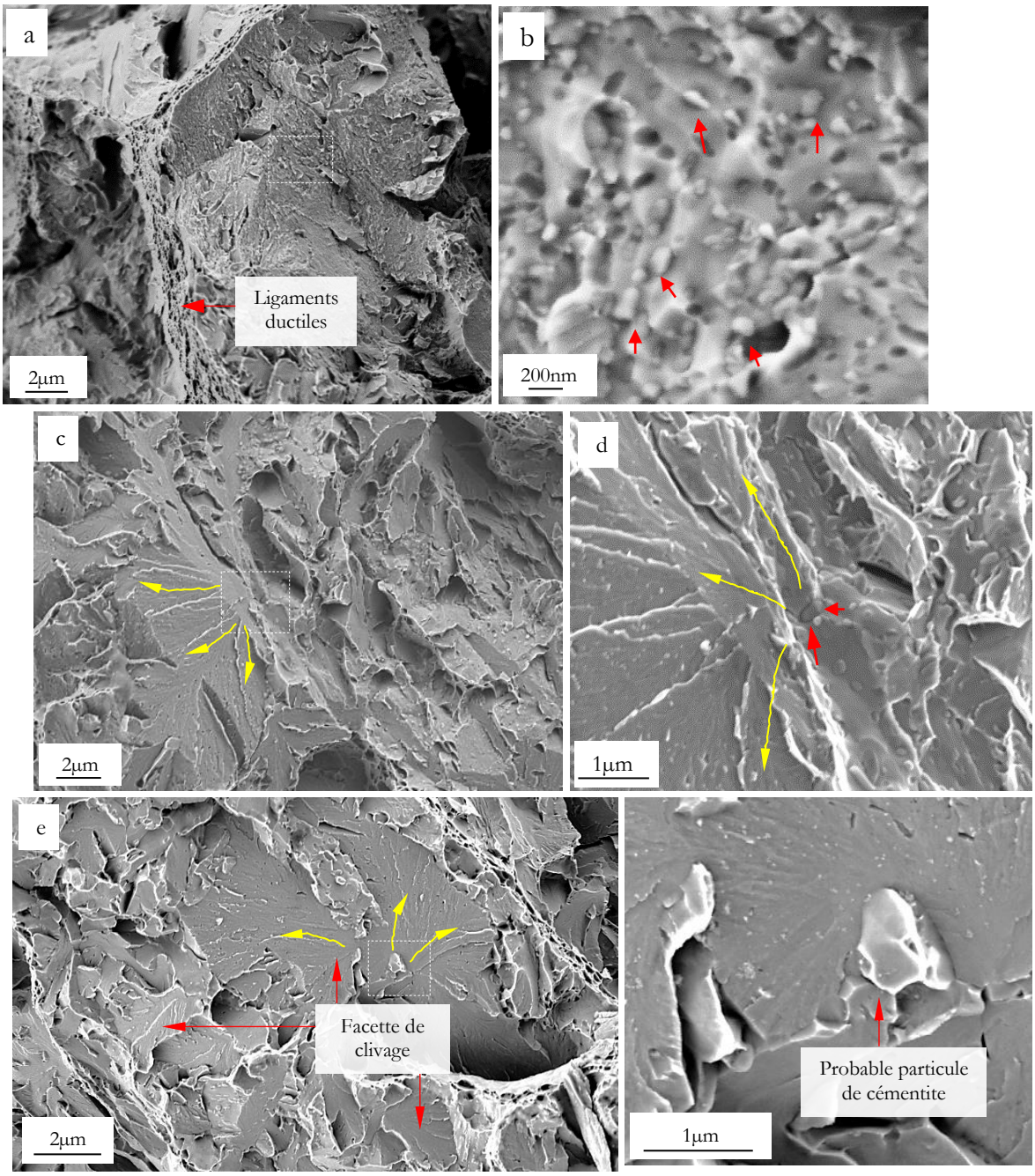


Figure V.17 : Mécanisme de rupture au foyer d'amorçage des éprouvettes AE pour les microstructures P : a-b) 130P (1PC), c - d) 110P (1PTC), e - f) 90P (5PTC). Les flèches rouges indiquent à la fois certaines cavités, ex-logement de carbures et certains carbures. Les surfaces de rupture n'ont pas été attaquées.

Comme on peut le voir sur la vue de détail de la fig.V.18.b, il n'a pas été évident de conclure quant à la présence d'une particule apparente au lieu de convergence des rivières. Pour valider qu'il ne s'agit pas d'un défaut d'identification des carbures lors des observations, le faciès de rupture du 90M (5MTC) a été attaqué au nital 4% pendant une dizaine de secondes puis observé de nouveau, c'est l'illustration sur la fig.V.19.b. On peut voir que lorsque les particules de cémentite sont dispersées sur une facette de clivage d'une bainite supérieure, elles sont clairement identifiables. Il est donc envisageable que l'entité microstructurale ayant déclenché le clivage soit resté sur le faciès non observé ou alors qu'elle soit sous-jacente au faciès de rupture. Pour terminer, on a observé localement au voisinage du foyer d'amorçage du 130M une sorte de propagation « en escalier » du clivage qu'on illustre sur la fig.V.20.b. On suppose en s'appuyant sur les travaux de Tsuboi et *al.* 2017, qu'il s'agit d'une propagation du clivage à travers des plans {100} et sur des distances caractéristiques proches de la largeur des paquets de lattes.

Synthèse sur l'analyse fractographique des *AE* à -196°C

Dans le cas des microstructures P, on confirme que **les joints de grains sont les maillons faibles du 130P lors d'une sollicitation à très basse température**, même si une seule facette typique d'une décohésion d'un ex-joint de grains austénitique a été identifiée ici. Les trois faciès nous indiquent aussi que **l'amorçage du clivage au sein des microstructures P (martensitiques) s'est produit vraisemblablement au voisinage des particules de cémentite de taille relativement plus importante que la taille moyenne des particules de cémentite** de chacune des configurations de revenu.

Pour les microstructures M, on a vu que ce sont les paquets de bainite supérieure qui sont les zones d'amorçage du clivage. Contrairement aux observations faites sur le foyer d'amorçage des éprouvettes Charpy (section IV.6.1), on a constaté ici qu'un seul foyer d'amorçage a été identifié pour les faciès de rupture des éprouvettes *AE* à -196°C ; on confirme que les paquets de bainite supérieure sont les maillons faibles des microstructures M lors de la rupture par clivage. Toutefois, aucune particule apparente n'a été identifiée sur le foyer d'amorçage des microstructures M. On se rappelle que sur le faciès de résilience du 110M, c'est la rupture d'une inclusion qui est à l'origine du déclenchement du clivage (section IV.6.1). Puisqu'il s'agit d'un seul cas devant le nombre de faciès observé, on voit qu'il n'est pas évident de conclure sur l'effet des particules de cémentite ; on peut tout de même imaginer une contribution à la fois des particules de seconde phase et des paquets de bainite supérieure sur la résistance au clivage des microstructures M.

A présent qu'on connaît l'origine probable du déclenchement du clivage, on va déterminer les contraintes de clivage en combinant les observables expérimentales et le calcul numérique ; c'est l'objet de la section suivante.

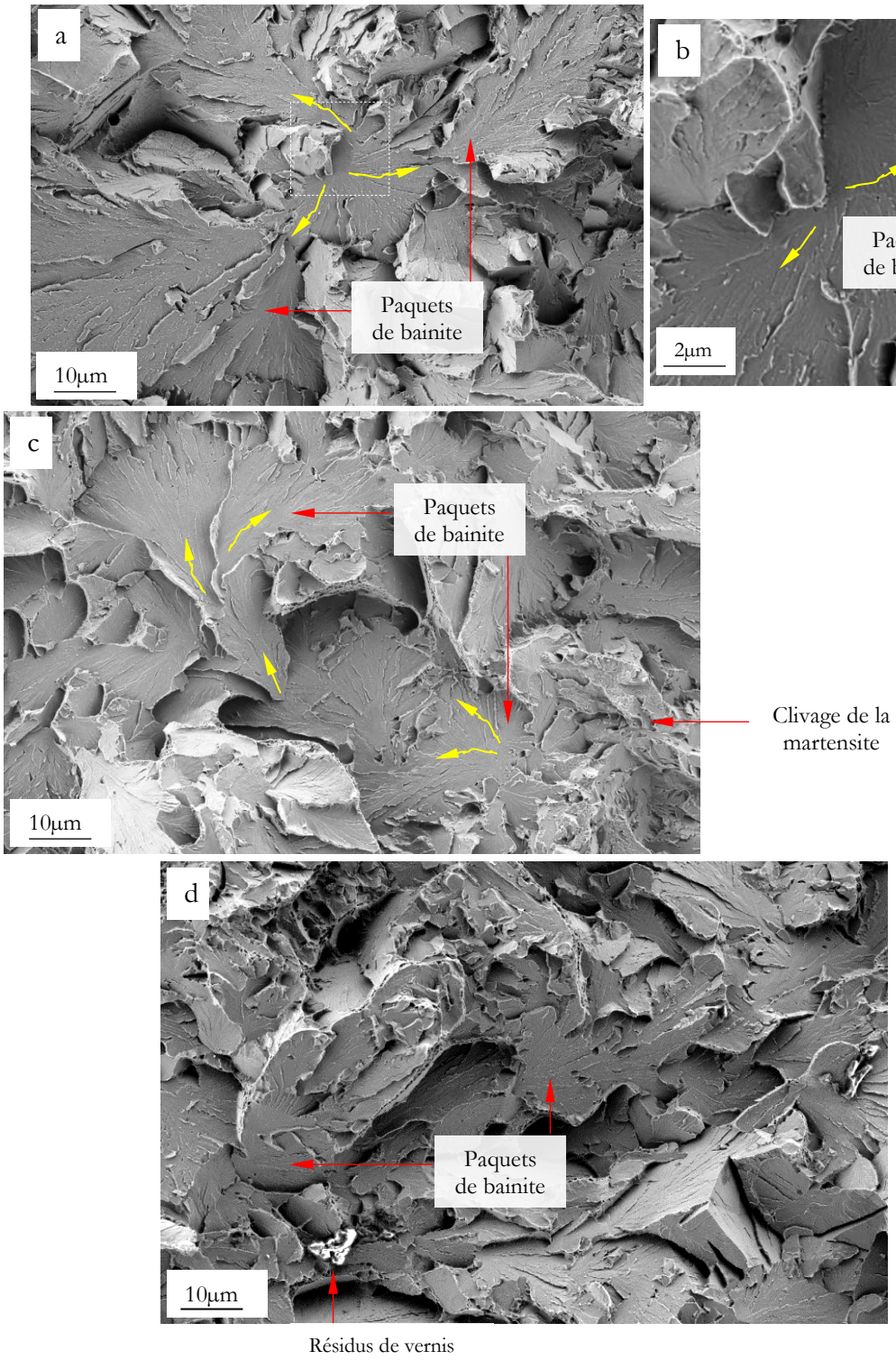


Figure V.18 : Foyer d'amorçage de la rupture par clivage des microstructures de la position de prélèvement M : a et b) 130M (2MC), c) 110M (1PTC) et d) 90M (5MTC).

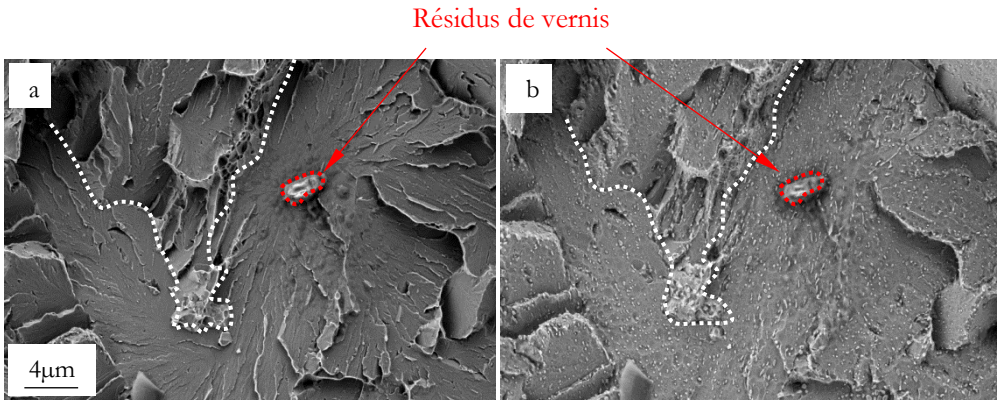


Figure V.19 : Facette de clivage probable d'un paquet de bainite au voisinage du site d'amorçage de la fissure sur AE à -196°C. Il s'agit ici de la microstructure 90M (éprouvette 5MTC) : a) image de référence et b) même zone attaquée au nital 4% pendant 10 secondes. Les pointillés désignent des marquages pour se repérer sur les deux figures.

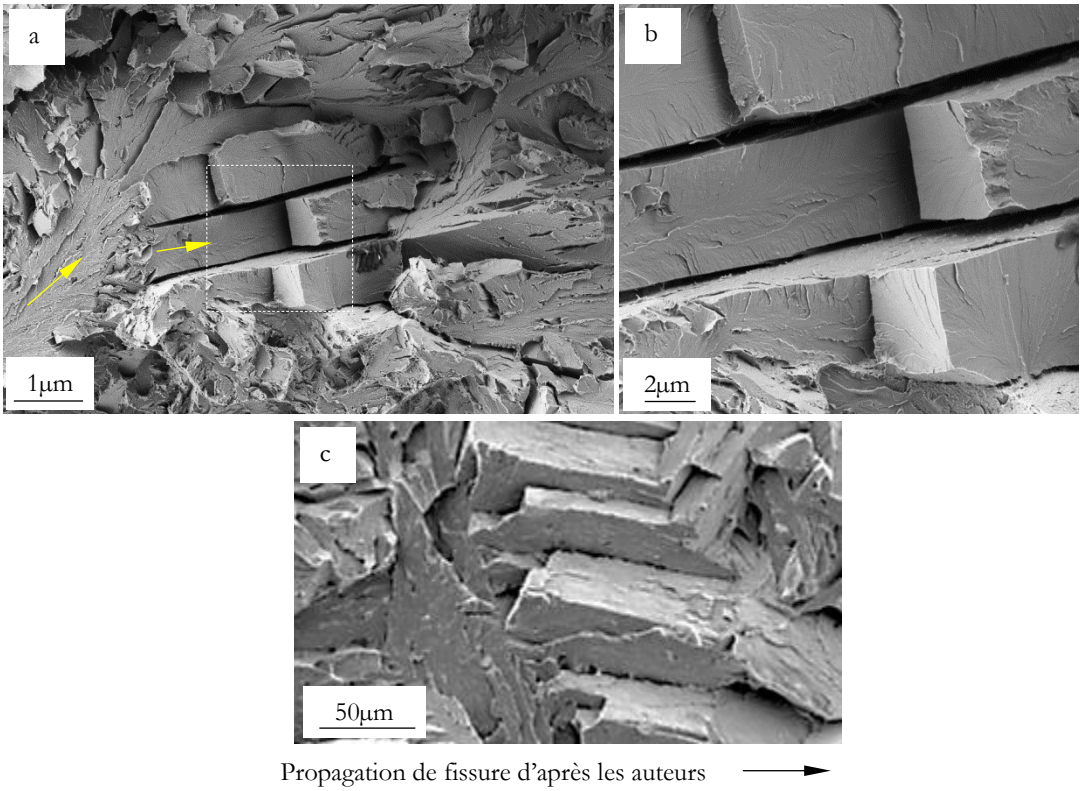


Figure V.20 : Propagation de la fissure de clivage le long des facettes parallèles au plan {1 0 0} pour a et b) le faciès de rupture du 130M, c) à titre d'illustration, faciès de rupture d'une éprouvette Charpy miniaturisée, essai réalisé à -175°C d'après Tsuboi et *al.* 2017 [11].

V.3.6. Estimation des contraintes critiques de clivage

Dans la recherche d'une approche simple, efficace et rapidement exploitable pour la conception de nouveaux alliages et leur optimisation microstructurale, la démarche adoptée pour déterminer les contraintes critiques de clivage est une approche de type Curry et Knott, 1978 [12]. Cette approche a également été adoptée au Centre des Matériaux entre autres par Tankoua, 2015 [13] pour des aciers ferritiques pour gazoducs, par Godin, 2018 [14] pour des aciers inoxydables martensitiques pour application automobile. Comme signalé dans le Chapitre I, aucune étude ne rapporte d'approche similaire pour les aciers 40CrMo4. L'idée est illustrée sur la fig.V.21 ; une fois le calcul numérique des AE réalisé pour chacun des essais du tableau V.4, on se place au point de rupture pour lequel les courbes macroscopiques sont reproduites par le calcul numérique. Par la suite, un post-traitement permet d'extrapoler les contraintes principales σ_{LL} sur les nœuds situés le long du ligament entre le centre de l'éprouvette et le fond de l'entaille. En considérant que le foyer d'amorçage est situé à une très faible profondeur par rapport au plan P_2 (fig.V.11), la contrainte critique de clivage correspond à la contrainte au nœud situé à la distance r_a par rapport au centre de l'éprouvette AE. Un intervalle i défini par $r_a \pm 50\mu m$ a été défini afin d'évaluer l'incertitude liée à la position du foyer d'amorçage sur la contrainte de clivage, remarquons que cette valeur correspond à environ deux fois la taille de grain austénitique ; cependant on a constaté que cette incertitude est de l'ordre de ±10MPa même pour les éprouvettes rompues avant la redistribution complète des contraintes.

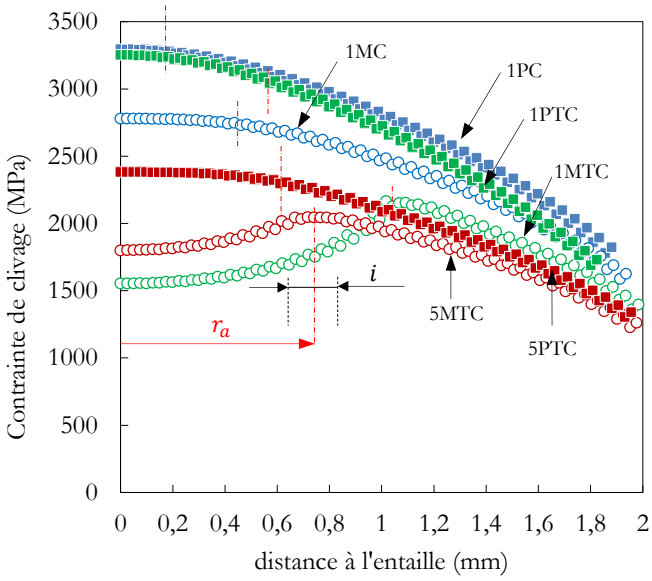


Figure V.21 : Principe de détermination des contraintes critiques de clivage : évolution de la contrainte de clivage avec la distance par rapport au fond d'entaille, seuls les cas des microstructures 1PC, 1MC, 1PTC, 1MTC, 5PTC et 5PTC sont présentés. Les lignes verticales mixtes fines indiquent la position du foyer d'amorçage correspondant pour chacune des éprouvettes.

De fait, on a constaté que l'écart type entre deux contraintes de clivage issues de deux états de déformation différents d'une même microstructure est largement supérieur à l'incertitude sur les contraintes. En conséquence, dans la suite de cette section on mettra davantage en avant l'écart des contraintes de clivage entre deux éprouvettes d'une même microstructure, car elle englobe l'incertitude sur la contrainte de clivage défini par l'intervalle i.

Le champ des contraintes aux instants de rupture de chacun des essais est fourni sur la fig.V.22. D'une manière générale, **on constate que les foyers d'amorçage sont situés dans les zones des contraintes maximales, ce qui renseigne que l'utilisation d'un critère de contrainte axiale critique pour exploiter les calculs prédit le comportement à rupture des essais sur éprouvettes AE**. On est d'autant plus satisfait que les lieux de contraintes maximales coïncident avec les foyers d'amorçage. En attendant d'aborder plus finement le lien entre le type de microstructure et la contrainte critique de clivage, les observations précédentes renseignent qu'on peut imaginer deux cas de figure suivant les types de microstructure :

- Pour les microstructures P (martensitiques), les carbures grossiers sont répartis probablement de manière homogène dans le matériau, sauf que c'est la combinaison de la contrainte locale maximale et la rencontre d'un carbure de taille critique qui est à l'origine du déclenchement du clivage.

- Pour les microstructures M (martensito-bainitiques), l'évènement de la rupture par clivage semble survenir suite à la présence d'un paquet de bainite supérieure contenant un carbure de taille critique. On consolide le fait que les paquets de bainite supérieure sont responsables de l'amorçage prématuré du clivage dans les microstructures M parce qu'ils empêchent la plastification complète du ligament avant la rupture.

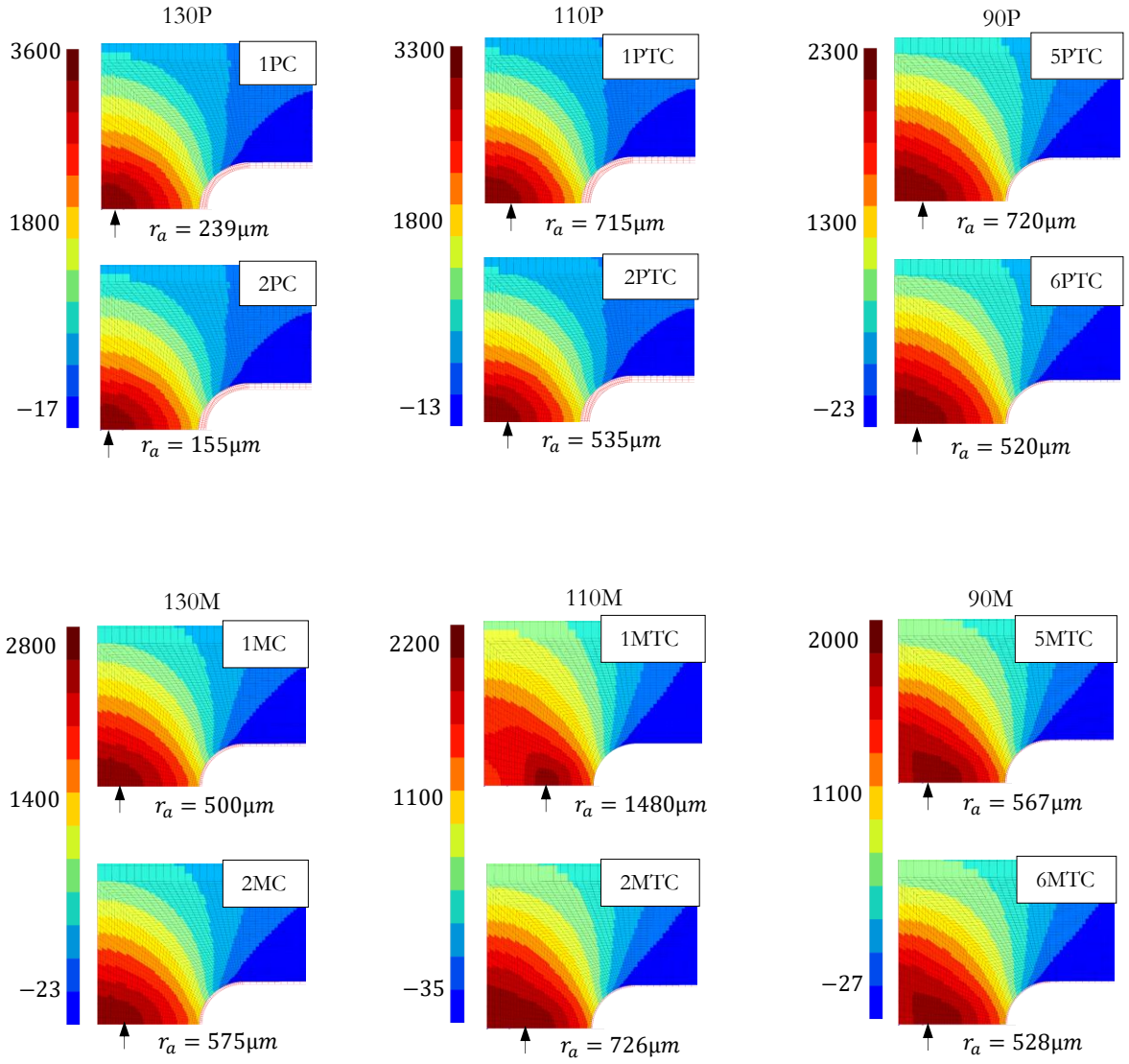


Figure V.22 : Cartographie du champ de contrainte axiale σ_{LL} aux instants de rupture de chacun des essais sur éprouvette AE à froid.

Le tableau V.8 récapitule les valeurs des contraintes critiques de clivage pour chacune des microstructures. On remarque que la contrainte de clivage est globalement plus basse pour les éprouvettes dont les foyers d'amorçage sont situés le plus loin du centre. On note également que pour chacune des configurations de revenu, les dispersions autour des valeurs moyennes de σ_c sont plus importantes pour les microstructures M du fait de la dispersion spatiale héritée de la microségrégation (Chapitre II) des paquets de bainite supérieure, foyers d'amorçage, dans ces microstructures.

Pour terminer, on présente sur la fig.V.23 le lien entre la limite d'écoulement et la contrainte critique de clivage à -196°C. Rappelons que la limite d'écoulement a été estimée en considérant la valeur de la contrainte nominale sur le plateau de Lüders. Sur le même graphe on associe les résultats issus d'aciers ferritiques [Curry, 1984], martensites et bainitiques à bas carbone [Miyata et *al.* 1988] et inoxydables martensitiques [Godin, 2018 [14]]. De manière générale, pour une limite d'écoulement donnée, on note que les microstructures 130P, 110P et 130M présentent les meilleurs niveaux de résistance face au clivage face à la bibliographie.

Tableau V.8 : Récapitulatif des contraintes critiques de clivage.

Prélèvements	Microstructures	Essais AE	r_a (µm)	σ_c (MPa)	
P	130P	1PC	239	3268	3271 ±3
		2PC	155	3274	
	110P	1PTC	715	2958	3022 ±64
		2PTC	535	3086	
	90P	5PTC	720	2263	2296 ±33
		6PTC	520	2329	
M	130M	1MC	500	2714	2710 ±6
		2MC	575	2705	
	110M	1MTC	1480	1896	2084 ±188
		2MTC	726	2272	
	90M	5MTC	567	1973	2049 ±76
		6MTC	528	2125	

Maintenant qu'on dispose des contraintes de clivage pour chacune des microstructures, on va, dans la section suivante, proposer un lien avec les entités microstructurales, avec pour objectif *in fine* de dégager les grandeurs caractéristiques permettant d'estimer *a priori* les contraintes de clivage à partir des données microstructurales pour des nuances similaires.

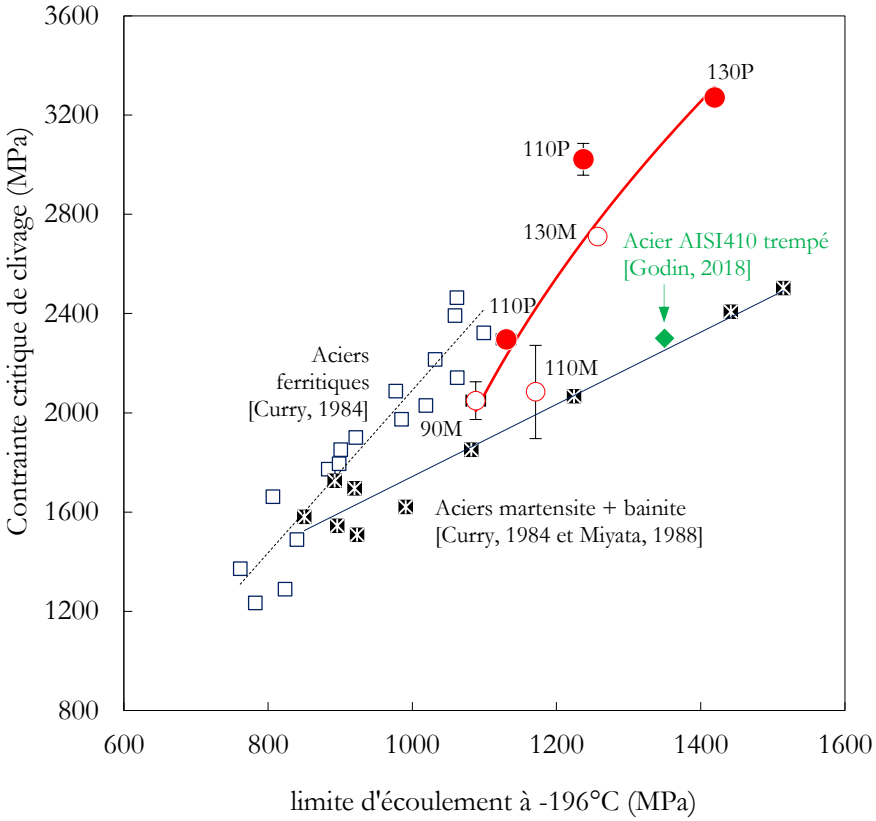


Figure V.23 : Lien entre la limite d'écoulement à -196°C et la contrainte critique de clivage.

V.3.7. Lien entre microstructure et contrainte critique de clivage

On a vu dans la section V.3.6 que si on fixe la variabilité 1 relative au prélèvement, la contrainte critique de clivage diminue avec la température de revenu. Dans la section V.3.5, on a vu que les particules de cémentite sont à l'origine de l'amorçage du clivage pour les microstructures P, **on imagine que l'augmentation de la taille moyenne des carbures pourrait être en corrélation avec la diminution de la contrainte critique de clivage**. Pour établir un lien entre ces deux grandeurs, le levier considéré est le modèle de Smith, 1966 [15]. Ce modèle est une approche de type Griffith développée pour expliquer la formation d'une fissure de clivage dans un solide cristallin. Il introduit l'effet de la taille des carbures sur l'amorçage d'une fissure de clivage et considère que la germination d'une fissure de clivage est plus limitante que sa croissance, pourvu que l'énergie superficielle effective de surface libre conserve la même valeur pendant tout le processus. **On considère donc ici qu'à -196°C, la rupture par clivage est gouvernée principalement par l'amorçage ; cette hypothèse est entre autres soutenue par les observables, à savoir un seul foyer d'amorçage par éprouvette et une rupture brutale**. La contrainte critique de clivage est estimée par l'expression V.10, où c_o est la taille du carbure et γ l'énergie de surface, E le module d'Young et ν le coefficient de Poisson. On verra que la valeur

de c_o peut-être attribuée en utilisant plusieurs estimateurs différents. On déduit l'expression V.11 qui montre que la contrainte de clivage peut alors être directement reliée à l'inverse de la taille de carbure ; on exploite cette dernière expression pour présenter sur la fig.V.24, le lien entre la taille moyenne des particules de cémentite d_o (tableau II.13) que l'on assimile ici à c_o et la contrainte critique de clivage de chacune des microstructures.

$$\sigma_{c_{Smith}} = \sqrt{\frac{2E\gamma}{\pi c_0(1-\nu^2)}} \tag{V.10}$$

$$\sigma_{c_{Smith}} = \lambda\sqrt{\frac{1}{c_0}} \quad \text{soit} \quad \lambda = \sqrt{\frac{2E\gamma}{\pi(1-\nu^2)}} \tag{V.11}$$

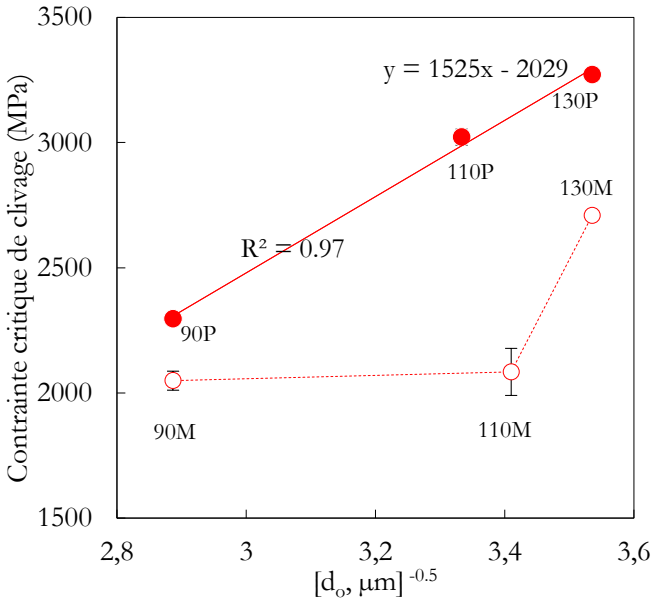


Figure V.24 : Relation entre contrainte critique de clivage déterminée par éléments finis et taille moyenne des carbures déterminée par analyse sur répliques.

On fait deux observations majeures, une par position de prélèvement :

- **Pour les microstructures P**, on obtient une fonction affine qui traduit une dépendance linéaire de la contrainte de clivage envers l'inverse de la racine carrée de la taille moyenne des carbures, ce qui confirme les observations fractographiques en ce sens que les carbures sont les éléments ayant amorcé le clivage. Ainsi, la contrainte critique de clivage du 90P est moindre du fait des carbures globalement grossiers identifiés dans cette microstructure et à l'inverse, c'est sans doute la finesse des particules de cémentite dans le 130P qui confère à cette microstructure les contraintes critiques de clivage les plus élevées. On a vu sur fractographie que la rupture survient par décohésion de l'interface carbure-matrice. Cette dernière implique un écart de comportement mécanique entre la martensite (matrice CC et dislocations) et le carbure. Or les observations MET

dans le Chapitre II ont indiqué que ce contraste a évolué avec le revenu, du moins à la température ambiante. **On consolide donc le fait que la taille des carbures, qui est corrélée avec le revenu, est un indicateur fiable et plus facile d'accès à mesurer que le niveau de revenu des lattes de martensite.**

- **Pour les microstructures M**, on observe une variation de la contrainte de clivage suivant une double pente ; avec une diminution marquée entre les microstructures 130M et 110M, puis la contrainte de clivage varie très peu entre le 110M et le 90M. Par comparaison avec les microstructures P, on peut en première approximation considérer que la présence de paquets de bainite supérieure « coûte » en moyenne 500MPa, 938MPa et 247MPa en termes de contrainte de clivage respectivement pour les microstructures 130M, 110M et 90M. Néanmoins, il faut garder en mémoire qu'on peut s'attendre à un décalage vers la gauche du graphe des microstructures M, si on prend en compte uniquement les carbures présents dans la bainite parce qu'on a vu d'une part dans le Chapitre II qu'on peut s'attendre à des particules de cémentite dans la bainite supérieure plus grossières que celles de la martensite. D'autre part on a vu dans le Chapitre IV que l'amorçage du clivage dans les microstructures M (110M en l'occurrence) peut se faire par rupture d'une inclusion.

On voit donc que pour la suite, il semble fondamental de dissocier l'approche du lien entre contrainte critique de clivage et microstructure selon qu'on considère les microstructures P ou les microstructures M. A partir de l'expression V.11, on définit λ, la pente de la courbe de tendance sur les valeurs de contrainte de clivage des microstructures P. On en déduit l'expression V.12 à partir de laquelle on calcule l'énergie de surface γ.

$$\gamma = \lambda^2 \frac{\pi\,(1-\nu^2)}{2\,E} \qquad \text{(V.12)}$$

En considérant le module d'Young et le coefficient de Poisson de la section V.2.1, on peut en déduire que l'énergie de surface de création d'une fissure de clivage dans les microstructures P est proche de 17J/m^2. Cette dernière valeur est proche de 14J/m^2 valeur reportée comme énergie effective de création de surface pour les aciers ferritiques [12].

Pour le cas précis des microstructures P, on se propose de déterminer la taille de carbure nécessaire pour prédire la contrainte critique de clivage des microstructures 130P, 110P et 90P. On désigne par $d_o\ x\%$, la taille moyenne des particules de cémentite correspondant au x^e percentile de la distribution des tailles des carbures (fig.II.28). L'idée ici est d'améliorer la relation affine de la fig.V.24, de considérer la valeur de 17J/m^2 pour l'énergie de création de surface, car cette dernière donne la bonne pente et enfin améliorer l'estimation de c_o puisqu'on sait que les carbures présents au foyer d'amorçage sont plus grossiers que la moyenne. Lorsqu'on considère la taille moyenne des particules de cémentite estimé au 50^e percentile (tableau II.13), on voit sur la fig.V.25 que les contraintes de clivage calculées sont surestimées d'au moins 40% ; la meilleure estimation est obtenue pour x proche de 98, ce qui correspond à des tailles de particules de

cémentite en diamètre de cercle équivalent, de 0.18µm, 0.23µm et 0.40µm respectivement pour les microstructures 130P, 110P et 90P. Il est intéressant de remarquer que ces valeurs sont proches de celles mesurées au foyer d'amorçage de chacun des faciès de rupture des éprouvettes AE (fig.V.17). **Les résultats indiquent que pour les microstructures 130P, 110P et 90P, seuls les 2% des carbures les plus grossiers ont probablement contribué au déclenchement du clivage**. Le dernier résultat est voisin de celui rapporté par Yang et al. [17] qui renseigne que seul 1% des carbures les plus grossiers influencent le clivage dans les aciers bainitiques pour cuve de réacteur sous pression. De toute évidence, on retient que ce sont les particules les plus grossières qui sont responsables de l'amorçage du clivage dans les microstructures martensitiques. Si on revient sur la sensibilité des ex-joints de grains austénitiques face à la fissuration (cas du 130P), on peut penser que c'est dans ce volume de matière que se trouvent les maillons faibles de cette microstructure face au clivage, à savoir les particules de taille critique. **La décohésion de ces interfaces ne serait pas nécessairement liée à une fragilisation chimique particulière, mais à une répartition locale particulière des carbures de taille critique.**

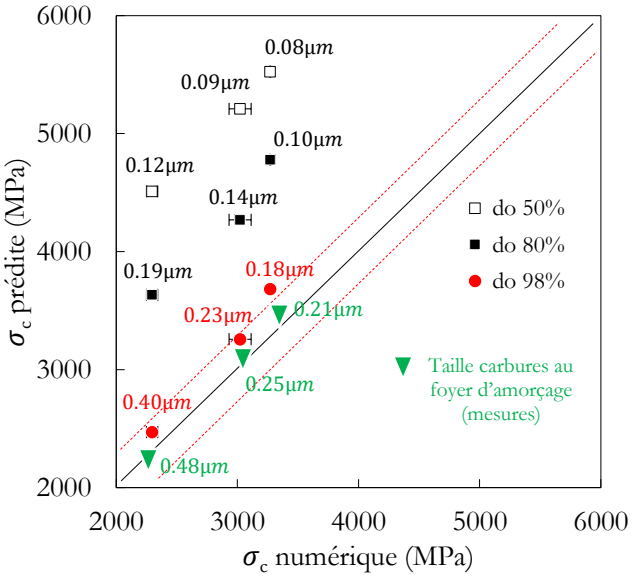


Figure V.25 : Prédiction de la contrainte critique de clivage des microstructures P.

Pour les microstructures 130M, 110M et 90M, les observations fractographiques suggèrent que si on suppose un amorçage du clivage sur carbure grossier sous-jacent au faciès de rupture, il se situerait forcement dans un paquet de bainite supérieure. On a vu que les valeurs de contraintes de clivage sont davantage dispersées pour les microstructures M, avec des écarts allant à près de 200MPa par exemple pour le 110M. L'analyse précédente laisse penser à un effet combiné de la taille des particules de cémentite et des paquets de bainite supérieure sur la résistance au clivage des microstructures M. Il semble qu'une approche à double-barrière telle que proposée par Martin-Meizoso, 1994 [16] peut être envisagée pour les microstructure M. Cette approche postule que la contrainte de clivage résulte d'un franchissement de l'interface carbure-matrice et aux joints

de grains austénitiques, de l'interface matrice-matrice. Nous allons nous en inspirer pour discuter de la contribution des deux entités particules de cémentite et paquets de bainite supérieure sur la résistance au clivage des microstructures M. L'expression V.13 donne une dépendance de la contrainte critique de clivage des microstructures M comme une contribution entre deux contraintes de clivage nécessaires pour franchir l'interface entre particule – bainite $\sigma_{p/B}$ et l'interface bainite – bainite $\sigma_{B/B}$.

$$\sigma_{c_{Smith}} = fct\left(\sqrt{\frac{2E\gamma_1}{\pi d_0(1-\nu^2)}}\ ;\ \sqrt{\frac{2E\gamma_2}{\pi \emptyset_B(1-\nu^2)}}\right) \tag{V.13}$$

$\emptyset_B$ désigne la taille des facettes de bainite supérieure au foyer d'amorçage du clivage, γ_1 et γ_2 désignent respectivement les énergies de création de surface au niveau des interfaces entre particule – bainite et l'interface bainite – bainite. La bainite étant de structure cubique centrée comme la martensite, on peut assimiler γ_1 à $\gamma = 14J.m^{-2}$. A titre d'information concernant γ_2, Rancel et *al.*, 2011 [18] ont proposé pour les aciers 40CrMo4 la valeur de $205.5\,J.m^{-2}$ comme énergie de surface lors du clivage dans des paquets de bainite supérieure. Comme illustré par un exemple sur la fig.V.26, au moins huit paquets ont été identifiés au foyer d'amorçage et mesurés sur des images MEB de grandissement ×500 avec une résolution de 1 pixel pour 0.25µm. Les éprouvettes considérées sont les moins résistantes au clivage à savoir 2MC, 1MTC, 5MTC et la valeur moyenne de $\emptyset_B$ a été estimée en considérant un cercle d'aire équivalente. Les valeurs obtenues sont respectivement 26 ±11, 33 ±7 et 26 ±6 (µm). On observe dans un premier temps que même si la taille des facettes de bainite supérieure semble légèrement plus grande dans le 110M, l'ordre de grandeur reste le même, à savoir autour de 30µm ; remarquons que cette taille est proche de la taille de grain austénitique tel qu'on l'a vu au Chapitre II.

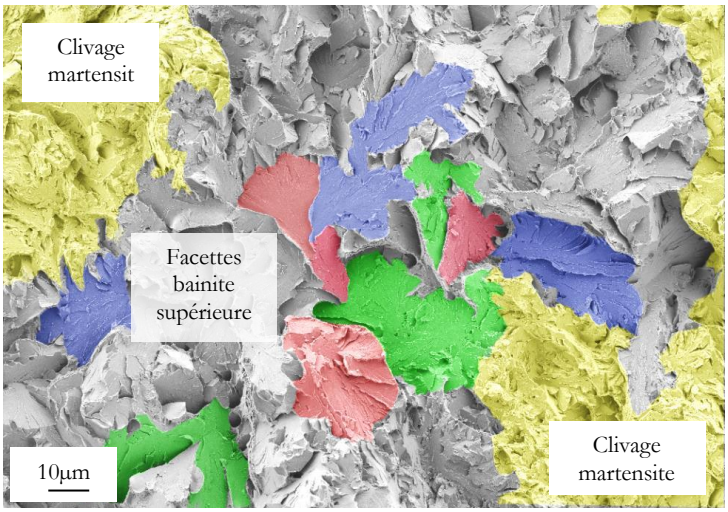


Figure V.26 : Mesure de la taille des facettes de bainite supérieure (zone bleues, vertes et rouges) au voisinage du foyer d'amorçage. Exemple de l'éprouvette 2MTC de la microstructure 110M.

On souhaite estimer la contrainte de clivage $\sigma_{p/m}$ pour les contraintes de clivage des microstructures 130M et 90M, ceci afin de discuter de la contribution des particules de cémentite sur la contrainte de clivage. A partir du Chapitre II (fig. II.12) et sachant que ce sont potentiellement les carbures grossiers M_3C présents dans les paquets de bainite supérieure qui déclenchent le clivage, on peut estimer à l'œil la taille de ces carbures grossiers à 0.3µm. Et sachant que le revenu n'influence pas la bainite, on va considérer que ce sont ces carbures de taille moyenne 0.3µm qui sont responsables du clivage dans le 130M. A l'autre extrémité, on a vu sur la fig. II.18 que l'état de la précipitation dans le 90M est suffisamment avancé tel qu'il n'est pas évident de différencier les carbures M_3C de la martensite et ceux de la bainite supérieure. D'autre part, on suppose que le niveau de restauration de la microstructure 90M a rendu la résistance de la "martensite très restaurée" équivalente à celle de la bainite supérieure. Par conséquent, on peut considérer que dans le 90M, c'est également la taille moyenne des 2% des carbures grossiers qui ont amorcé le clivage dans les paquets de bainite supérieure. Au moyen des tailles des carbures supposés ayant amorcé le clivage dans les microstructures 130M et 90M, on estime la contrainte $\sigma_{p/m}$, qui représente la contribution de l'interface carbure/bainite supérieure sur les contraintes de clivage, fournie dans le tableau V.9.

Tableau V.9 : Récapitulatifs du calcul des paramètres de clivage pour les microstructures M.

Prélèvements	Microstructures	Essais	$\sigma_c\ (MPa)$	$\sigma_{p/m}(MPa)$
M	130M	1MC	2714	2886
		2MC	2705	
	110M	1MTC	1896	-
		2MTC	2272	
	90M	5MTC	1973	2281
		6MTC	2125	

Lorsqu'on compare les contraintes σ_c et $\sigma_{p/m}$, pour le 130M, on voit que $\sigma_{p/m}$ est du même ordre de grandeur que σ_c pour les deux éprouvettes. En plus de la faible dispersion des contraintes de clivage numérique σ_c entre les éprouvettes 1MC et 2MC, on peut penser que c'est préférentiellement la contribution de l'interface particule/bainite supérieure qui gouverne la résistance au clivage du 130M. Pour le 90M, on voit que l'écart entre $\sigma_{p/m}$ et les contraintes σ_c des éprouvettes 5MTC et 6MTC n'est pas le même ; on note notamment un écart de près de 300MPa entre $\sigma_{p/m}$ et σ_c pour le 5MTC. Si on prend en compte l'écart en contrainte critique de clivage entre les deux éprouvettes 1MTC et 2MTC du 110M, et qu'on suppose que c'est une même population de carbures de cémentite qui est responsable du déclenchement du clivage, les analyses précédentes sur le 90M s'appliquent également ici. Sachant que pour ces deux dernières microstructures 110M et 90M la contrainte critique de clivage σ_c varie entre les deux éprouvettes

d'une même microstructure (tableau V.9), que la taille des facettes de bainite supérieure ne varie pas avec le revenu, on peut assumer que dans la martensite, **c'est la distribution des paquets de bainite supérieure contenant les carbures M_3C de taille critique qui est à l'origine de la dispersion des valeurs de contraintes critiques de clivage dans les microstructures 110M et 90M.** On sait depuis le Chapitre II que ces paquets de bainite supérieure sont situés dans les zones hors bande de ségrégation, et que ces dernières sont alternées sur des distances de l'ordre de 200µm (section II.1.3) pour le cas extrême de 20% de bainite dans les microstructures M.

L'analyse précédente suggère qu'une approche simplifiée de type Smith n'est pas suffisante pour estimer les contraintes de clivage des microstructures de type martensite et bainite supérieure. Il faut donc envisager des approches plus élaborées de type Beremin pour prédire les contraintes de clivage des microstructures M en prenant en compte à la fois les dispersions liées à la répartition des foyer d'amorçage et la taille des particules de cémentite. Sachant que ces approches peuvent nécessiter un nombre important d'essais à rupture et de calculs numériques, parfois à différentes températures, leur mise en œuvre, à elle seule, peut faire l'objet d'une thèse, c'est pour ces raisons qu'elles ne seront pas abordées dans le cadre de ces travaux.

V.3.8. Conclusions sur les liens entre microstructure et contrainte critique de clivage

Dans cette partie, nous avons prolongé l'analyse du lien entre microstructures et propriétés à rupture sur le plateau fragile. Partant d'une énergie à rupture similaire au plateau fragile pour les microstructures d'un même prélèvement, on s'est appuyé sur des résultats expérimentaux sur éprouvettes axisymétriques lisses et entaillées à -196°C, sur l'étude fractographique et enfin sur l'analyse mécanique par éléments finis pour montrer que les entités microstructurales ont un effet quantifiable sur les contraintes à rupture des microstructures de l'étude.

L'énergie effective de création de surface dans les microstructures P, et plus généralement dans les aciers martensitiques, semble de l'ordre de $17 J/m^2$. Pour ces mêmes microstructures, la contrainte locale de rupture par clivage est proportionnelle à l'inverse de la taille des particules de cémentite. La microstructure 130P dispose ainsi de la meilleure résistance au clivage parce qu'elle a des particules de cémentite de taille plus fine comparé aux microstructures 110P et 90P. **On a également vu que sur l'ensemble de la population des carbures, seuls les 2% de carbures les plus grossiers contribuent au déclenchement du clivage**. Moyennant l'hypothèse sur l'énergie de création de surface effective, la quantification de la distribution de la taille des carbures fournit un excellent indicateur de la contrainte critique de clivage pour les microstructures P.

Pour les microstructures M, on a confirmé que la bainite n'a pas évolué avec le revenu (la taille des facettes restant du même ordre de grandeur) et que pour une microstructure donnée, c'est probablement la même population de carbures qui est responsable du déclenchement du clivage. **Par conséquent, la dispersion des valeurs de contrainte critiques de clivage pour**

les microstructures M semble résulter de la dispersion des paquets de bainite supérieure contenant les carbures M_3C de taille critique. Une approche locale plus élaborée est envisageable pour accéder de manière plus précise au lien entre microstructure et contrainte critique de clivage des microstructures M.

V.4. Proposition d'un modèle global de la courbe de résilience

Dans cette partie, on propose un modèle global du lien entre microstructure et comportement en résilience qui soit basé sur la microstructure des aciers trempés – revenus à haute résistance. C'est une approche empirique qui s'appuie sur les données matériau pour prédire la courbe de résilience. Pour ce fait, les points expérimentaux des courbes de transition ductile – fragile du Chapitre IV servent de base d'identification des paramètres du modèle. Enfin, comme précisé en Introduction, le modèle doit pouvoir s'intégrer dans le MAJ de manière à étendre les prédictions des propriétés mécaniques aux énergies à rupture lors des essais Charpy.

La section V.4.1 présente les bases statistiques qui constituent le modèle. Dans la section V.4.2 on introduit la physique de la rupture dans le modèle à travers l'évolution de la fraction de zones ductiles à l'échelle du faciès de rupture. La section V.4.3 est consacrée à l'identification des paramètres du modèle, les résultats de cette identification sont exploités pour confronter les prédictions avec les données expérimentales dans la section V.4.4. Par la suite, on réduit le nombre de paramètres du modèle dans la section V.4.5 et les limites du modèle sont discutées dans la section V.4.6. Une conclusion à la fin de cette partie rappelle les points essentiels et ce que le modèle nous apprend du comportement en résilience de l'acier de l'étude.

V.4.1. Elaboration du modèle

Le modèle s'appuie sur les approches statistiques empiriques proposées pour décrire les courbes de résilience. D'une manière générale, l'équation d'ajustement des courbes de transition est donnée par l'expression V.14 où $\bar{E}(T)$ et $\epsilon\,(T)$ désignent respectivement l'équation de la courbe « moyenne » et la dispersion des résultats individuels autour de la courbe « moyenne » de résilience à chacune des températures d'essai. Sachant que la dispersion résulte du caractère aléatoire de la rupture lors des essais Charpy, on s'attardera par la suite uniquement sur la composante $\bar{E}(T)$.

$$E(T) = \bar{E}(T) + \epsilon\,(T) \tag{V.14}$$

Plusieurs déclinaisons de la composante $\bar{E}(T)$ sont proposées dans la littérature. Akselsen et Grong, 1992 [19] ont introduit la formule empirique donnée par l'expression V.15 pour la prédiction des courbes de transition ductile – fragile des structures soudées. Dans cette dernière expression, E_U désigne l'énergie au plateau ductile, T la température d'essai en Kelvin, les paramètres a et b sont des constantes. Un double logarithme sur l'expression V.15 permet de

déterminer les paramètres a et b au moyen de l'expression V.18 pour des valeurs de x très petites. Les auteurs soulignent que la valeur de $b = 6.1$ permet d'obtenir un meilleur ajustement des résultats expérimentaux alors que le paramètre a dépend de la fraction de ferrite aciculaire dans la microstructure de la zone soudée. Ajoutons que dans cette étude, la prédiction de E_U s'est faite au moyen d'une corrélation avec la résistance mécanique maximale en traction et les résultats montrent une bonne prédiction des courbes de transition ductile - fragile.

$$\bar{E}(T) = E_U\,[1 - \exp(-aT^b)] \tag{V.15}$$

$$\frac{\bar{E}(T)}{E_U} = 1 - \exp(-aT^b) \tag{V.16}$$

$$1 - \ln\left(\frac{\bar{E}(T)}{E_U}\right) = \exp(-aT^b) \tag{V.17}$$

$$\ln\left[-\ln\left(1 - \frac{\bar{E}(T)}{E_U}\right)\right] = \ln a + b \ln T \tag{V.18}$$

Les principales limitations de l'approche de Akselsen et Grong résident dans l'absence d'un paramètre permettant d'indexer la température de transition ductile – fragile du matériau considéré et la prise en compte des mécanismes physiques de rupture des joints soudés, en ce sens que les corrélations sont davantage faites sur des grandeurs phénoménologiques. Pour corriger la première limitation, l'expression IV.1 du Chapitre IV (loi en tangente hyperbolique) prend en compte un paramètre local désigné par T_o [Oldfield, 1975 [20].

Windle et *al.* 1996 [21] ont proposé une méthode statistique robuste pour l'analyse des courbes de transition d'un acier pour réacteurs nucléaires et l'effet de l'irradiation aux neutrons sur ces dernières. Les auteurs soulignent une limite liée à la symétrie de l'expression IV.1 proposée par Oldfield et indiquent qu'elle n'est pas toujours adaptée pour les données expérimentales. Une nouvelle formulation de la composante $\bar{E}(T)$ plus générale et donnée par l'expression V.19 est proposée. La particularité de cette approche repose sur l'introduction de la fonction de Burr, 1942 [22] donnée par l'expression V.20 où T est la température d'essai et qui permet de considérer un paramètre local T_o, un facteur d'échelle k et un facteur de forme m.

$$\bar{E}(T) = E_L + (E_U - E_L)\,F(T) \tag{V.19}$$

$$\text{Avec } F(T) = \{1 + \exp[-k(T - T_o)]\}^{-m} \tag{V.20}$$

Comme on le voit sur la fig.V.27, le paramètre m donne la forme globale de la courbe, k est un paramètre d'échelle alors que T_o considère la courbe globale définie par les paramètres précédents et translate la courbe globale suivant l'axe des températures ; les trois paramètres

dépendent de la microstructure. On a vu dans le Chapitre IV que les mécanismes de rupture physiques dans les domaines de rupture fragile, de transition et de rupture ductile sont différents, ce qui suggère que les trois domaines doivent être traités séparément ; c'est donc l'un des avantages de cette approche. Todinov, 2001 [23] a proposé une modification de la fonction de Burr donnée par l'expression V.21.

$$F(T) = 1 - \exp[-k\,(T - T_o)^m] \tag{V.21}$$

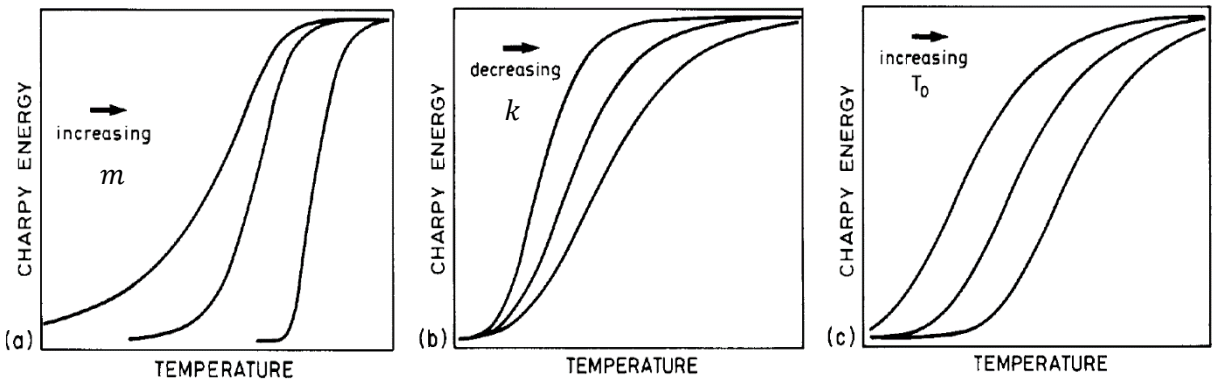


Figure V.27 : L'effet des paramètres a) de forme, b) d'échelle et c) local sur la fonction de Burr ; d'après Windle et *al.* 1996 [21]

À partir de l'expression V.19, on obtient l'expression V.22 qui donne une écriture normalisée de l'énergie à rupture. On en déduit d'une part que la fonction $F(T)$ est comprise dans l'intervalle [0 ; 1] et d'autre part que le paramètre local T_o peut être assimilé à la température de transition en cristallinité.

$$F(T) = \frac{\bar{E}(T) - E_L}{E_U - E_L} \tag{V.22}$$

$$\bar{E}(T) = E_L \rightarrow F(T) = 0 \rightarrow \text{plateau fragile}$$

$$\bar{E}(T) = E_U \quad \rightarrow F(T) = 1 \rightarrow \text{plateau ductile}$$

$$T \sim FATT\ (°C) \rightarrow \quad F(FATT) = 0.5 \text{ d'où } T_O = FATT(°C) - \left[\frac{0.69}{k}\right]^{\frac{1}{m}} \tag{V.23}$$

Dans la suite de cette partie, c'est la formulation de Todinov (V.21) qui a été considérée car elle semble plus adaptée aux données expérimentales des aciers trempés – revenus à haute résistance ; l'approche a également été adoptée par Gutiérrez, 2014 [24] pour la mise au point d'un outil prédictif des propriétés en résilience des aciers à 0.15%C, trempé-revenus à haute résistance allié au niobium.

V.4.2. Prise en compte de la physique de la rupture

On a suggéré en filigrane dans la section V.4.1 que l'énergie à rupture normalisée $F(T)$ est une fonction croissante qui dépend de la température d'essai T. Or au Chapitre IV, on a vu que la cristallinité diminue quand la température augmente. En suivant le même raisonnement, on reporte sur la fig.V.28 l'évolution de l'énergie totale à rupture avec la fraction de zone ductile sur les faciès de rupture On note une sensibilité marquée traduite par une augmentation de l'énergie à rupture quand la fraction de zone ductile augmente.

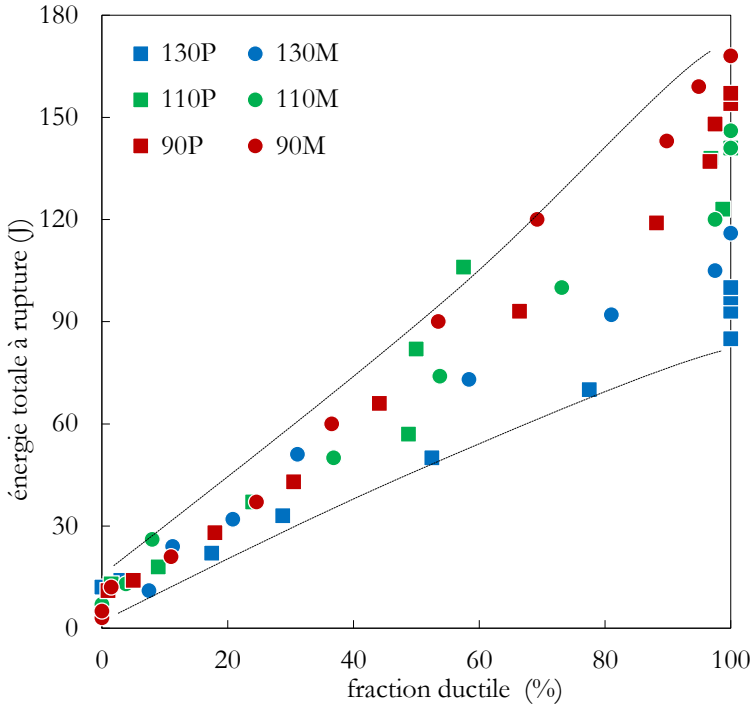


Figure V.28 : Evolution de l'énergie totale à rupture avec la fraction de zones ductiles à l'échelle du faciès de rupture des éprouvettes Charpy.

On peut voir sur la même figure que lorsqu'on se situe à 100% de rupture ductile, on identifie pour chacune des microstructures des points d'énergie à rupture différentes qui représentent les points situés sur le plateau ductile. A ce niveau, on peut faire deux observations : a) la proportion des zones ductiles sur le faciès de rupture peut être considérée comme un facteur pertinent pour contrôler le niveau d'énergie à rupture et b) en complément de l'observation a) le lien entre proportion de zone ductile et énergie totale à rupture est pertinent pour le domaine de transition ductile – fragile. Les courbes de la fig.V.28 peuvent quasiment être assimilées à des droites pour chacune des microstructures. On en déduit qu'en considérant l'énergie à rupture dans le domaine de transition ductile – fragile proportionnelle à la fraction de zones ductiles sur le faciès de rupture, la fonction $F(T)$ de l'expression V.21 correspond à la fraction de zone ductile sur le faciès de rupture. Ainsi lorsqu'on se situe au début de la transition juste à la fin du plateau fragile, $F(T)$ est nulle car il n'y a pas (ou très peu) de zones ductile sur le faciès de rupture, par

contre $F(T)$ est égale à l'unité quand on se situe en fin de transition et juste au début du plateau ductile.

A partir de cette section, on formule l'hypothèse suivante : dans le domaine de transition et sur le faciès de rupture, l'apparition des zones ductiles dans les zones fragiles est considérée formellement comme la germination suivie de la croissance d'une phase. **En effet, cette hypothèse purement formelle écarte les mécanismes physiques de rupture dans le domaine de transition tel qu'on l'a vu au Chapitre IV, à savoir l'avancée ductile en vague, la propagation du clivage puis la fin de la rupture de nouveau par fissuration ductile**. La considération retenue est illustrée sur la fig.V.29. Cette hypothèse revient à identifier formellement la courbe de transition à la courbe sigmoïde donnée traditionnellement par une loi de type Avrami, 1940 [25]. À $T = T_o$ on se situe juste au début de la transition et le faciès de rupture contient une fraction de zones ductiles d'aire totale s_o. Pour une température $T_1 > T_o$, la zone ductile précédente gagne en taille et de nouvelles zones ductiles d'aire totale s_1 font leur apparition. Le processus se répète avec l'augmentation de la température d'essai jusqu'à la température $T_n > \cdots > T_2 > T_1 > T_o$ où l'énergie absorbée tend vers le plateau ductile. Dans cette logique, **la zone ductile est définie comme étant la réunion de toutes les zones dont la rupture se fait autrement qu'en clivage**, d'autant plus qu'on néglige aussi la formation des lèvres de cisaillement. On rappelle que la variable d'évolution est la température d'essai et que l'assimilation à une germination est purement formelle puisqu'il s'agit pour chaque valeur d'une mesure post mortem sur une éprouvette d'essai. Plus la température d'essai augmente, plus le nombre et l'aire des zones résistant au clivage sont élevés.

L'aire s_i de la zone ductile i à une température T peut se mettre sous la forme de l'expression V.24. Les probabilités permettent d'exprimer l'aire occupée par une distribution de zones ductiles donnée par l'expression V.25 où S désigne l'aire totale du faciès de l'éprouvette Charpy et les événements d'apparition des zones ductiles sont considérés comme indépendants.

$$s_i = \psi_i(T - T_o), i = 0, n \tag{V.24}$$

$$F(T - T_o) = 1 - \left(1 - \frac{s_o}{S}\right)\left(1 - \frac{s_1}{S}\right) \ldots \left(1 - \frac{s_n}{S}\right) \tag{V.25}$$

En appliquant le logarithme sur l'expression V.25, on obtient :

$$\ln[1 - F(T - T_o)] = \ln\left[\left(1 - \frac{s_o}{S}\right)\left(1 - \frac{s_1}{S}\right) \ldots \left(1 - \frac{s_n}{S}\right)\right] \tag{V.26}$$

$$\ln[1 - F(T - T_o)] = \ln\left(1 - \frac{s_o}{S}\right) + \cdots + \ln\left(1 - \frac{s_n}{S}\right) \tag{V.27}$$

En considérant l'expression V.24, on a :

$$\ln[1 - F(T - T_o)] = \sum_{i=1,n} \left|\ln\left(1 - \frac{\psi_i(T - T_o)}{S}\right)\right| \tag{V.28}$$

On définit la fonction Ψ par : $$\Psi(T - T_o) = \sum_{i=1,n} \left| \ln\left(1 - \frac{\psi_i(T-T_o)}{S}\right) \right| \quad \text{(V.29)}$$

Ψ est une fonction monotone croissante et dépendante de la température T, qui s'annule pour $T = T_o$. Ces calculs permettent de relier la fonction Ψ avec la fonction $F(T)$ par une approximation en fonction puissance donnée par l'expression V.30. En introduisant cette dernière approximation dans l'expression V.20 on peut réécrire la fonction $F(T)$ tel que donnée par l'expression V.31 ; ce qui implique que l'expansion des zones ductiles sur le faciès de rupture quand la température d'essai augmente peut se comprendre comme une loi de type Avrami. A ce niveau, on retient que la fonction $F(T)$ qui donne l'évolution de l'énergie totale à rupture dans le domaine de transition est définie par trois paramètres qui dépendent de la microstructure, il s'agit de k, m et T_o. La détermination de ces paramètres constitue l'ossature de la section suivante.

$$\Psi(T - T_o) \approx k(T - T_o)^m \quad \text{(V.30)}$$

$$F(T) = 1 - \exp[\Psi(T - T_o)] \quad \text{(V.31)}$$

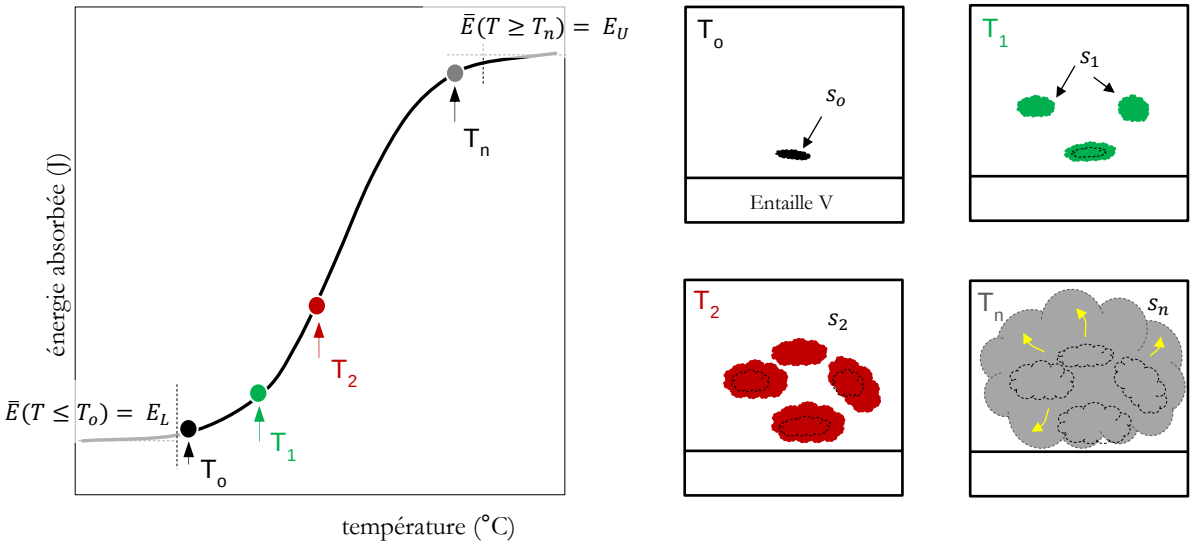


Figure V.29 : Evolution de l'énergie totale à rupture dans le domaine de transition et lien avec la fraction de zone ductile sur le faciès de rupture.

V.4.3. Paramètres du modèle

Partant de l'expression V.19, les paramètres du modèle incluent ceux des domaines de rupture fragile, de transition et de rupture ductile. On se propose de les déterminer comme suit :

Dans le domaine fragile

On a vu que l'énergie au plateau fragile dépend du type de prélèvement, elle est respectivement d'environ 12J et 6J pour les microstructures P et M [Chapitre IV]. On fait le choix

de conserver ces deux valeurs comme données matériau pour les microstructures martensitique (P), puis martensite et bainite (M). Ainsi, on suggère que ces énergies sont dépendantes de la fraction de bainite supérieure mais il faudrait faire varier cette dernière pour le préciser.

Dans le domaine de transition ductile – fragile

Pour éviter des valeurs du facteur d'échelle k très faibles suite à des premières identifications (de l'ordre de 10^{-6}), la forme de la fonction $F(T)$ donnée par l'expression V.32 dans laquelle $k' = k \times 100^m$ est proposée [23].

$$F(T) = 1 - \exp\left[-k'\left(\frac{T-T_o}{100}\right)^m\right] \quad \text{(V.32)}$$

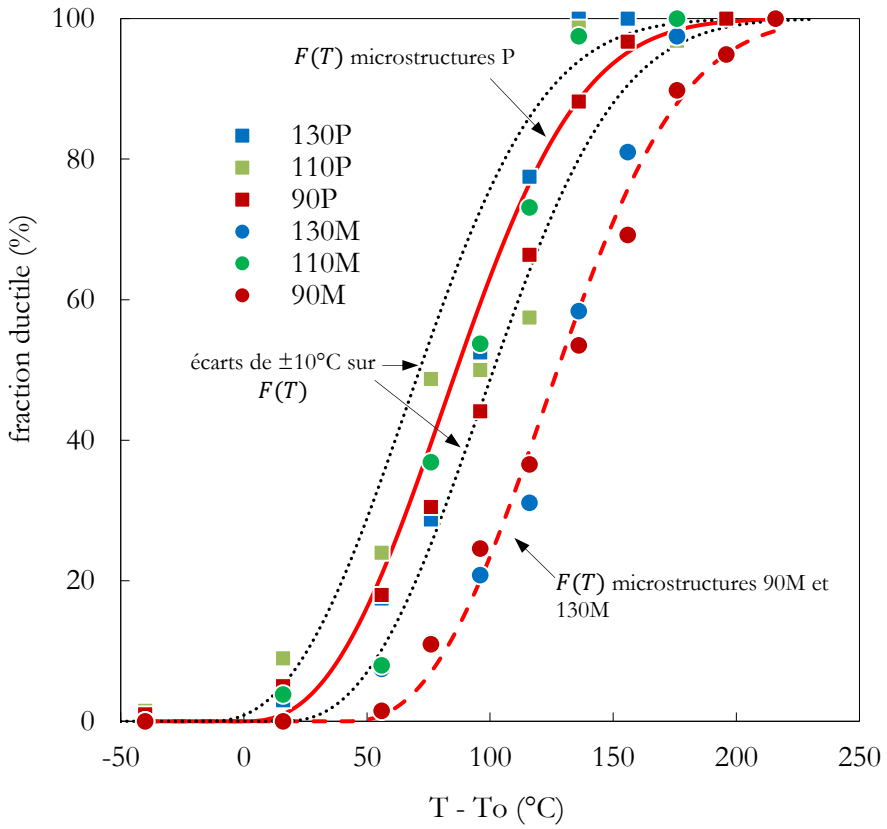


Figure V.30 : Evolution de la fraction des zones ductiles avec la température d'essai dans le domaine de transition ductile – fragile. Données expérimentales et ajustement de $F(T)$ selon l'équation V.21.

La fig.V.30 donne l'évolution de $F(T)$ avec la température d'essai et le paramètre local T_o. Le premier constat est l'arrangement des points suivant le prélèvement ; on y reviendra plus loin dans cette partie. Une autre observation ici concerne la microstructure 110M dont l'évolution de la fraction de rupture ductile est proche de celle du 110P, ce qui est en accord avec les observations faites dans le domaine de transition (Chapitre IV). Le tableau V.10 récapitule les paramètres qui ajustent au mieux les deux courbes $F(T)$ des microstructures P et M. Le

paramètre local T_o a été calculé à partir des valeurs de la $FATT$ pour chacune des microstructures et en appliquant l'expression V.22. Partant de trois paramètres k, m et T_o par microstructure, le nombre de paramètres est réduit à T_o. Plus loin dans cette section, on verra qu'une hypothèse simplificatrice peut être adossée au paramètre T_o de manière à le rendre dépendant du prélèvement, donc de la fraction de bainite supérieure. Pour l'instant, on conserve la valeur de T_o correspondant à chacune des microstructures.

Tableau V.10 : Récapitulatif des paramètres du modèle prédictif de la résilience dans le domaine de transition ductile – fragile.

	130P	110P	90P	130M	110M	90M
k'	1					
k	~10^{-5}					
m	2.5					
$T_o(°C)$	-146	-156	-136	-121	-156	-106

Dans le domaine ductile

Pour introduire la plasticité et en même temps prendre en compte le mécanisme physique de la rupture au niveau du plateau ductile, on retient l'expression V.33 tirée du Chapitre IV qui donne l'évolution de l'énergie au plateau ductile E_U avec la distance intercarbures d_c. La fig.V.31 permet de voir que les écarts de prédiction de l'énergie au plateau ductile les plus importants concernent les microstructures 130M et 90M, on les estime respectivement à 8J et 3J, ce qui reste modeste. Globalement, on va considérer que la prédiction est plutôt satisfaisante. On récapitule dans le tableau V.11 les énergies aux plateaux fragile et ductile qui seront utilisées dans la suite pour la description des courbes de résilience.

$$E_U = 168 - 289\exp(-13d_c) \quad \text{(V.33)}$$

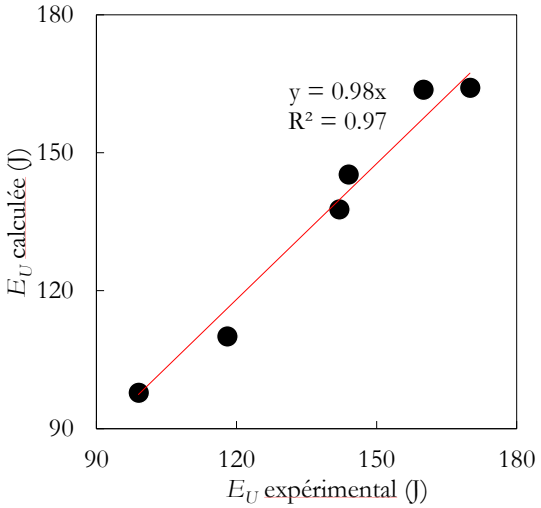


Figure V.31 : Comparaison entre les valeurs expérimentales et prédites de l'énergie au plateau ductile par l'expression V.33.

Tableau V.11 : Récapitulatif des paramètres du modèle descriptif de la résilience dans les domaines fragile et ductile.

	130P	110P	90P	130M	110M	90M
$E_L\ (J)$		12			6	
$E_U\ (J)$	98	138	164	110	145	164

En résumé, on présente sur la fig.V.32 la structure complète du modèle global. On voit que pour l'ensemble des microstructures, les données d'entrée sont essentiellement le paramètre local T_o (en fait la $FATT$) et la distance intercarbure d_c. On discutera plus loin dans cette partie sur la sensibilité vis-à-vis du modèle des deux paramètres précédents, cependant, remarquons que ces deux paramètres sont dépendants des mesures expérimentales, ce qui signifie que le modèle gagnera en robustesse avec un nombre important de microstructures constituant la base d'identification des paramètres. Pour la suite, on se propose de valider les résultats sur les données expérimentales des configurations 130ksi, 110ksi et 90ksi. Comme on l'a vu, les paramètres k et m sont fixes pour cette nuance, il en est de même de l'énergie au plateau fragile qui est fonction du prélèvement. La distance intercarbures d_c est issue de mesures microscopiques et la $FATT$ provient des mesures expérimentales de fraction de zones fragile sur les faciès de rupture.

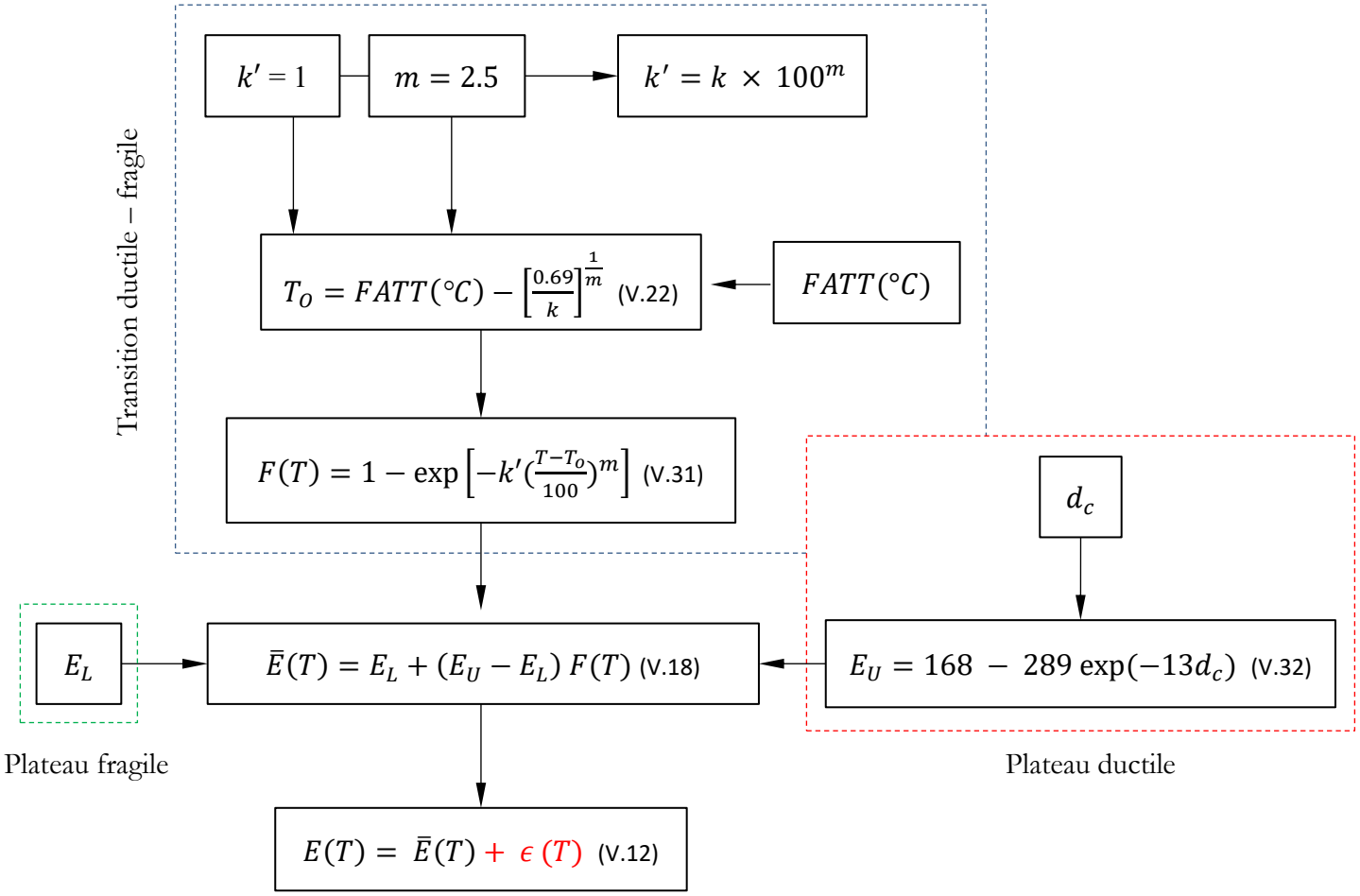


Figure V.32 : Structure du modèle prédictif de la résilience. $\epsilon(T)$ est en rouge parce qu'elle n'a pas été traitée.

V.4.4. Analyse des résultats

A partir des données des tableaux V.10 et V.11, on présente sur la fig.V.33 la représentation des courbes de résilience de chacune des microstructures des configurations 130ksi, 110ksi et 90ksi. Le modèle ajuste bien les données expérimentales. L'énergie au plateau ductile est prédite à ±10J près, avec des écarts de prédiction plus importants pour les microstructures 130M et 90M ; ce qui était prévisible depuis la fig.V.31. Cette observation suggère que la distance intercarbures peut être à l'origine d'incertitudes de prédiction au niveau du plateau ductile et la précision de sa mesure est de rigueur. Dans le domaine de transition, on note dans la zone basse de la transition une particularité qui se manifeste par un écart de prédiction de l'énergie à rupture entre -150 et -80°C, domaine dans lequel le modèle prédictif ne rend pas compte des données expérimentales. On peut attribuer ce défaut d'ajustement à la forme de la fonction $F(T)$. En effet, dès le début du domaine de transition, l'observation des données expérimentales montre que l'évolution de

l'énergie à rupture avec la température d'essai semble suivre une double pente, soit une première pente de -140°C à -80°C, puis une deuxième pente à partir de -80°C qui définit en quelque sorte le domaine de transition ductile – fragile, or la forme de $F(T)$ (l'expression V.31) ne rend pas compte de cet état de fait. Néanmoins, comme on l'a vu dans le contexte de ces travaux, la prédiction de l'énergie à rupture doit être satisfaisante pour les plages de température allant de -60 à -20°C ; c'est le cas.

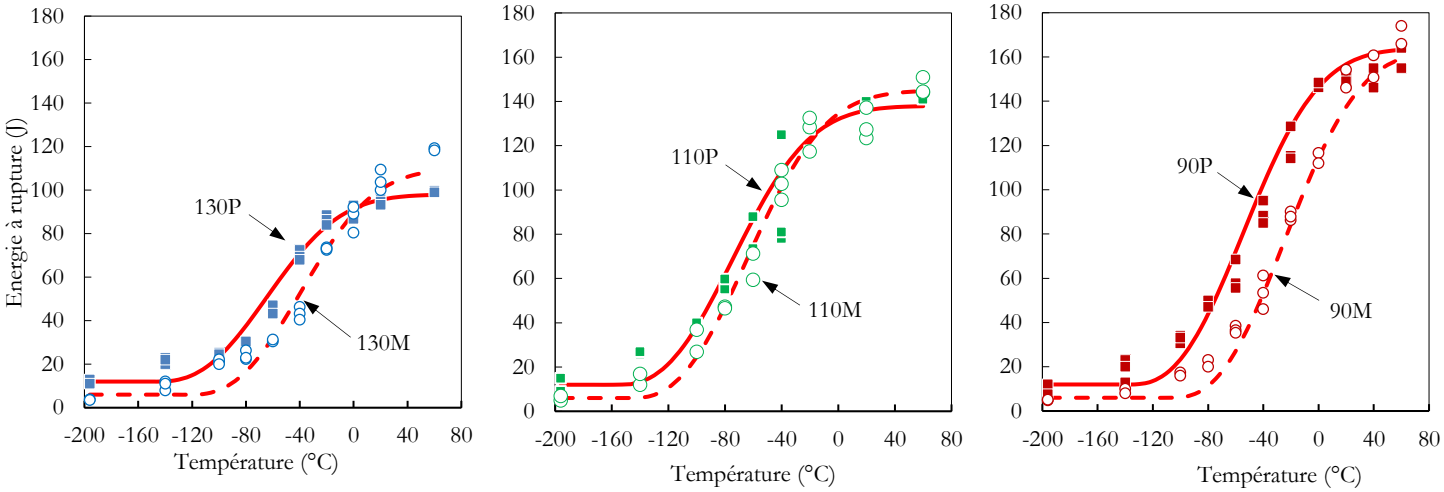


Figure V.33 : Prédiction des courbes de résilience de cinq microstructures de l'étude.

V.4.5. Sensibilité du paramètre local T_o

On cherche à vérifier si l'on peut rendre la fonction $F(T)$ uniquement dépendante du prélèvement, ce qui permettrait de réduire le nombre de paramètres du modèle. Pour ce fait, il faudrait agir sur le paramètre local T_o d'après l'expression V.31. Précisons qu'ici on considère fixes les données d'énergie aux plateaux ductile et fragile du tableau V.11. Comme on l'a mentionné plus haut, la motivation de cette réflexion s'appuie sur la fig.V.30 sur laquelle on a constaté que les points expérimentaux qui décrivent l'évolution de $F(T)$ semblent regroupés suivant le prélèvement. On se propose de ne considérer que la valeur moyenne des trois calculs de T_o par prélèvement, elle a été estimée respectivement à -146°C et -113°C pour les microstructures P et M. La prise en compte de ces deux valeurs suggère qu'on inclut un écart du paramètre local T_o d'au moins 6%. La fig.V.34 présente les résultats obtenus à partir des données du tableau V.12. Comparativement aux résultats de la fig.V.33, l'écart d'ajustement de l'énergie à rupture le plus important pour les microstructures P concerne la microstructure 90P ; il est d'au moins 20J, ce qui n'est pas négligeable d'autant plus que le modèle surestime la résilience et n'est donc pas conservatif. Cependant, cet écart n'est pas marqué dans le domaine de transition des microstructures M. **Finalement, on voit qu'il est possible de considérer que le domaine de transition est dépendant au premier ordre du prélèvement des microstructures et donc de la fraction de bainite supérieure, ce qui exclut tout de même le 110M du modèle**. Les

observations faites dans cette section précisent que cette approximation inclut un écart de prédiction de l'énergie à rupture d'au moins 20J pour les microstructures P et de moins de 10J pour les microstructures M. De manière précise, on peut attribuer la dépendance du paramètre local T_o à la fraction des constituents de la microstructure.

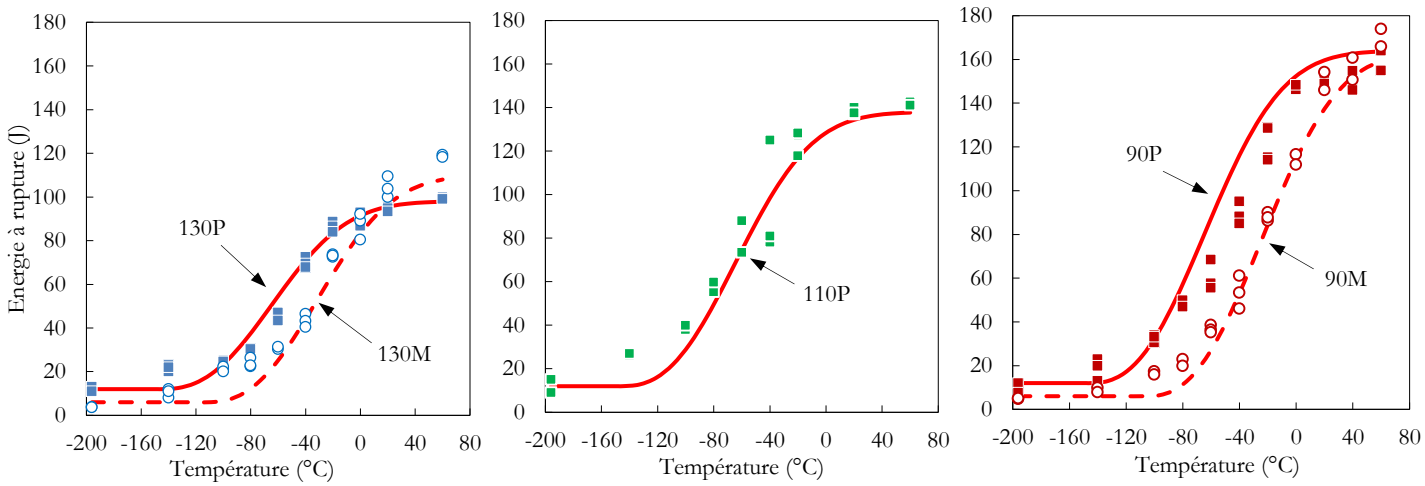


Figure V.34 : Prédiction des courbes de résilience de cinq microstructures de l'étude, effet du paramètre local T_o.

Tableau V.12 : Récapitulatif des paramètres à considérer pour un domaine de transition dépendant uniquement du prélèvement des microstructures.

	130P	110P	90P	130M	90M
k'			1		
k			~10^{-5}		
m			2.5		
$T_o(°C)$		-146 (±10)		-113	

V.4.6. Quelques limites du modèle

Le modèle présenté dans cette partie est basé sur la microstructure. L'hypothèse mathématique liée à la formation des zones ductiles sur le faciès de rupture semble ne pas affecter l'ajustement des données expérimentales et les résultats obtenus, a part dans le bas de la transition.

On a vu qu'au final le modèle s'appuie sur deux paramètres qui sont la distance intercarbures et la température de cristallinité. Ces deux derniers paramètres sont le fruit de mesures expérimentales alors que le modèle doit pouvoir les prédire à partir de la microstructure (Chapitre I). Concernant la distance intercarbures, on a vu qu'elle est liée à la limite d'écoulement (Chapitre III), ce qui constitue à la fois une entrave et un point de contournement. Une entrave

parce que ce lien nous éloigne à la fois de la phénoménologie de la rupture au niveau du plateau ductile et de l'introduction de la plasticité à travers la considération de l'énergie totale à rupture. D'autre part, la prise en compte du lien entre limite d'écoulement et distance intercarbures peut être considérée comme un moyen indirect pour utiliser les résultats du ModelAsco Jominy dans le modèle de résilience, en ce sens que les approches prédictives actuelles au CREAS considèrent la limite d'écoulement de la microstructure prédite grâce au MAJ, pour en déduire une énergie au plateau ductile à travers l'optimisation de la combinaison $Rp_{0.2} - KV$.

L'analyse de la section V.4.5 trouve sa pertinence en ce sens qu'elle réduit le nombre de paramètres du modèle, en rendant la fonction $F(T)$ entièrement dépendante de la fraction de bainite supérieure. Précisons qu'on a vu que rendre le paramètre local dépendant uniquement de la fraction de bainite introduit un écart d'énergie respectivement d'au moins 20J et 10J pour les microstructures P et M, ce qui est loin d'être négligeable. La $FATT$ constitue un maillon important pour mieux ajuster la position du domaine de transition sur les courbes de résilience. Par conséquent la prédiction de la $FATT$ est une perspective indispensable pour ces travaux si l'on souhaite tendre vers un modèle réellement prédictif. Dans les perspectives de ces travaux, on revient plus en détail sur les études à entreprendre pour rendre le modèle robuste. On détaille également les démarches immédiatement envisageables dans le cadre par exemple d'un stage de niveau master.

V.5. Conclusions

Les activités de modélisation des propriétés à rupture ont été abordées dans ce dernier chapitre. Dans un premier temps, on a identifié un modèle de comportement élastoplastique des microstructures 130P et 130M. Ensuite, l'approche locale de la rupture a permis de prolonger l'étude du lien entre microstructure et propriétés à rupture sur le plateau fragile. Enfin, un modèle de la résilience basé sur la microstructure a été ébauché. Les points essentiels à retenir sont :

Modèle de comportement élastoplastique

- Un critère isotrope de type von Mises est d'intérêt limité pour ces microstructures alors qu'un critère plus général de type Hosford apparaît plus adapté, avec un paramètre $n = 7$ qui positionne la surface de plasticité entre celle de Mises et celle de Tresca.

Approche locale de la rupture par clivage

- L'énergie effective de création de surface à prendre en compte dans les microstructures P est de l'ordre de $17 J/m^2$.
- La résistance au clivage des microstructures P est gouvernée par la résistance à l'amorçage d'une fissure au voisinage d'une particule de cémentite ; elle est d'autant plus importante que les

carbures sont petits. De plus, seuls les 2% des carbures les plus grossiers contribuent au déclenchement du clivage.

- Le niveau de résistance au clivage des microstructures M semble dépendant de la dispersion des paquets de bainite supérieure dans la martensite, notamment ceux contenant les carbures M_3C de taille critique.

- Les contraintes critiques de clivage sont de l'ordre de : 3271MPa pour le 130P, 3022MPa pour le 110P, 2296MPa pour le 90P, puis 2710MPa pour le 130M, 2084MPa pour le 110M et 2049MPa pour le 90M. Pour une configuration de revenu donnée, la bainite coûte jusqu'à 500MPa, 938MPa et 247MPa sur la contrainte critique de clivage.

Modèle global pour la résilience

- Le modèle proposé dans la dernière partie de ce chapitre s'appuie sur des approches empiriques visant à prédire les courbes de résilience en proposant une capitalisation des résultats expérimentaux. Le modèle traite séparément les domaines de rupture fragile, de transition et le domaine de rupture ductile.

- La prédiction du domaine de transition est décrite par les paramètres k, m et T_o qui semblent être fonction de la nuance considérée. Les paramètres k et m sont fixes pour cette nuance et on a vu qu'on peut rendre le paramètres local T_o dépendant de la fraction de bainite supérieure, ce qui serait néanmoins à l'origine d'un écart de prédiction d'au moins 20J (non négligeable) sur l'énergie à rupture dans le domaine de transition.

- La prédiction de l'énergie ductile inclut la physique de la rupture à travers son lien avec la distance intercarbures. Le modèle nous apprend sur cet aspect précis que l'évolution de la fraction des zones ductiles sur le faciès de rupture semble inhérente à l'acier de l'étude et donc indépendante de la fraction des constituants dans les microstructures.

- La démarche proposée peut s'appliquer sur d'autres microstructures pour enrichir la base d'identification des paramètres et ainsi rendre le modèle robuste. Dans le même registre il faudrait définir le cadre d'application, à savoir s'il faut s'orienter vers des nuances 100% martensitiques ou des nuances contenant de la martensite et la bainite supérieure. Il semble que les approches seraient plus simples à mettre en œuvre pour les nuances entièrement martensitiques.

[1] F. Tioguem, M. Mazière, F. Tankoua, A. Galtier, et A.-F. Gourgues-Lorenzon, « Identification of ductile to brittle transition temperature by using plane strain specimen in tensile test and correlation with instrumented Charpy impact test: experimental and numerical study », *Mech. Ind.*, vol. 19, nº 1, p. 107, 2018.

[2] F. Tioguem, « Paramètres microstructuraux affectant la résilience des aciers trempés et revenus », Université de Lorraine, Rapport de stage master 2, Juillet 2016.

[3] W. F. Hosford, « A Generalized Isotropic Yield Criterion », *J. Appl. Mech.*, vol. 39, nº 2, p. 607-609, juin 1972.

[4] J. A. Nelder et R. Mead, « A Simplex Method for Function Minimization », *Comput. J.*, vol. 7, nº 4, p. 308-313, janv. 1965.

[5] 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 », these de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001.

[6] A. Pineau, « Development of the Local Approach to Fracture over the Past 25 years: Theory and Applications », *Int. J. Fract.*, vol. 138, nº 1, p. 139-166, 2006.

[7] S. Zhou, Y. Zuo, Z. Li, X. Wang, et Q. Yong, « Microstructural analysis on cleavage fracture in pearlitic steels », *Mater. Charact.*, vol. 119, p. 110-113, sept. 2016.

[8] K.-H. Lee, S.-G. Park, M.-C. Kim, et B.-S. Lee, « Cleavage fracture toughness of tempered martensitic Ni–Cr–Mo low alloy steel with different martensite fraction », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 534, p. 75-82, févr. 2012.

[9] S. Wu, H. Jin, Y. Sun, et L. Cao, « Critical cleavage fracture stress characterization of A508 nuclear pressure vessel steels », *Int. J. Press. Vessels Pip.*, vol. 123-124, p. 92-98, nov. 2014.

[10] C. Defaisse, « Rupture ductile des aciers aéronautiques », thèse de doctorat, PSL University, préparé à MINES ParisTech, 2018.

[11] M. Tsuboi, A. Shibata, D. Terada, et N. Tsuji, « Role of Different Kinds of Boundaries Against Cleavage Crack Propagation in Low-Temperature Embrittlement of Low-Carbon Martensitic Steel », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 48, nº 7, p. 3261-3268, juill. 2017.

[12] D. A. Curry et J. F. Knott, « Effects of microstructure on cleavage fracture stress in steel », *Met. Sci.*, vol. 12, nº 11, p. 511-514, nov. 1978.

[13] F. Tankoua, « Transition ductile-fragile des aciers pour gazoducs : Étude quantitative des ruptures fragiles hors plan et corrélation à l'anisotropie de microtexture », thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2015.

[14] H. Godin, « Effet de la microstructure sur la transition ductile-fragile d'aciers inoxydables martensitiques emboutissables à chaud », Thèse de doctorat, PSL University, préparé à MINES ParisTech, 2018.

[15] E. Smith, « The formation of a cleavage crack in a crystalline solid—I », *Acta Metall.*, vol. 14, nº 8, p. 985-989, août 1966.

[16] W.-J. Yang, B.-S. Lee, Y. Jun Oh, M.-Y. Huh, et J.-H. Hong, « Microstructural parameters governing cleavage fracture behaviors in the ductile–brittle transition region in reactor pressure vessel steels », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 379, p. 17-26, 2004.

[17] A. Martín-Meizoso, I. Ocaña-Arizcorreta, J. Gil-Sevillano, et M. Fuentes-Pérez, « Modelling cleavage fracture of bainitic steels », *Acta Metall. Mater.*, vol. 42, nº 6, p. 2057-2068, juin 1994.

[18] L. Rancel, M. Gómez, S. F. Medina, et I. Gutierrez, « Measurement of bainite packet size and its influence on cleavage fracture in a medium carbon bainitic steel », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 530, p. 21-27, déc. 2011.

[19] O. M. Akselsen et Ø. Grong, « Prediction of weld metal Charpy V notch toughness », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 159, nº 2, p. 187-192, déc. 1992.

[20] W. Oldfield, « Curve fitting impact data », *ASTM Standardization News*, p. 24-29, 1975.

[21] P. L. Windle, M. Crowder, et R. Moskovic, « A statistical model for the analysis and prediction of the effect of neutron irradiation on Charpy impact energy curves », *Nucl. Eng. Des.*, vol. 165, nº 1, p. 43-56, août 1996.

[22] I. W. Burr, « Cumulative Frequency Functions », *Ann. Math. Stat.*, vol. 13, nº 2, p. 215-232, juin 1942.

[23] M. T. Todinov, « An efficient method for estimating from sparse data the parameters of the impact energy variation in the ductile-brittle transition region », *Int. J. Fract.*, vol. 111, p. 131-150, 2001.

[24] I. C. Gutiérrez, « Effect of microstructure on the impact toughness of high strength steels », *Revisita Metall. 50*, vol. 50, 2014.

[25] M. Avrami, « Kinetics of Phase Change. II Transformation-Time Relations for Random Distribution of Nuclei », *J. Chem. Phys.*, vol. 8, nº 2, p. 212-224, févr. 1940.

Conclusions générales et perspectives

Rendu à la fin de ce mémoire de thèse, il semble intéressant de rappeler le contexte général, d'esquisser les grandes lignes de la voie adoptée pour adresser les questions scientifiques avant de présenter les principaux résultats et enfin d'indiquer les perspectives. Nous sommes partis du contexte industriel du projet, qui vise la mise au point d'un modèle prédictif de la résilience basé sur la microstructure, pour dégager le principal enjeu scientifique à savoir : l'amélioration des connaissances sur le lien entre microstructure et propriétés à rupture des nuances trempés-revenus à haute résistance. On a vu que cette approche impose de dégager les entités microstructurales pertinentes pour alimenter le modèle global. On a vu dans le Chapitre I que même si les premières études sur les nuances à haute résistance de microstructure martensite et bainite datent des années 50, plusieurs aspects restent mal connus, notamment comment relier quantitativement la microstructure de la nuance d'étude avec l'énergie au plateau ductile et les propriétés à rupture au niveau du plateau fragile. Dans le Chapitre II, nous avons construit la base de données des microstructures de l'étude en variant dans un premier temps le prélèvement des échantillons (à 1 pouce et vers le mi-rayon de la barre), puis dans un second temps le revenu. Ces variations nous ont conduits à disposer de six microstructures nous permettant d'aborder à la fois l'effet de la bainite supérieure et celui des carbures de cémentite M_3C sur les propriétés à rupture. Les six microstructures ont été caractérisées afin de quantifier l'évolution des entités microstructurales aux échelles macroscopiques (fraction de la bainite supérieure, microtexture), mésoscopiques (distribution et taille des carbures, microtexture à l'échelle des lattes) et nanométriques (niveau de restauration de la martensite). Pour les six microstructures, le comportement en traction à fait l'objet du Chapitre III, puis le Chapitre IV a été consacré au comportement à rupture en résilience sur une plage de températures allant de -196°C à +80°C. Enfin, dans le Chapitre V, on a proposé un modèle de comportement élastoplastique. On a également prolongé l'étude sur le lien entre microstructure et propriétés à rupture à -196°C. On a enfin proposé un modèle global de la résilience qui s'appuie sur la microstructure. On fait le choix de présenter les principaux apports de la thèse sous le prisme du lien entre microstructure et le comportement mécanique.

Lien entre microstructure et comportement élastoplastique

L'acier de l'étude présente peu d'anisotropie, que ce soit en comportement élastoplastique ou en observations post-mortem de la forme circulaire des faciès de rupture. On a constaté que l'écart entre sollicitation en sens long ou travers se trouve au niveau de la déformation à rupture. En effet, cet écart qui est de l'ordre du tiers pour les éprouvettes sollicitées en sens travers. Cette rupture précoce des éprouvettes en sens travers est attribué à la forme allongée des inclusions de type MnS et Al_2O_3 identifiées sur le faciès de rupture. On a aussi constaté que cette anisotropie en déformation entre échantillons en sens long et en sens travers diminue avec le revenu.

Le plateau athermique des microstructures martensitiques (P) s'étend de -40°C à +80°C. Dans le domaine de température du plateau athermique, les courbes post-striction de réduction de diamètre sont confondues. Dans le domaine de vitesses étudiées qui semblent représentatif de celle mis en jeu lors des essais Charpy, l'acier d'étude apparaît globalement peu sensible à la vitesse de sollicitation, que ce soit les microstructures martensitiques où martensito-bainitiques. En effet, il faut aller jusqu'à une vitesse d'environ $60s^{-1}$ pour observer une augmentation de la limite d'élasticité et de la résistance maximale de l'ordre de 100MPa. De plus, les courbes post-striction de réduction de diamètre se superposent quelle que soit la vitesse de sollicitation. Cette faible sensibilité est marquée pour les microstructures constituées de martensite et de bainite supérieure. **Il semble que la moindre sensibilité à la vitesse de sollicitation soit due à l'augmentation de l'auto échauffement local avec la vitesse de sollicitation au niveau de la striction ; une augmentation de +240°C a par exemple été notée pour le 130P à $60s^{-1}$. Cette augmentation semble compenser l'effet de la viscosité lié aux hautes vitesses de sollicitation.**

Dans le cas particulier des microstructures martensitiques, **on a vu que l'endommagement ductile prend naissance au voisinage des carbures M_3C**. L'endommagement reste localisé sous le faciès pour le 130P, alors qu'il est plus important dans le volume pour la microstructure 90P. Ce résultat nous a permis de mettre en évidence un effet du revenu sur l'étendue de l'endommagement, qui s'explique probablement par un adoucissement de la matrice martensitique et donc une augmentation du contraste mécanique entre la matrice et le carbure.

Lien entre microstructure et comportement à rupture

Le plateau ductile débute à +20°C et +60°C respectivement pour les positions de prélèvement P et M. De plus, ces températures sont indépendantes du revenu, mais elles dépendent plutôt des constituants de la microstructure, de la fraction de bainite supérieure notamment. Les microstructures martensite et bainite supérieure (M) présentent une énergie à rupture plus importante que celle des microstructures martensitiques (P). On note donc un effet positif de la bainite supérieure qui pourrait s'expliquer par un endommagement ductile plus important dans le volume lorsque la fissure macroscopique traverse les paquets de bainite supérieure. Les analyses fractographiques ont révélé qu'à l'échelle du faciès de rupture, la fissuration ductile se fait en suivant un profil en zig zag qu'on a nommé propagation en vague dans ce manuscrit. Le phénomène de propagation ductile en vague est indépendante des constituants de la microstructure et du revenu. Cependant, l'énergie au plateau ductile augmente avec le revenu, et cette augmentation est en relation avec la hauteur des vagues. Ainsi, l'énergie à rupture au plateau ductile dépend macroscopiquement de la hauteur des vagues et microscopiquement de la germination, puis de la croissance et la coalescence des cavités. Sachant que les cavités germent aux interfaces carbures-matrice, le paramètre distance intercarbures d_c est mis en avant pour expliquer l'augmentation de l'énergie au plateau ductile pour le cas où toutes les microstructures sont prises ensemble, d'autant plus que c'est la phase de croissance des cavités qui

confère à l'acier une énergie à rupture ductile importante. **De ce fait, les microstructures de la configuration 130ksi présentent l'énergie à rupture au plateau ductile la plus basse parce que les carbures y sont relativement proches les uns des autres, ce qui limite la croissance des cavités nécessaire à la coalescence**. Les microstructures de la configuration 90ksi présentent l'énergie au plateau ductile les plus élevées parce qu'elles contiennent des carbures M_3C relativement éloignés les uns des autres, ce qui nécessite une croissance des cavités plus développée avant la coalescence. Un lien quantitatif entre énergie au plateau ductile et distance intercarbures est proposé. On a constaté que le lien tend vers une saturation, a savoir vers des microstructures pour lesquelles l'augmentation de d_c n'a plus d'effet sur l'énergie au plateau ductile. Cette dernière observation renseigne que la fenêtre sur laquelle l'énergie augmente avec d_c peut s'avérer limitée et que le comportement élastoplastique, qui varie quand on fait varier la distance intercarbures, joue un rôle considérable sur l'énergie totale à rupture.

Le domaine de transition ductile-fragile débute à partir de -140°C et s'étend jusqu'à +20°C et +60°C respectivement pour les microstructures P et M. Les études fractographiques à l'échelle du faciès de rupture ont révélé une fissuration en trois stades dans la transition ductile-fragile à savoir : une avancée ductile, une propagation par clivage et enfin une avancée ductile en fin de rupture. Pour les configurations de revenu 130ksi et 90ksi, les microstructures P présentent une énergie à rupture de 20J supérieure à celle des microstructures M pour une température d'essai donnée. **Le bas niveau de l'énergie des microstructures M dans le domaine de transition s'explique par un amorçage du clivage qui se produit plus tôt et un arrêt de clivage tardif du clivage lors de la phase de propagation du fait de la bainite supérieure. Ainsi, il semble que les paquets de bainite supérieure à la fois facilitent l'amorçage du clivage, ce qui favorise la fissuration sur de longues distances caractéristiques proches de 10µm puis retardent l'arrêt du clivage en fin d'essai.**

Au niveau du plateau fragile, l'énergie à rupture à -196°C est indépendante du revenu, mais semble dépendante de la fraction de bainite supérieure ; les énergies à rupture sont respectivement de l'ordre de 12J et 6J pour les microstructures P et M. Quel que soit le type de microstructure, ce sont les particules de cémentite qui sont responsables du déclenchement du clivage avec la particularité que le déclenchement du clivage dans les microstructures M se fait préférentiellement dans les paquets de bainite supérieure. Ces dernières observations ont été consolidées avec l'analyse des mécanismes de rupture sur les faciès des éprouvettes AE à -196°C. **L'approche locale de la rupture nous a permis de proposer la valeur de 17J.m^{-2} comme énergie de création de surface à l'interface carbures-matrice pour la nuance 40CrMo4 à haute résistance. On a aussi constaté que ce sont probablement les 2% des carbures les plus grossiers qui déclenchent le clivage dans les microstructures martensitiques. Ces analyses ont également renseigné que l'origine de la rupture intergranulaire lors de l'amorçage du clivage dans le 130P serait due à la présence des « lits de carbures M_3C » de taille critique proche de 0.2µm le long des joints de grains austénitiques**. Les discussions autour du cas particulier des microstructures M suggèrent un effet de la répartition des paquets de bainite

supérieure sur la dispersion des valeurs des contraintes critiques de clivage à -196°C. De toute évidence, l'amorçage du clivage dans les microstructures M, sur un constituant minoritaire, nous enseigne que le chargement local dans la bainite supérieure est différent de celui de la martensite.

Autres contributions de ces travaux

Dans le cadre de ces travaux, nous avons mis au point un outil d'estimation de la distance interparticules qui prend en compte la forme des particules de manière à fournir une distribution des distances entre plus proches voisins. L'outil est basé sur la ligne de partage des eaux et il a fait l'objet d'une publication [Tioguem et *al.* 2019]. C'est une valeur ajoutée pour une estimation plus rigoureuse de la distance interparticules dans le cas où cette longueur caractéristique est proche de la taille des particules, tellement qu'on ne peut plus l'associer à la distance entre les centres de masse des particules. On émet le vœu de voir cet outil largement vulgarisé.

On a également mis au point la démarche expérimentale pour les répliques extractives qui a été transférée au CREAS.

Dans cette étude on propose enfin un modèle global de la résilience basé sur la microstructure. Les principales données d'entrée seraient la distance intercarbures pour prédire le plateau ductile, la $FATT$ pour le domaine de transition ductile-fragile, l'énergie au plateau fragile restant fixe. Très vite, on a constaté que pour le rendre robuste et plus complet, des études complémentaires sur lesquelles on reviendra dans la section suivante doivent être envisagées.

Des études envisageables pour compléter ou prolonger les résultats de ces travaux

Dans le Chapitre II, on a vu que le matériau de l'étude du fait de son état trempé-revenu à la réception a posé des problèmes liés à la connaissance de la fraction des constituants. Dans la section II.1.3, une approche combinant des analyses dilatométriques et des observations microscopiques a permis d'estimer la fraction de la bainite supérieure dans la microstructure M entre 0 et 20%. Clairement, on n'a pas pu conclure précisément quant à la fraction de bainite supérieure contenue dans le prélèvement M. Il serait intéressant de prélever des échantillons à la position M sur le plan long et y mener des observations qui permettront d'estimer de manière quantitative la fraction de bainite supérieure à la position M.

A la suite des calculs ThermoCalc de la section II.1.5, il faut un nouveau calcul dans lequel les phases M_7C_3 et $M_{23}C_6$ seront interdites, afin d'évaluer la composition chimique des carbures M_3C et par la suite comparer cette dernière avec les mesures faites au MET par analyse EDS qui ont été présentées sur la fig.II.28. C'est une voie qui permettrait de consolider les observations au MET qui ont indiqué que seules les particules de cémentite sont présentes dans les microstructures caractérisées.

Dans le Chapitre III, l'étude du comportement en vitesse a été limitée aux microstructures de la configuration 130ksi (section III.3.5), il en est de même des essais de traction simple sur éprouvette DP. On a également restreint l'étude de la sensibilité du comportement élastoplastique vis-à-vis de la température d'essai avec mesure de la réduction de diamètre (section III.3.5) et l'étude de l'endommagement aux microstructures du prélèvement P (section III.3.4). Si l'on souhaite disposer de données suffisantes qui pourront encadrer la mise au point d'une loi de comportement plus robuste pour les microstructures de l'étude, il faut étendre les caractérisations expérimentales sur les microstructures des configurations 110ksi et 90ksi. L'ensemble de ces essais permettra de : 1) déterminer le plateau athermique des microstructures M et ainsi évaluer l'effet de la bainite supérieure sur le plateau athermique, 2) comprendre les mécanismes d'endommagement ductile dans les microstructures de martensite et bainite supérieure. Dans ce dernier cas, pour un niveau de déformation donné, on peut s'attendre à un endommagement ductile plus important dans la bainite supérieure (molle et comportant des carbures plus grossiers) comparé à la martensite (dure et comportant des carbures plus fins). On aura ainsi une idée de l'évolution de l'endommagement avec le revenu ; ce qui peut également fournir des grilles de compréhension du contraste mécanique entre la martensite et la bainite supérieure et de son évolution avec le revenu.

L'une des difficultés de ces travaux a été d'expliquer l'amélioration des performances à rupture de la microstructure 110M lors des essais de résilience (Chapitre IV). Il semble que pour comprendre cette amélioration, il faut aller au-delà des observations macroscopiques des mécanismes de rupture réalisées dans la section IV.5.1 et aborder le contraste mécanique entre martensite et bainite supérieure. En termes simples, il faut se pencher sur la micromécanique du contraste entre martensite et bainite. Si on considère les deux configurations de revenu extrêmes que sont la 130M et la 90M ; dans la configuration 130M, le contraste mécanique entre martensite et bainite supérieure est important, il est reflété à la fois sur la microstructure (fig.II.19), le comportement élastoplastique (fig.III.11.a) et le comportement à rupture à la fois en résilience (Chapitre IV) et en traction à froid sur éprouvettes AE (Chapitre V). Le contraste mécanique évolue ensuite au sur-revenu à travers la restauration de la martensite notamment jusqu'à la configuration 90ksi, où il n'est plus possible de distinguer au microscope la bainite supérieure de la martensite. Cependant, la bainite supérieure reste très active lors de la rupture du 90M dans le domaine de transition ductile-fragile (fig.IV.11.c). Le 110M est donc un état où l'acier trempé-revenu à haute résistance présente une meilleure combinaison entre la ductilité et la résistance de la bainite supérieure, où le contraste mécanique entre martensite et bainite est optimal vis-à-vis du comportement mécanique.

Une connaissance du contraste mécanique entre martensite et bainite supérieure à travers notamment les contraintes locales dans la bainite, puis à l'interface bainite supérieure-martensite permettrait également de disposer des éléments pour comprendre l'effet de la bainite supérieure sur la rupture à -196°C des microstructures 130M, 110M et 90M (Chapitre V, Partie V.3). La répartition des paquets de bainite supérieure (liée à la solidification) contenant les carbures M_3C de taille critique a été mise en avant pour expliquer les dispersions sur les valeurs des contraintes

critiques de clivage pour ces microstructures. Une étude à aborder serait d'appliquer un modèle de type Beremin qui permettrait de disposer d'une prédiction probabiliste des contraintes critiques de clivage des microstructures de type martensite et bainite. En complément à cette étude, l'effet de la fraction de bainite supérieure sur la contrainte critique de clivage n'est quasiment pas mentionné dans la littérature. Dans un cadre plus général, il est envisageable de se pencher sur la question. Cependant, on peut imaginer que la dispersion serait plus marquée si la fraction de bainite supérieure est trop importante (à partir de 30% par exemple), du fait de la multiplicité ds maillons faibles. De toute évidence, il faut des approches plus élaborées pour expliquer le lien entre microstructure et contrainte de clivage des aciers trempés-revenus à haute résistance de microstructures martensite et bainite supérieure.

Concernant le modèle global de la résilience, l'analyse de certaines de ses limites fait l'objet du Chapitre V, Partie V.4. Ces limites concernent la base de données relativement peu fournie pour tendre vers un modèle prédictif robuste et le poids de la température de transition en cristallinité qui reste une donnée d'entrée du modèle en son état actuel. Dans les deux cas, il semble pertinent d'étendre l'approche proposée sur d'autres nuances dont les données expérimentales sont disponibles au CREAS, ce qui reviendra d'une part à valider la prédiction de l'énergie au plateau ductile au moyen de la distance interparticules, d'autre part à établir le lien entre la $FATT$ et l'inverse de la taille des grains austénitiques. Le fait d'exclure la microstructure 110M du modèle est une limite importante puisque le modèle doit prédire la courbe de résilience de toutes les microstructures dérivées de l'acier 40CrMo4, du moins celles qui conservent les critères d'acier à haute résistance. Cependant, cette exclusion confirme que la compréhension de la micromécanique entre martensite et bainite supérieure est une étude à envisager à court terme. ASCOMETAL devra définir le cadre du modèle prédictif de la résilience souhaitée, à savoir la prise en compte ou pas de la bainite supérieure. Tel qu'on l'a proposé dans la section V.4.5, le paramètre local T_o, et par extension la $FATT$, peut entre-autres être dépendant de la fraction de bainite supérieure. De toutes les façons, pour rendre le modèle plus robuste, deux études peuvent être envisagées :

- Remonter toutes les courbes de transition ductile-fragile et les éprouvettes de résilience correspondantes des aciers 40CrMo4 disponibles dans les bases de données du CREAS. Les objectifs à ce niveau seront triples à savoir : a) réaliser des mesures de distribution de la taille de grain austénitique, b) estimation de la distance intercarbures correspondante et c) estimation de la température de transition en cristallinité. Ces trois macro-projets permettraient de consolider la prédiction de l'énergie au plateau ductile, de vérifier la fenêtre de validité du lien entre énergie au plateau ductile et distance intercarbures et enfin de disposer de l'évolution de la $FATT$ avec l'inverse de la taille de grain austénitique.

- Une autre étude envisageable concerne l'effet de la fraction de bainite supérieure sur la cristallinité. Dans ce cas, soit il faut vérifier la disponibilité d'essais dans la base du CREAS, soit il faut prévoir des essais dans le domaine de transition ductile fragile pour des microstructures ayant

différentes fractions de bainite supérieure. Pour ce dernier cas, les éprouvettes du prélèvement P ou M peuvent subir des cycles thermiques qui conduisent à des fractions de bainite supérieure connus d'après l'étude en dilatomètre. Il faudrait donc au préalable étendre les analyses dilatométriques de la section II.1.3 à des vitesses de refroidissement plus basses pour disposer d'un large panel de vitesses de refroidissement correspondant aux différentes fractions de bainite supérieure.

Annexes

Annexe A : Estimation des vitesses de déformation pour les essais à la TGV sur les éprouvettes AE 249

Annexe B : Courbes Charpy instrumentées 258

Annexe C : Courbes de traction sur éprouvette AL_4 à -196°C 261

Annexe A :
Estimation des vitesses de déformation pour les essais à la TGV sur les éprouvettes *AE*

L'objectif principal de cette étude est de valider, au moyen de la fractographie, si le mécanisme de propagation des fissures en vague sur les faciès de rupture Charpy peut être identifié sur les éprouvettes AE sollicitées en vitesse rapide. Pour ce fait, il est important dans un premier temps de déterminer la vitesse de sollicitation à imposer aux éprouvettes AE pour qu'elle soit la même que la vitesse d'ouverture de l'entaille Charpy lors de l'essai de résilience.

Tel que illustré que la figure 1 on cherche à déterminer la vitesse de consigne $\dot{u}_{AE}(global)$ à imposer à l'éprouvette AE sur la TGV afin que la vitesse d'ouverture d'entaille $\dot{u}_{AE}(B)$ soit proche de la vitesse d'ouverture de l'entaille Charpy $\dot{u}_{Ch}(B)$. La vitesse de sollicitation lors de l'essai de flexion par choc étant connue, on a $\dot{u}_2(Ch) \sim 5\ m.s^{-1}$.

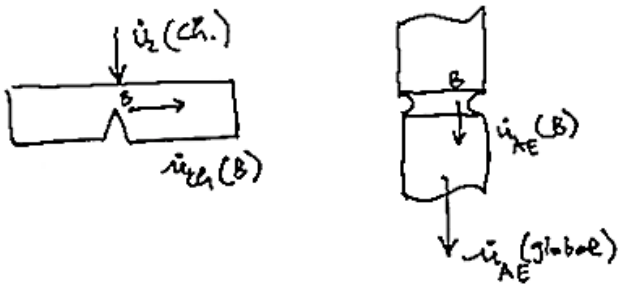


Figure 1 : Schématisation des vitesses de déplacement sur les éprouvettes Charpy et les éprouvettes de traction axisymétriques entaillées

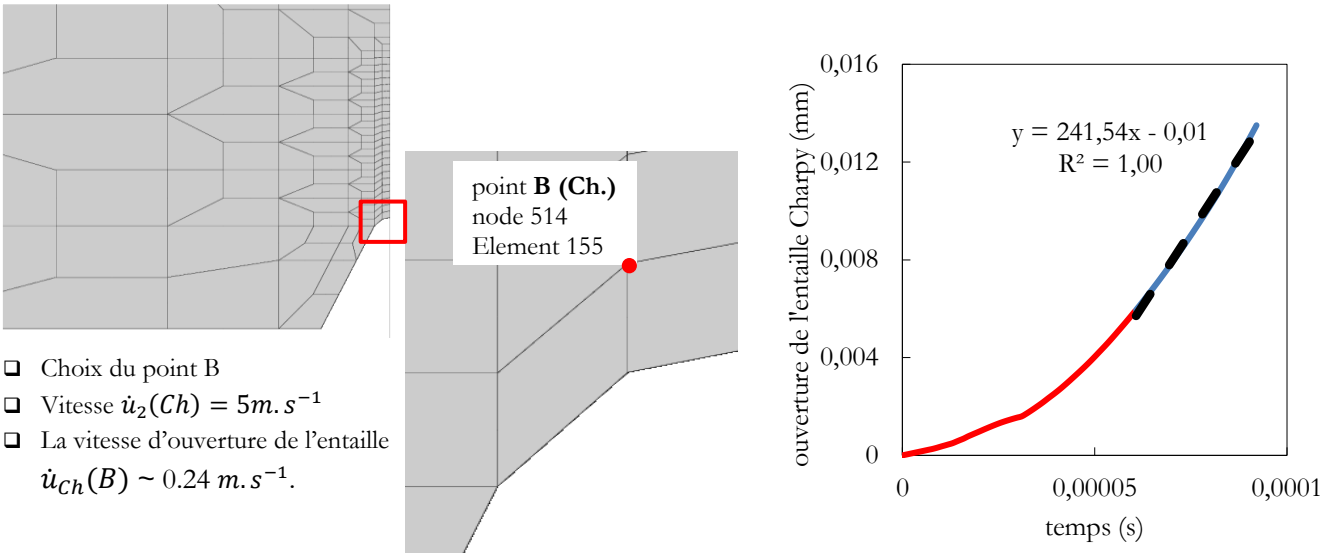
Deux approches complémentaires basées sur des calculs numériques ont été adoptées. La première s'appuie sur l'estimation des vitesses de déplacement et la seconde sur les vitesses de déformation.

A. Approche basée sur les vitesses de déplacement

Les travaux de Benoit TANGUY ont montré que lors d'une simulation de l'essai Charpy, si l'on s'intéresse à l'évolution des champs de déplacement de de déformation locaux, une loi de comportement élastoplastique est suffisante pour simuler l'essai Charpy. Le calcul numérique a été réalisé en s'appuyant sur la loi de comportement présentée au Chapitre V.

Détermination de la vitesse d'ouverture de l'entaille lors des essais de flexion par choc

Comme présenté sur la figure 2, on choisit le point B sur lequel l'on mesure l'ouverture de l'entaille Charpy lors de l'essai.

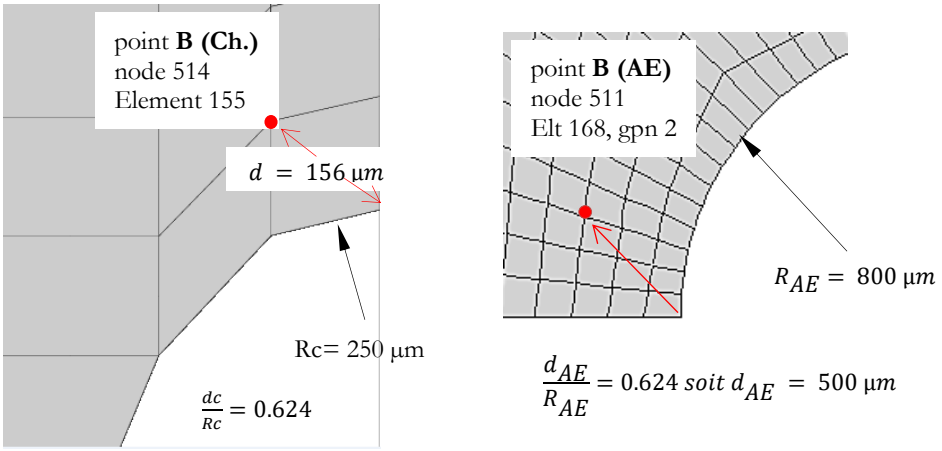


- Choix du point B
- Vitesse $\dot{u}_2(Ch) = 5m.s^{-1}$
- La vitesse d'ouverture de l'entaille $\dot{u}_{Ch}(B) \sim 0.24\ m.s^{-1}$.

Figure 2 : Choix du point B et estimation de la vitesse d'ouverture de l'entaille dans le domaine des déplacements les plus importants.

Détermination de la vitesse d'ouverture de l'entaille des éprouvette Charpy

La figure 3 définie le critère de choix du point B(AE) sur lequel l'on mesure la vitesse de sollicitation au niveau du fut de l'éprouvette AE. Le critère est défini est considérant le rapport de la distance allant du coin du fond d'entaille sur le rayon d'entaille à la fois pour le maillage Charpy et le maillage AE.



- Critère de choix du point du point B sur un maillage des éprouvettes AE.
- La vitesse de déplacement imposée pour le calcul des AE en quasistatique est $\dot{u}_{AE}(B) = 5m.s^{-1}$

Figure 3 : Choix du point B sur le maillage d'une éprouvette AE.

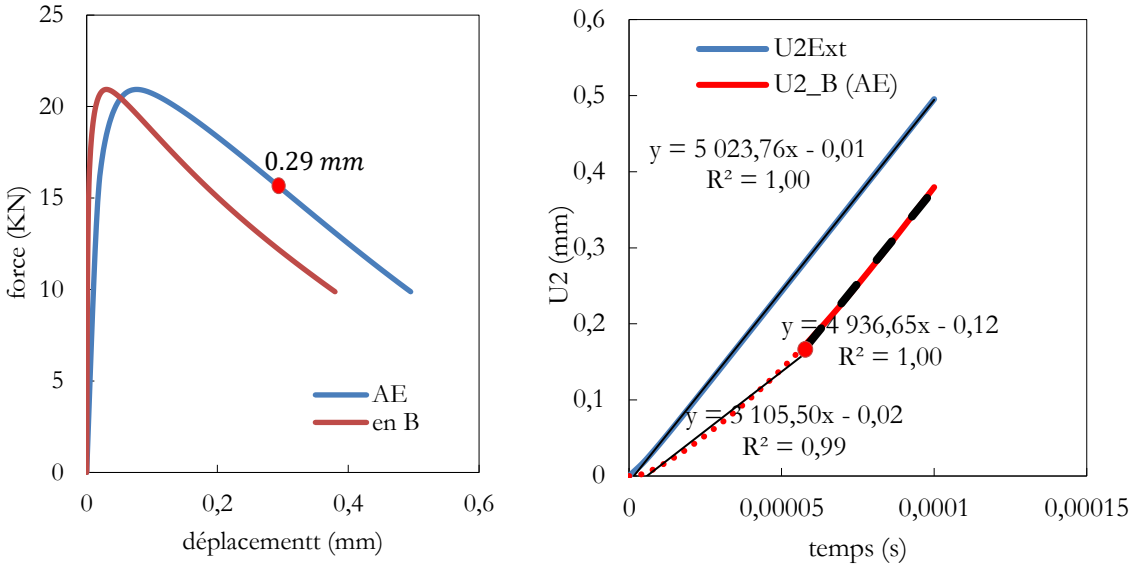


Figure 4 : Estimation des vitesses de sollicitation au point B. Comparaison entre la vitesse globale et celle du point B.

- On voit que pour les essais sur éprouvettes AE, la vitesse du point B tend vers la vitesse globale.
- On peut à ce niveau considérer une vitesse globale à imposer aux AE $\dot{u}_{Ch}(B) = 0.24m.s^{-1}$

B. Approche basée sur les vitesses de déformation

Cette approche nous a permis de déterminer la vitesse de sollicitation globale pour les essais sur les éprouvettes AE à la TGV en appliquant une règle de trois entre les vitesses de déformation et les vitesses de sollicitation.

- Avec cette approche, on voit que la vitesse de déformation globale sur AE $\dot{\varepsilon}_{AE}(globale) = 9000s^{-1}$ et la vitesse de déformation d'ouverture de l'entaille Charpy au point B est de $\dot{\varepsilon}_{Ch}(B) = 3000s^{-1}$.
- Du point de vue des vitesses de déformation, $\dot{\varepsilon}_{Ch}(B)$ est de l'ordre du tiers de $\dot{\varepsilon}_{AE}(globale)$
- Pour avoir une vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}_{AE}(globale) = 3000s^{-1}$ il faut que $\dot{u}_{AE}(globale) = 0.08m.s^{-1}$

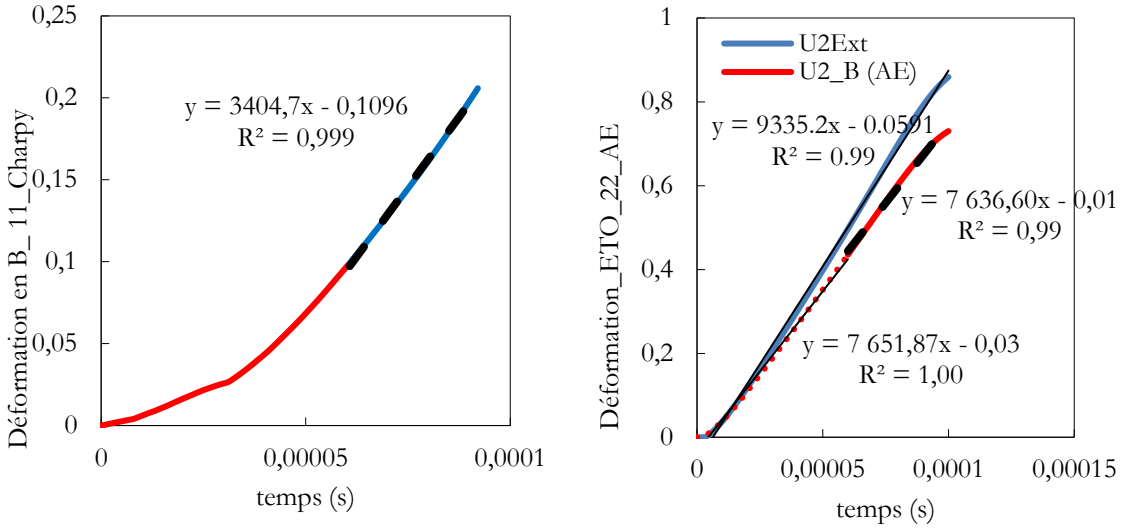


Figure 5 : Estimation des vitesses de sollicitation au point B. Comparaison entre la vitesse globale et celle du point B.

C. Montage expérimental pour les essais à a TGV sur éprouvettes *AE*

Deux essais ont été réalisé pour les microstructures 130P et 130M. Soit un essai de traction en vitesse sur la TGV et un essai en quasistatique sur une machine de traction MTS de 100kN. L'objectif étant de mettre en évidence l'effet de la vitesse de sollicitation sur les mécanismes de rupture. La figure 3 présente le montage expérimental pour les essais sur la machine MTS. Le montage des essais à la TGV est similaire à celui décrit dans le Chapitre III.

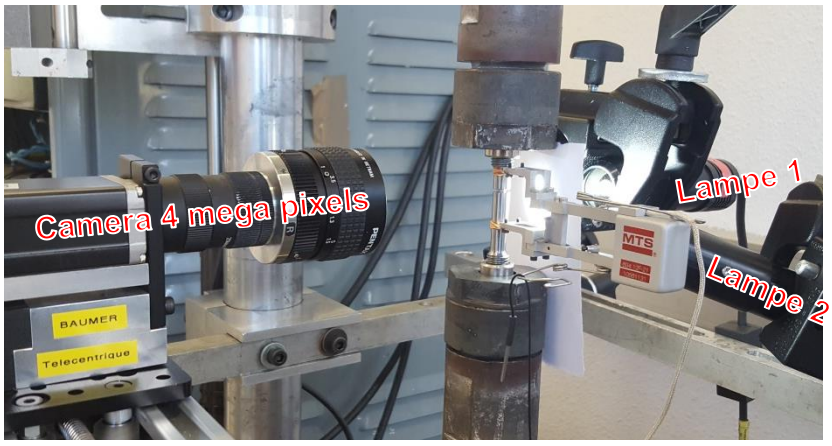


Figure 6 : Montage expérimental pour les essais quasi-statiques sur éprouvettes AE à la température ambiante

D. Analyse des résultats

Dans un premier temps, on vérifie l'alignement de l'ouverture de l'entaille lors des essais à la vitesse rapide notamment. Cette vérification a été faite au moyen de la corrélation d'images ; c'est l'illustration de la figure 7. Ensuite, la figure 8 présente les courbes force-déplacement et enfin les figures 9, 10, 11 et 12 présentent les fractographies.

Sur la figure 7 :

- L'allure de la courbe force-déplacement reste la même pour les 2 courbes.
- On note une différence en déplacement de 2.33% en déplacement, ce qui traduit une légère extension de l'entaille gauche/ à la droite.
- Cette différence reste globalement négligeable et on peut en déduire que l'ouverture de l'entaille lors des essais en vitesse rapide sur les éprouvettes AE est symétrique.

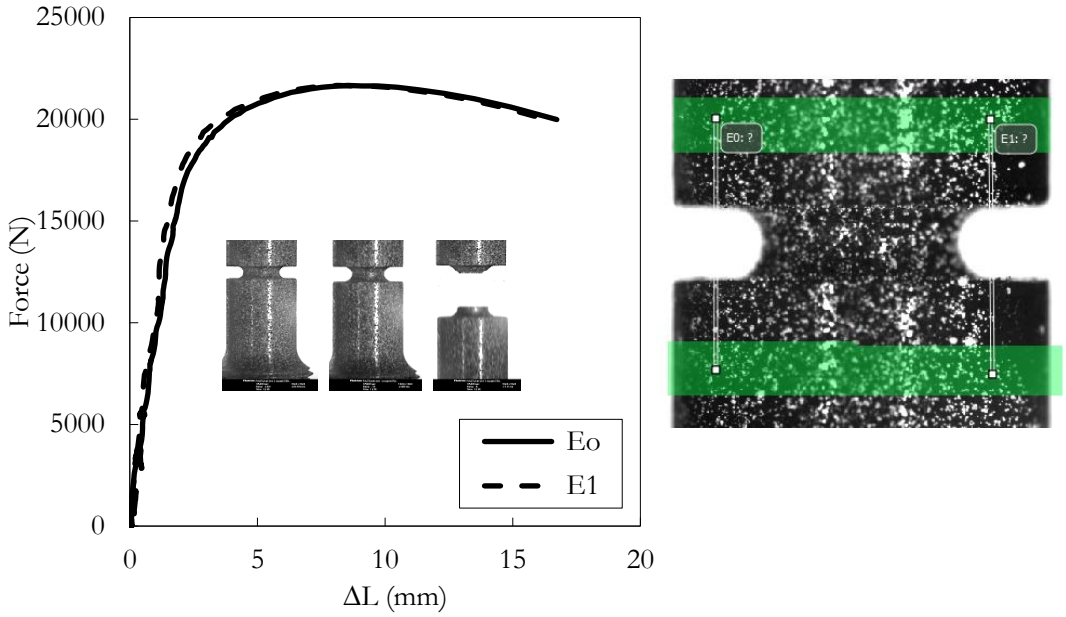


Figure 7 : Vérification préalable par corrélation d'images de l'alignement des courbes force-ouverture d'entaille, cas de l'essai P8. Eo : entaille de gauche et E_1 : entaille de droite.

Sur la figure 8 on remarque que :

- Sensibilité positive à la vitesse de sollicitation, avec une déformation plus importante à vitesse rapide
- Même avec les AE, les éprouvettes des essais à grande vitesse cassent plus tard que celles en quasi-statique
- La pente dans le domaine post striction montre que la microstructure P s'endommage plus rapidement que la M.

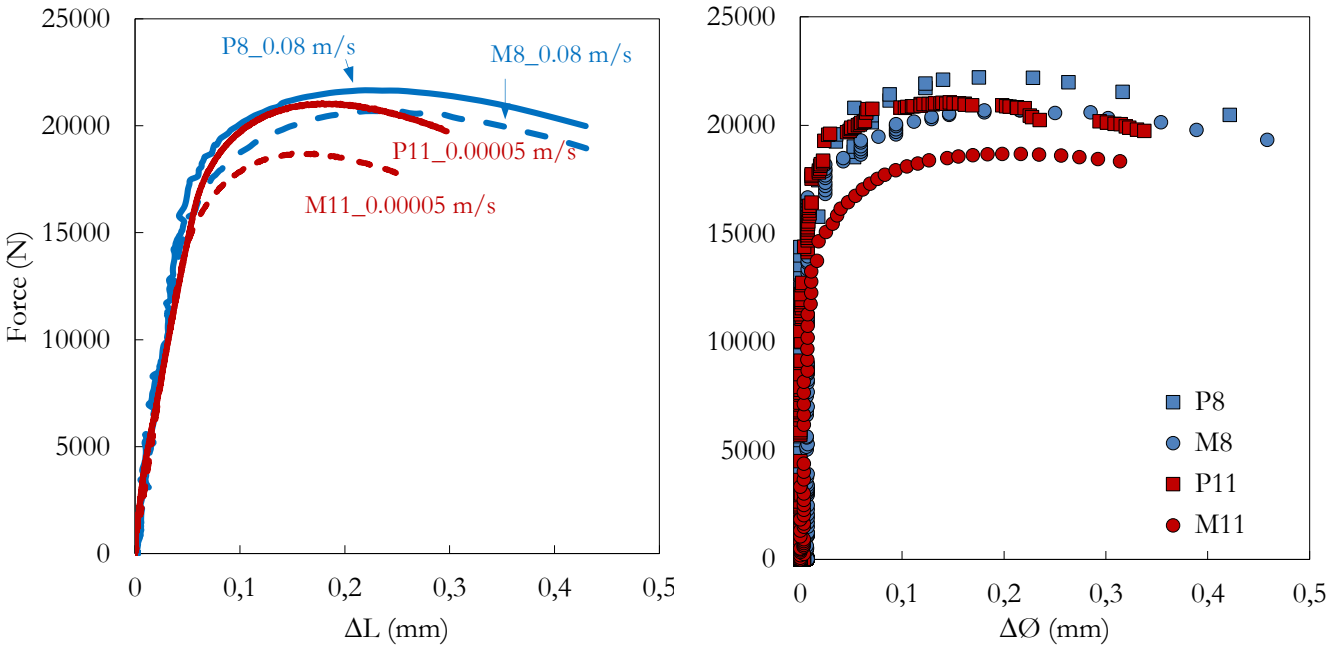


Figure 8 : Effet de la vitesse de sollicitation sur le comportement élastoplastique des éprouvettes AE

Tableau : Récapitulatif des propriétés à rupture des essais réalisés sur les éprouvettes AE à la température ambiante et à vitesse rapide.

	N°	Vérin $m.s^{-1}$	F_{max} (N)	F_r (N)	Δl à F_{max} (mm)	$\emptyset_o$ (mm)	$\emptyset_r$ (mm)	$\Delta\emptyset_r$ (mm)	ε_r ( )	σ_r (MPa)	$Z_{\%}$
130P	P8	0.08	21662	19986	**0.42**	4.02	3.66	0.42	0.19	1960	17
	P11	1.00E-05	21058	19742	0.29	4.01	3.64	0.34	0.19	1866	18
	P12	1.00E-05	21416	20305	0.29	4.06	3.6	0.34	0.24	1868	21
130M	M8	0.08	20703	18871	**0.44**	4.08	3.46	0.45	0.33	1829	28
	M11	1.00E-05	18721	17536	0.26	4.06	3.6	0.31	0.24	1588	21
	M12	1.00E-05	18856	17536	0.33	4.10	3.6	0.36	0.26	1600	23

Analyse fractographique : effet de la vitesse de sollicitation sur l'allure de la rupture en vague

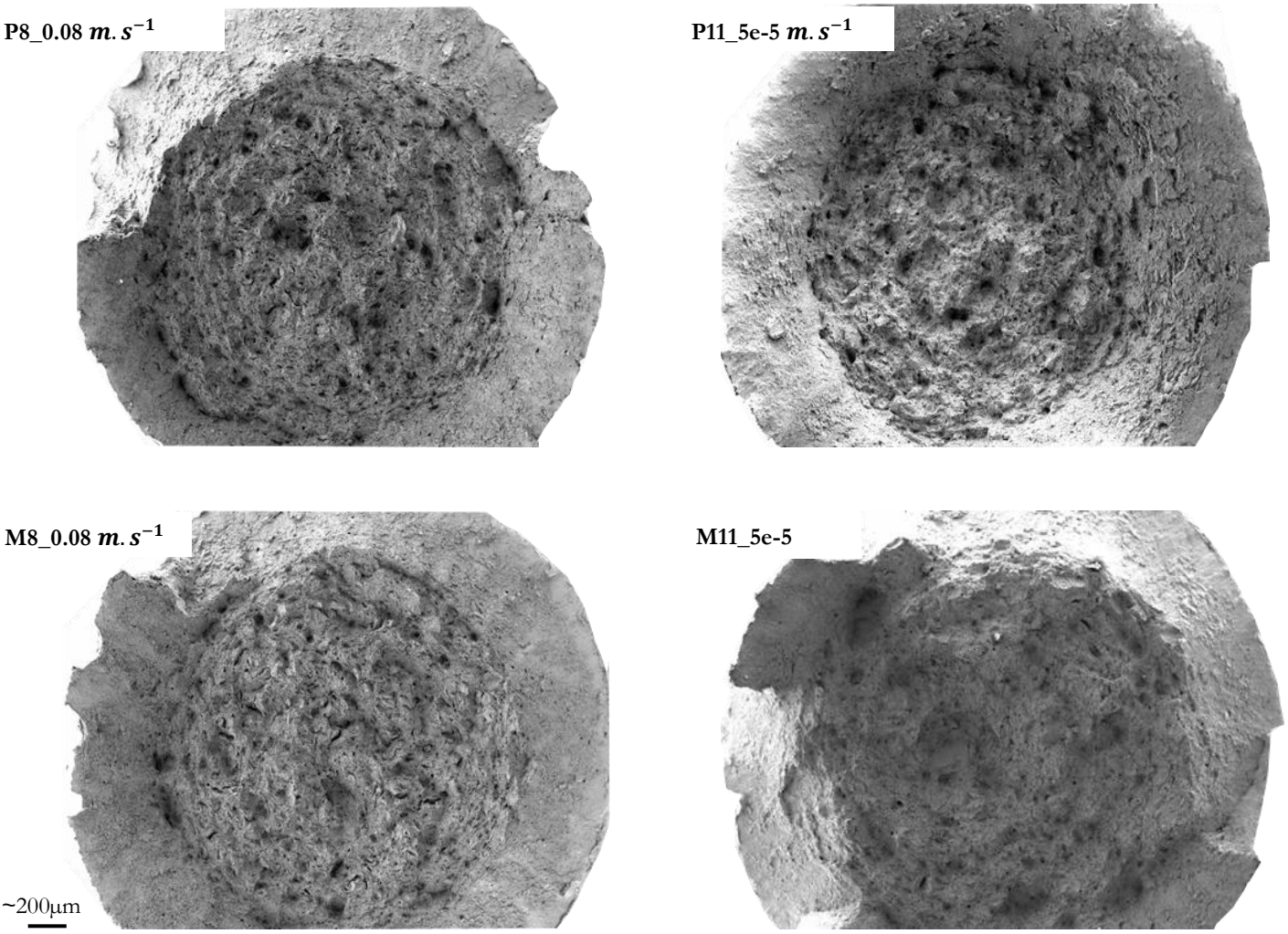


Figure 9 : Vue d'ensemble des faciès de rupture des éprouvettes AE sollicitées à vitesse rapide et en quasistatique.

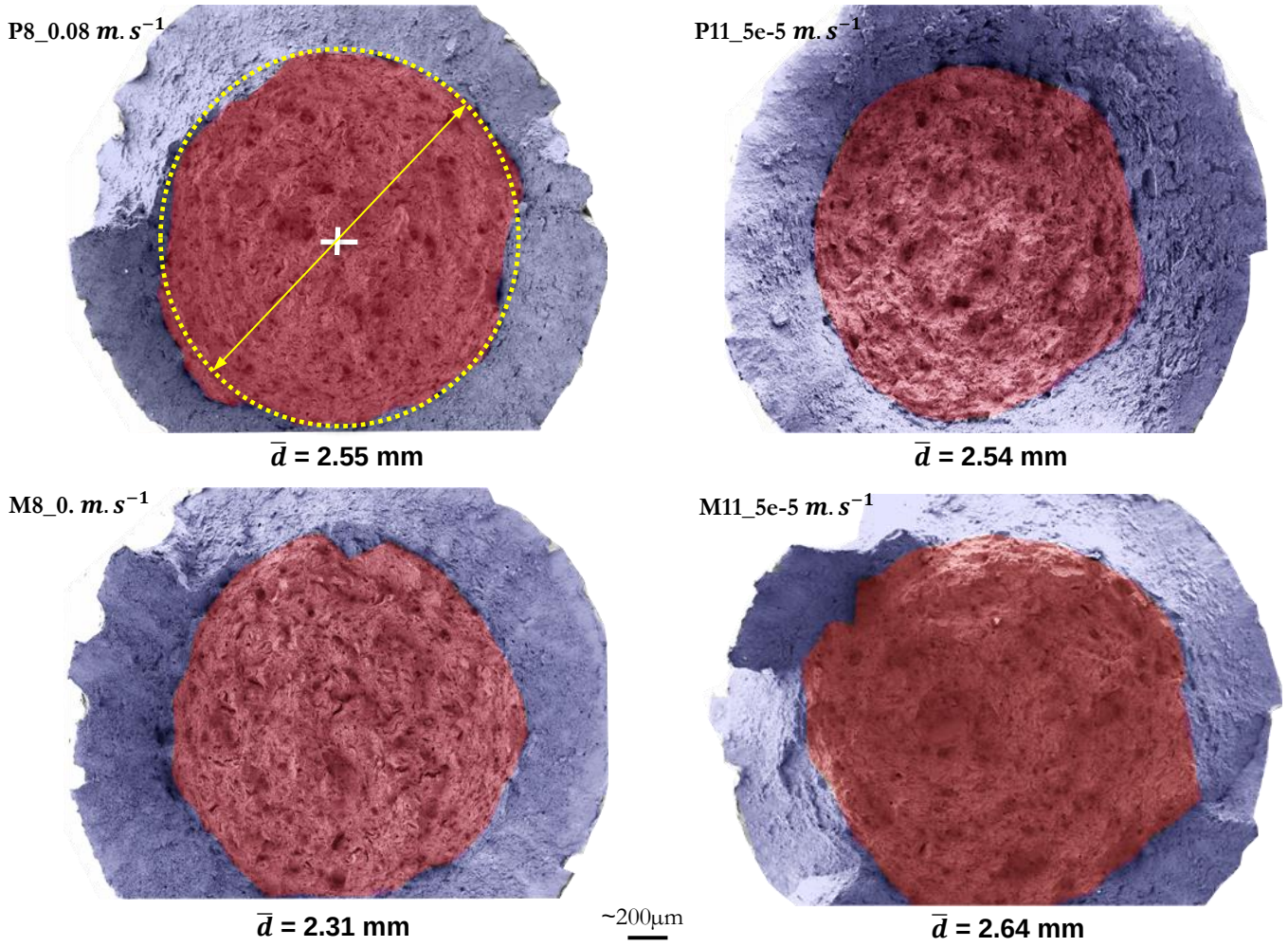


Figure 10 : Vue d'ensemble des faciès de rupture des éprouvettes AE sollicitées à vitesse rapide. Estimation du diamètre effectif de la rupture (zone plate)

- A vitesse rapide, on identifie sur le faciès de la microstructure P des vagues, elles laissent penser à une propagation de la fissure en forme de vagues. Ces dernières sont clairement identifiables par endroits (figure 11).
- Le faciès de la microstructure M quant à lui semble compliqué à l'analyse, avec un profil de propagation de la vague plus tortueux.

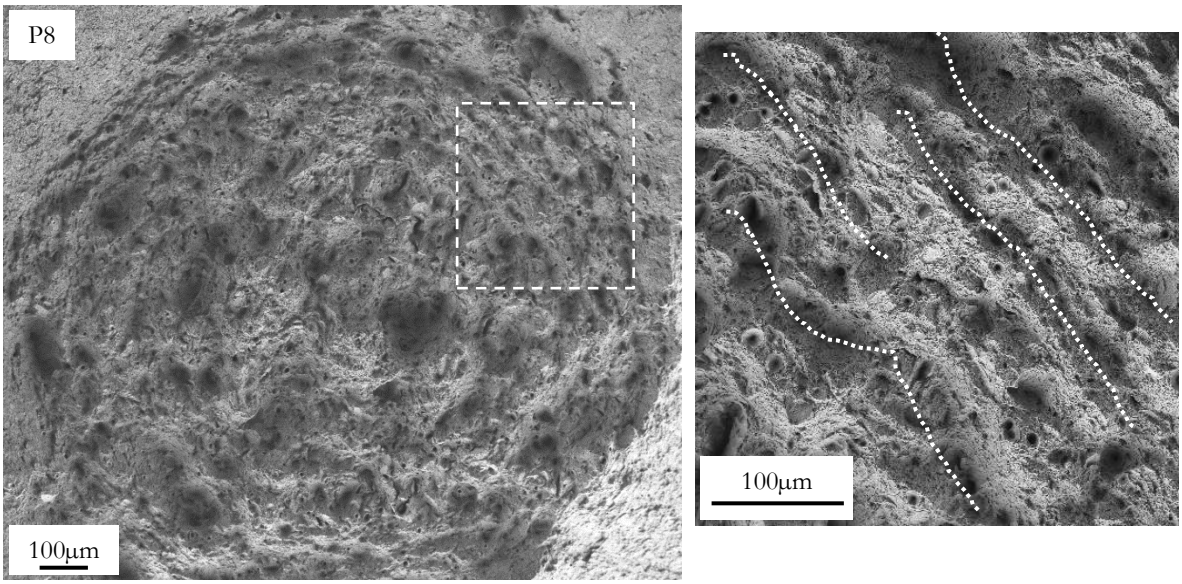


Figure 11 : Identification des vagues sur le faciès de l'éprouvette P8 (vitesse rapide)

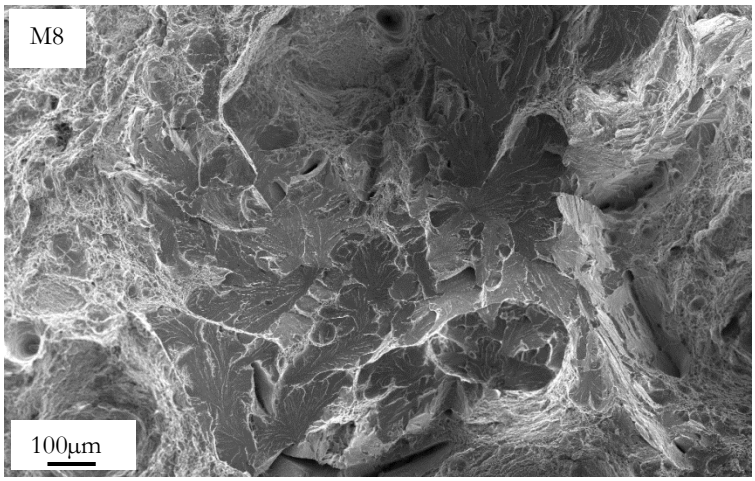
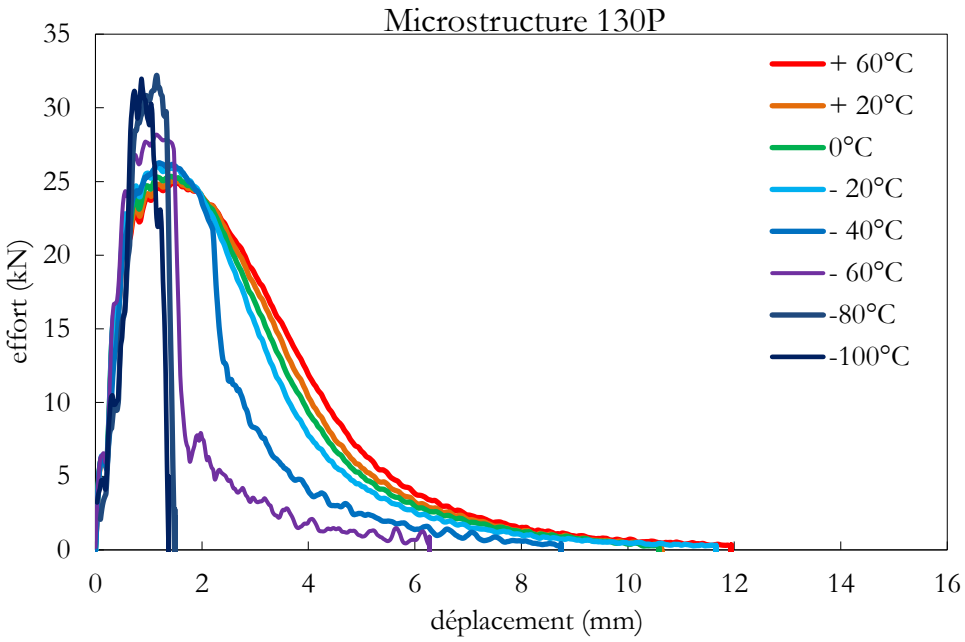


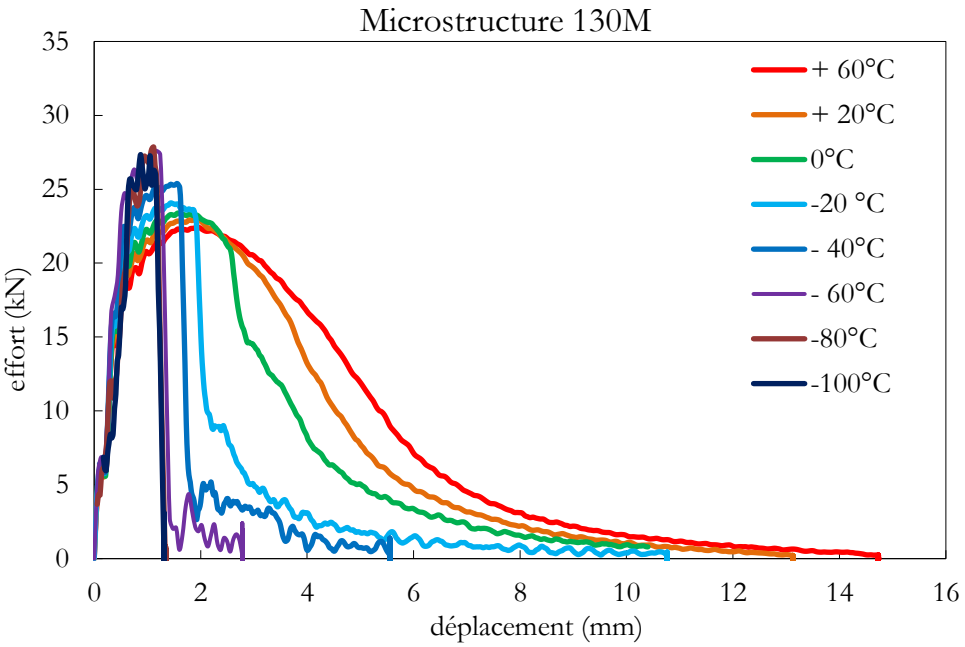
Figure 12 : Identification des facettes de clivage sur le foyer d'amorçage des éprouvettes AE sollicitées à vitesse rapide

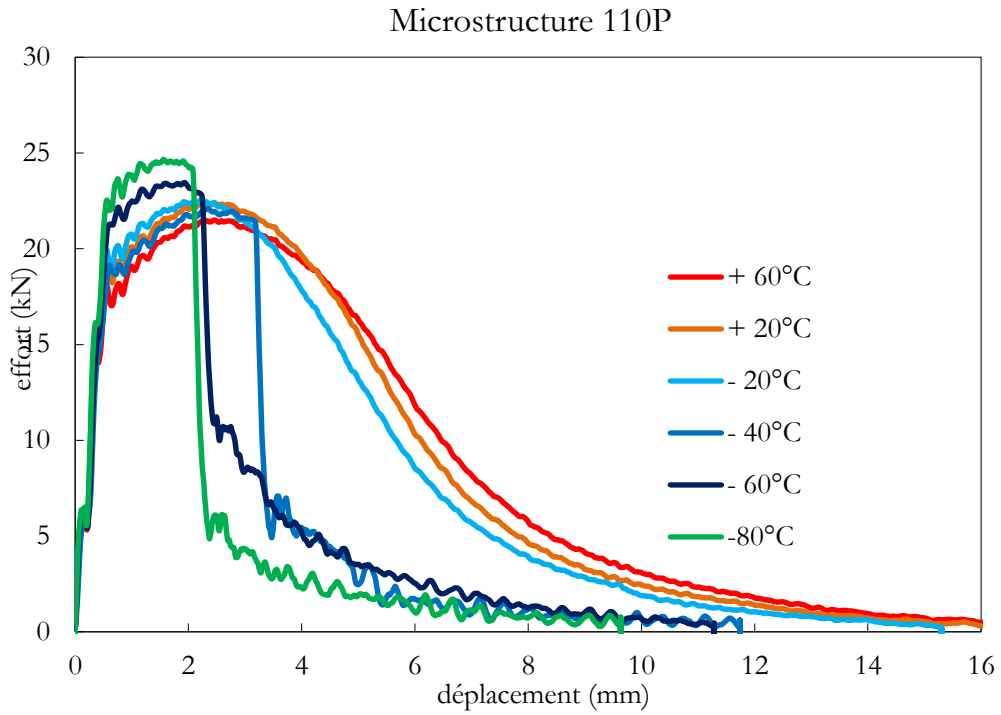
- Des zones probables de propagation de la fissure ductile en suivant des vagues sont identifiées, en revanche elles sont moins marquées en sollicitation quasistatique.

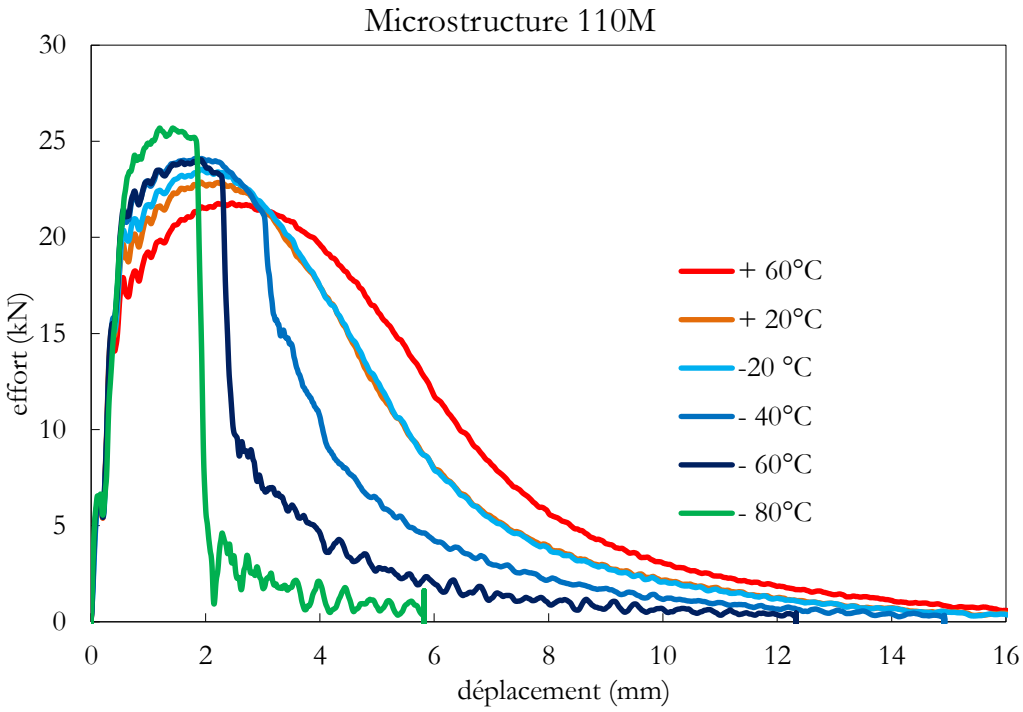
Annexe B :
Courbes Charpy instrumentées

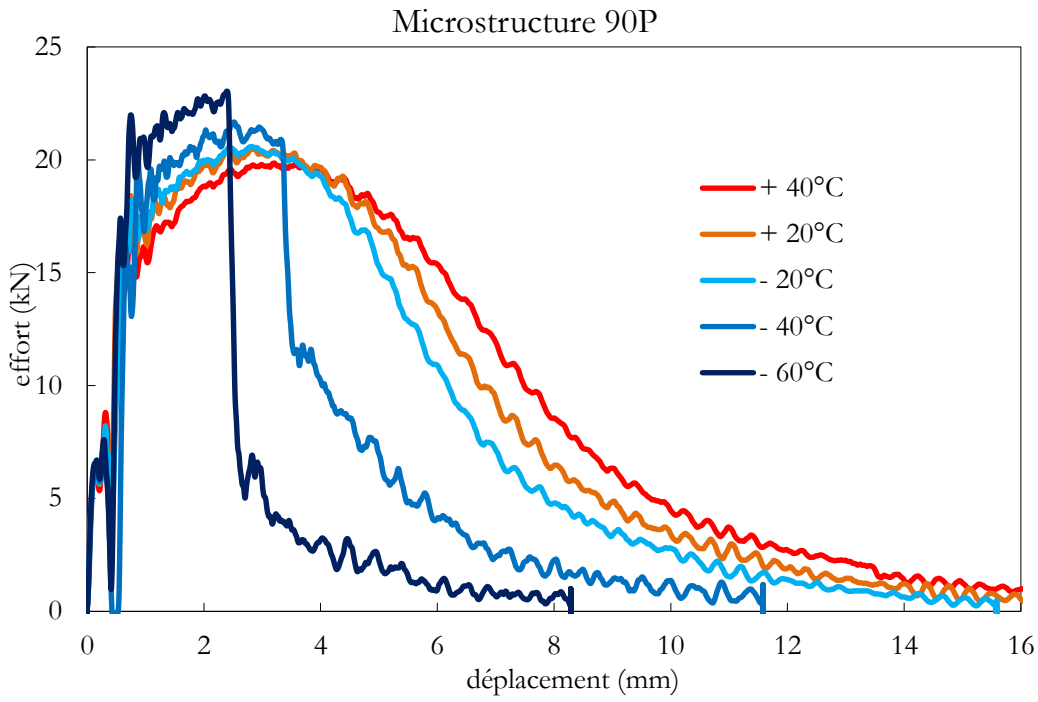
Dans cette annexe on présente les courbes Charpy instrumentées des essais réalisés sur les microstructures des configurations 130ksi, 110ksi et 90ksi. L'ensemble des résultats sont analyses dans le Chapitre IV.

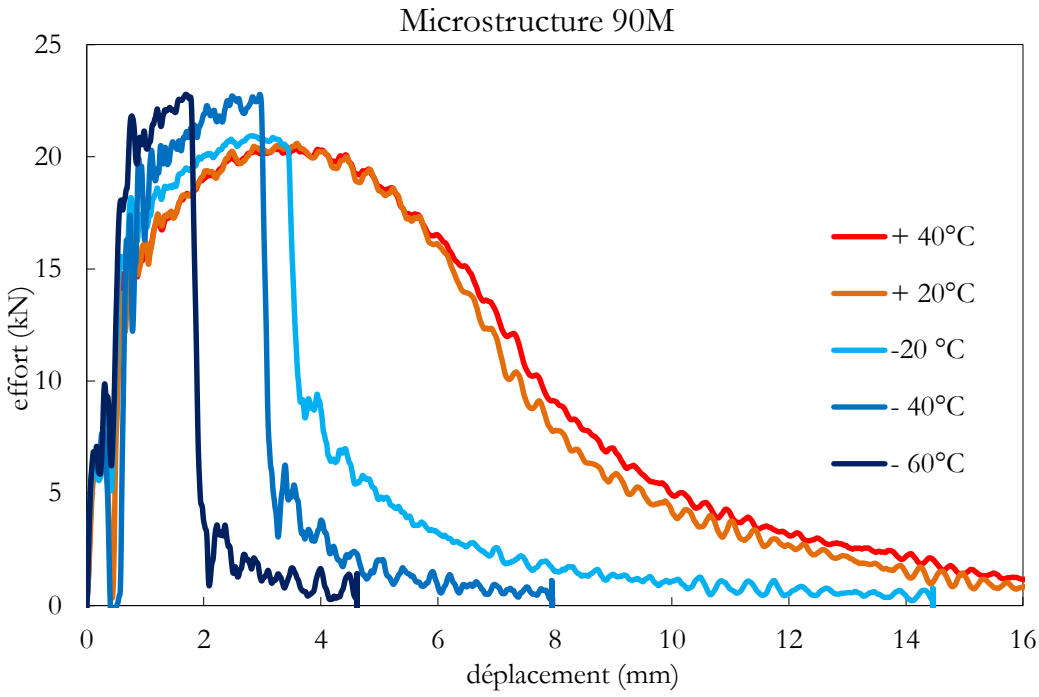





Microstructure 110P
effort (kN)
déplacement (mm)
+ 60°C
+ 20°C
- 20°C
- 40°C
- 60°C
-80°C

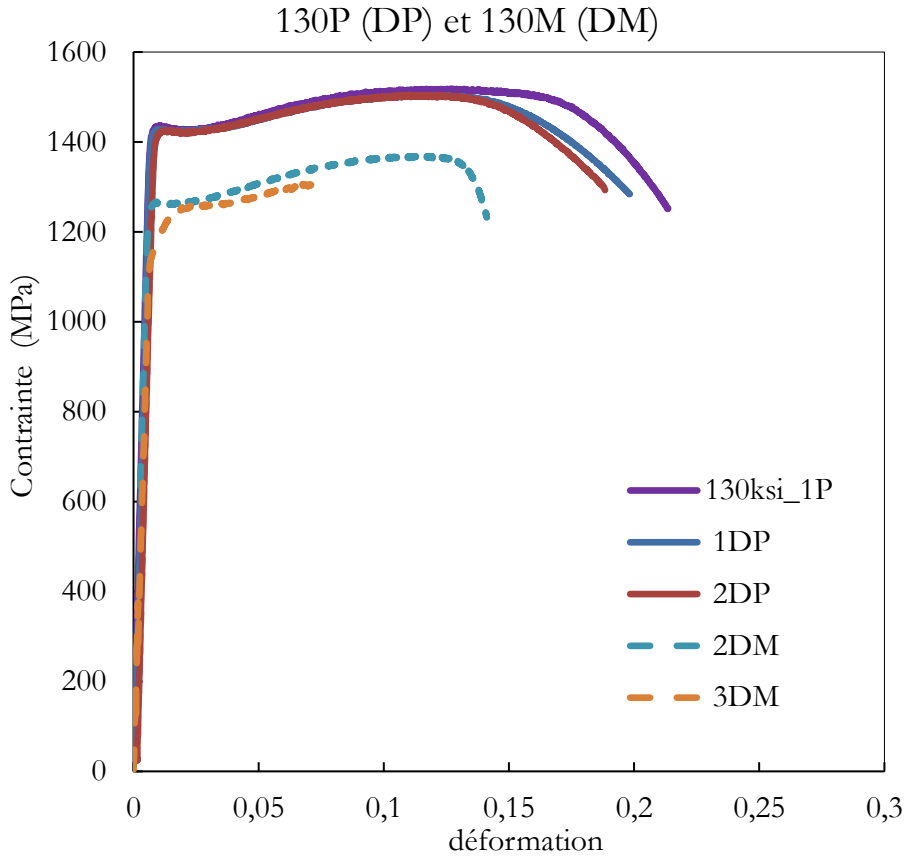

Microstructure 110M
effort (kN)
déplacement (mm)
+ 60°C
+ 20°C
-20 °C
- 40°C
- 60°C
- 80°C


Microstructure 90P
effort (kN)
déplacement (mm)
+ 40°C
+ 20°C
- 20°C
- 40°C
- 60°C
0
5
10
15
20
25
0
2
4
6
8
10
12
14
16


Microstructure 90M
effort (kN)
déplacement (mm)
+ 40°C
+ 20°C
-20 °C
- 40°C
- 60°C
0
5
10
15
20
25
0
2
4
6
8
10
12
14
16

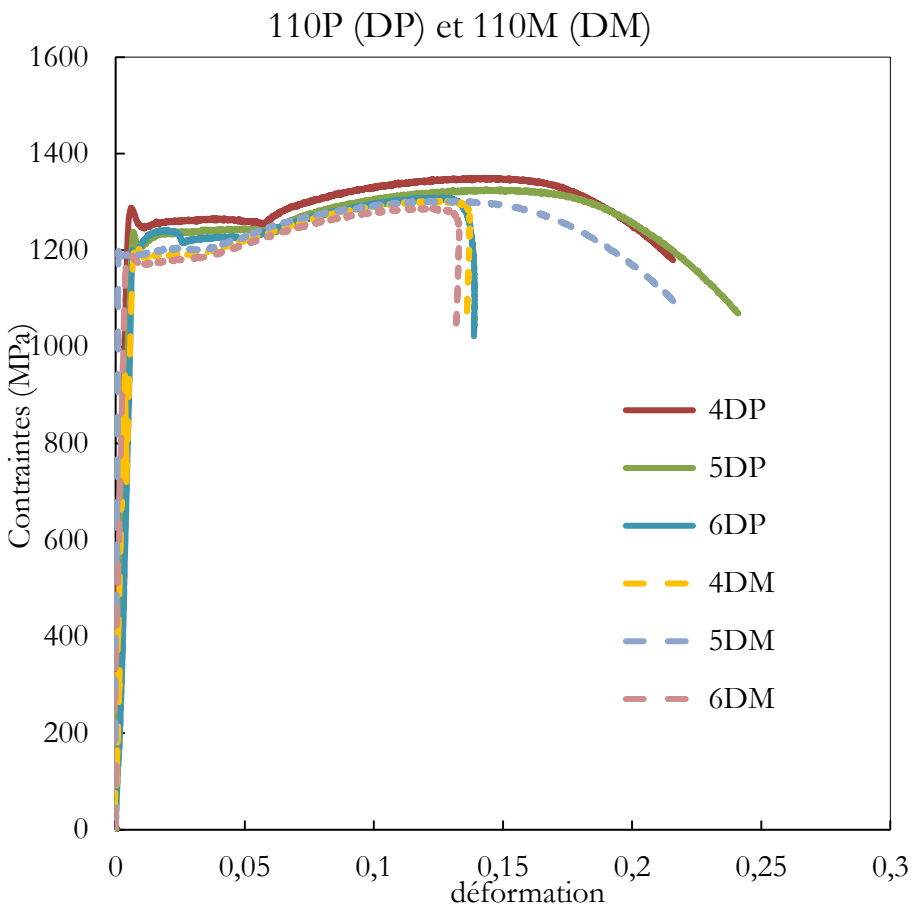
Annexe C :
Courbes de traction sur éprouvette AL_4 à -196°C

Dans cette annexe on présente les courbes force-déplacement des essais de traction simple réalisé à -196°C. L'ensemble des résultats sont analyses dans le Chapitre V.

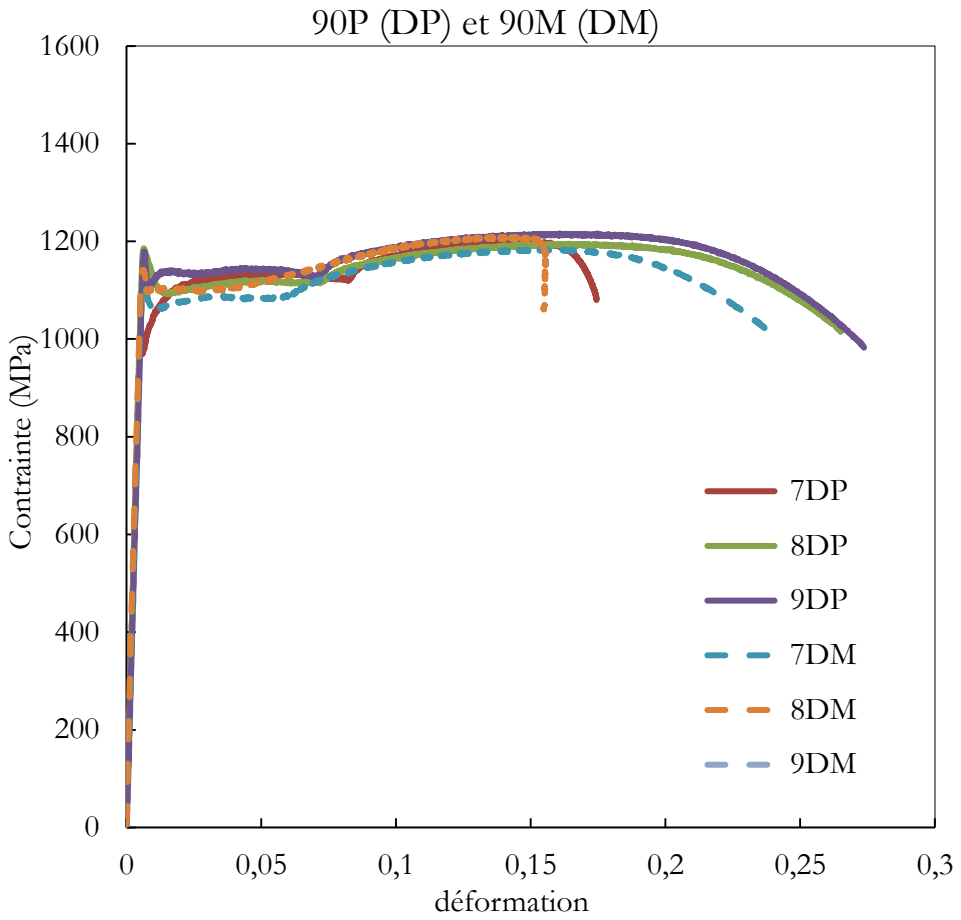


	Ro (MPa)	écart	Rm (MPa)	écart	A (%)	écart	Z (%)	écart
130P	1419	3	1511	8	16	0	37	3
130M	1257	5	1333	38	11	1	34	2

Les écarts sont en MPa.



	Ro (MPa)	écart	Rm (MPa)	écart	A (%)	écart	Z (%)	écart
110P	1237	3	1329	21	18	1	45	5
110M	1171	2	1298	9	18	1	44	2



	Ro (MPa)	écart	Rm (MPa)	écart	A (%)	écart	Z (%)	écart
90P	1131	14	1205	9	21	2	41	5
90M	1088	13	1198	13	20	1	40	3

RÉSUMÉ

Cette thèse s'inscrit dans un projet dans lequel Ascometal souhaite améliorer le développement de nuances d'aciers à haute résistance destinées à la fabrication des pièces de forage *offshore*. Le projet vise notamment la prédiction, au moyen de la microstructure, de la courbe de transition ductile - fragile en résilience. Les objectifs de la thèse sont doubles à savoir : améliorer la compréhension du lien entre microstructure et propriétés à rupture, puis mettre au point un modèle prédictif de la résilience basée sur la microstructure. Nous avons adopté une démarche scientifique en quatre étapes: 1) la construction d'une base de données constituée de six microstructures. Les microstructures ont été caractérisées quantitativement à différentes échelles. 2) La caractérisation du comportement élastoplastique en variant la température d'essai, la vitesse de sollicitation, la direction de prélèvement des échantillons et le revenu. 3) La caractérisation du comportement à rupture au moyen des essais Charpy instrumentés dans une gamme de température allant de -196°C à +60°C. 4) L'établissement des liens quantitatifs entre chacune des microstructures et leurs propriétés à rupture. Dans certains cas, le recours aux outils numériques a été adopté pour accéder aux contraintes locales et les relier aux entités microstructurales.

Les résultats ont permis d'aborder les discussions autour des effets : de la vitesse de sollicitation, du revenu, de la température d'essai et la direction de sollicitation sur le comportement élastoplastique des aciers de microstructure martensite et bainite supérieure. Pour les essais à rupture, l'analyse fractographique a permis d'accéder aux mécanismes de rupture dans les domaines de rupture ductile, de transition et de rupture fragile. Les observations de l'endommagement en post-mortem sur coupe polie ont permis de discuter l'effet du revenu sur l'endommagement ductile des aciers trempés-revenus à haute résistance. Au niveau du plateau ductile, un lien quantitatif est proposé entre la distance intercarbures et l'énergie totale à rupture, il permet d'expliquer l'augmentation de l'énergie à rupture. Au niveau du plateau fragile, l'approche locale de la rupture sur des éprouvettes axisymétriques entaillées est mise à contribution pour déterminer les contraintes critiques de clivage à -196°C. Un lien quantitatif a été établi entre la contrainte critique de clivage à -196°C et la taille des carbures. L'effet de la bainite supérieure sur la contrainte critique de clivage est également abordé. Enfin, un modèle global de la résilience basé sur la microstructure est proposé. Il s'appuie sur la distance intercarbures et la température de transition en cristallinité pour prédire la courbe de transition ductile-fragile des aciers à haute résistance de l'étude. Il semble enfin indispensable d'étendre l'approche proposée sur d'autres nuances de même grade afin de disposer d'une base de données plus large, ce qui devrait rendre le modèle global robuste.

MOTS CLÉS

Aciers à haute résistance, martensite, bainite, transition ductile-fragile, carbures.

ABSTRACT

This thesis is a part of Ascometal project, which aims at guiding the development of new high strength steels used for offshore drilling parts in oil and gas domain. The aim of the project is to predict the ductile-to-brittle transition curve in Charpy impact tests by considering microstructural parameters. The main two objectives of this study are: improving the knowledge of the link between the microstructure and fracture properties and building a microstructurally-based predictive tool for the impact toughness. The chosen scientific approach includes four steps described as follows: 1) building of a database of six microstructures. These microstructures were quantitatively characterized at different scales. 2) The elastic-plastic behavior was studied by varying the test temperature, the strain rate, the sampling direction and the tempering temperature. 3) The fracture behavior was studied by using an instrumented Charpy impact test in a test temperature range of -196°C to +60°C. 4) Establishment of the links between microstructure and fracture properties. Mechanical analysis by the finite element method was used in some cases in order to determine the local stress.

In this work we discuss the effect of strain rate, the test temperature, the sampling direction and the tempering temperature on the elastic-plastic behavior of steels containing martensite and upper bainite. Fractography was used to characterize the fracture mechanism in the ductile region, in the transition and in the brittle domains. The effect of tempering of ductile fracture damage is also discussed. The local approach to fracture is adopted for the purpose of determining the critical cleavage stress at -196°C. A quantitative link is established between the critical fracture stress and the carbide size. The effect of the upper bainite on the cleavage fracture stress is also discussed. Finally, a microstructurally-based global model for impact toughness is proposed in this thesis. The model takes the intercarbide spacing and the fracture appearance transition temperature into account to describe the instrumented Charpy impact curve. Complementary studies have to be made in order to deeply understand the dependence of the fracture appearance temperature on the austenite grain size, the packet size and the upper bainite fraction; they will make the global model for impact toughness more robust.

KEYWORDS

High strength steels, martensite, bainite, ductile-to-brittle transition, carbides.