HAL open science

Ductilité et ténacité des aciers : utilisation de mini-éprouvettes pour caractériser les matériaux

Chiraz Belhadj

To cite this version:

Chiraz Belhadj. Ductilité et ténacité des aciers : utilisation de mini-éprouvettes pour caractériser les matériaux. Mécanique [physics.med-ph]. Université Paris sciences et lettres, 2022. Français. NNT : 2022UPSLM083 . tel-04122118

HAL Id: tel-04122118

https://pastel.hal.science/tel-04122118v1

Submitted on 8 Jun 2023

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 Paris-PSL

Ductilité et ténacité des aciers : utilisation de mini-éprouvettes pour caractériser les matériaux

Soutenue par

Chiraz BELHADJ

Le 21 avril 2022

École doctorale n°621

Ingénierie des Systèmes, Matériaux, Mécanique, Energétique

Spécialité

Mécanique

Composition du jury :

Elhem GHORBEL Professeur des universités, Université de Cergy-Pontoise	*Rapporteur*
Mohamed HABOUSSI Professeur des universités,Université Paris 13 Nord	*Président et rapporteur*
Tom PETIT Dr. Ingénieur de recherche, CEA Université Paris Saclay	*Examinateur*
Adrien VAN GORP Maître de conférence, Arts et Métiers Lille	*Examinateur*
Jacques BESSON Directeur de recherche CNRS, Mines Paris, université PSL	*Co-directeur*
Yazid MADI HDR, Mines Paris, université PSL	*Directeur de thèse*

MINES PARIS | PSL

Table des matières

Introduction générale **7**

1 État de l'art **12**
1.1 Tests sur mini–éprouvettes 13
1.1.1 Éprouvettes de traction 13
1.1.2 Éprouvettes de résilience 15
1.1.3 Éprouvettes de fissuration 19
1.1.4 Small punch test 21
1.2 Introduction à la mécanique de la rupture 25
1.2.1 Mécanique linéaire de la rupture 26
1.2.2 Mécanique non linéaire de la rupture 29
1.3 Réalisation d'un essai de fissuration selon la norme ASTM E1820 32
1.3.1 Préparation des essais 35
1.3.2 Réalisation d'un essai de ténacité sur des éprouvettes standards 36
1.3.3 Exploitation d'un essai de ténacité sur des éprouvettes standards : mécanique linéaire de la rupture 36
1.3.4 Relation entre longueur de fissure et souplesse de l'éprouvette 38
1.3.5 Exploitation d'un essai de ténacité sur des éprouvettes standards : mécanique non–linéaire de la rupture *sans* avancée ductile 38
1.3.6 Exploitation d'un essai de ténacité sur des éprouvettes standards : Mécanique non–linéaire de la rupture *avec* avancée ductile 41
1.3.7 Corrections de rotation 42
1.3.8 Validité des essais 46
1.4 Conclusion 47

2 Matériaux de l'étude : caractérisation microstructurale **48**
2.1 Introduction 49
2.2 Fabrication des gazoducs 49
2.3 Analyse chimique et microstructurale 51
2.3.1 Composition chimique 51
2.3.2 Observation microscopique 52
2.3.3 Analyse inclusionnaire 56
2.4 Micro-dureté 58
2.5 Conclusion 60

3 Caractérisation mécanique de l'acier X52 : essais standards **61**
3.1 La méthode–R 63
3.2 Essais sur des éprouvettes ST et SST 64
3.3 Essais sur des éprouvettes entaillées 67

3.4 Striction à la rupture . . . 70
3.5 Fractographies des éprouvettes lisses et entaillées . . . 70
3.6 Essais sur des éprouvettes fissurées . . . 74
3.6.1 Essais sur CT . . . 74
3.6.2 Essais sur SENT . . . 77
3.7 Essais sur des éprouvettes Charpy . . . 82
3.8 Conclusion . . . 86

4 Formulaires pour le dépouillement des mini–éprouvettes 87
4.1 Approche numérique pour déterminer les différentes fonctions . . . 89
4.2 Calcul de $P_a(u)$, $f_K(a/W)$ et du facteur η_{pl} pour les mDCT . . . 90
4.3 Calcul de $P_a(u)$, $f_K(a/W)$ et du facteur η_{pl} pour les mSENT . . . 99
4.4 Conclusion . . . 106

5 Caractérisation mécanique de l'acier X52 : essais sur mini-éprouvettes 107
5.1 Essais sur des mini-éprouvettes de traction . . . 108
5.1.1 Métrologie des éprouvettes . . . 108
5.1.2 Protocole expérimental . . . 109
5.1.3 Résultats . . . 111
5.1.4 Fractographie des éprouvettes lisses et entaillées . . . 113
5.2 Essais sur des éprouvettes ST et NT à échelle intermédiaire . . . 115
5.2.1 Résultats . . . 117
5.2.2 Fractographies des éprouvettes lisses et entaillées . . . 119
5.3 Essais sur des éprouvettes fissurées : mini-DCT . . . 120
5.3.1 Préparation des éprouvettes . . . 120
5.3.2 Résultats . . . 122
5.4 Essais de résilience sur des mini-Charpy . . . 123
5.4.1 Mini-Charpy d'épaisseur 3 mm . . . 123
5.4.2 Mini-Charpy d'épaisseur 2 mm . . . 125
5.5 Conclusion . . . 127

6 Caractérisation mécanique de l'acier X52 en Tomographie 128
6.1 Préparation de l'essai . . . 130
6.1.1 Traitement des données lors de reconstruction des volumes . . . 131
6.2 Exploitation des données sur éprouvettes non fissurées mNT . . . 133
6.2.1 Suivi de contours . . . 134
6.2.2 Étude de l'endommagement . . . 139
6.3 Essais In-situ sur mini–éprouvettes SENT (mSENT) . . . 144
6.3.1 Métrologie initiale des éprouvettes . . . 145
6.3.2 Analyses des mécanismes de rupture pour différents états caractéristiques 147
6.3.3 Mesures de grandeurs locales caractéristiques . . . 151
6.3.4 Résistance à la propagation de fissures . . . 153
6.3.5 Conclusion . . . 155

7 Modélisation du comportement élastoplastique 156
7.1 Critères de plasticité . . . 157
7.1.1 Critère isotrope de von Mises . . . 157
7.1.2 Critère isotrope de Tresca . . . 157
7.1.3 Critères isotropes de Hosford et «Upper Bound» . . . 158
7.1.4 Critère anisotrope de Hill . . . 158

7.1.5 Critère anisotrope de Bron 158
7.1.6 Écoulement plastique et variable d'écrouissage 159
7.2 Optimisation de la loi de comportement élasto-plastique 160
7.3 Conclusion 167

Conclusion et perspectives **168**

A Méthode de la complaisance appliquée aux mini–éprouvettes SENT (mSENT) **182**
A.1 Pré-fissuration des éprouvettes 182
A.2 Réalisation des essais de complaisance à l'aide de la machine Bulky 185
A.2.1 Protocole expérimental 185
A.2.2 Premiers résultats 186

B Plans des éprouvettes standards **190**

C Résultats sur ST **193**

D Plans des éprouvettes intermédiaires **195**

E Plans des mini-éprouvettes **198**

F Plans des éprouvettes de fissuration **201**

G Fractographies des éprouvettes testées **206**

H Étude des contraintes résiduelles d'usinage dans les mini–éprouvettes de traction **210**

Remerciements

Avant toute chose, j'aimerais profondément remercier GRTgaz et plus précisément Clément et Magali pour avoir permis à cette thèse d'exister. Votre intuition et votre croyance en la capacité des mini–éprouvettes à caractériser les structures ont permis à ce projet de poser la première brique d'une thématique beaucoup plus complexe.

Je tiens à remercier Mme Anne-Françoise Gourgues-Lorenzon pour son aide et ses conseils pendant ces trois ans. En tant que femme qui a poursuivi une carrière scientifique et depuis mon jeune âge, j'avais toujours le modèle de Mme Curie en tête. Cependant, pendant ces trois ans passés j'ai fait la connaissance de cette dame exceptionnelle que ce soit à l'échelle scientifique ou humaine. Malgré que nos domaines soient différents et que je n'ai pas été sous sa supervision, elle a toujours été là pour moi, à me guider et à me soutenir. Je vous remercie infiniment Anne-Françoise.

J'aimerais ensuite remercier tous les membres du jury ayant pris part à l'évaluation de cette thèse : tout d'abord Elhem Ghorbel et Mohamed Haboussi, pour m'avoir fait l'honneur de rapporter ce mémoire. Merci pour vos retours instructifs ainsi que pour les discussions intéressantes lors de la soutenance. Merci aussi à Tom Petit, pour les remarques détaillées et la révision sans faille de mon manuscrit. Et à Monsieur Van Gorp je dit merci pour l'échange assez technique et profond lors de la soutenance.

L'histoire d'une thèse c'est comme l'histoire d'une vie. On le fait parce qu'on est passionné et on persévère face aux problèmes de tous types parce qu'on est bien entouré. Ça peut être le grand hasard ou le karma (pour ceux qui le préfèrent) mais moi j'étais très bien entourée. Je vous parle de Catherine, le petit rayon de soleil qui brille même dans les jours les plus nuageux de l'année. Elle nous salue un par un et elle se rappelle de tous nos prénoms. Je vous parle d'Abdennour l'ingénieur qui ne connaît pas les problèmes. Pour lui, il n'y a que des solutions. Régis, les paires de mains de plus pour tous les thésards, comme moi, qui lance deux essais sur deux machines différentes en même temps. Et puis on a Stéphanie, qui est toujours là pour nous rappeler les bonnes manières pour réussir ses acquisitions d'images et pour nous apprendre plus d'astuces à chaque fois. C'est les gens de notre fameux bocal d'essais mécaniques que je remercie infiniment. Je passe maintenant dans la salle métallo où une alarme se déclenche dans le bureau de Kevin à chaque fois j'y vais (j'exagère, mais vous voyez l'idée). Alors après avoir refais quatre fois la formation chimie (j'ai peur de manipuler les acides, il ne faut pas une grande erreur pour asphyxier tout monde) et après toutes les fois où je l'ai appelé parce que la polisseuse automatique ne marche pas alors que je ne l'ai pas lancée (il faut avouer, il y a beaucoup de boutons sur ce truc) j'ai appris à apprécier ces activités. Mais surtout, je sais que je dois la réussite de la partie micro-structure à l'équipe μMAX. De cette équipe je vous parle aussi de Fabrice (le chef), Lynh-Thy, Antoine et Maria. Les chimistes/métallurgistes les plus patients avec les mécaniciens. Je vous remercie tous, vous êtes les meilleurs.

Une grande partie de ma réussite, je la dois aux fabricants de l'atelier d'usinage. Dans un premier temps je souhaite remercier René pour son soutien et les magnifiques échanges que j'ai eu avec lui. Fred, je te remercie pour tes gâteaux et pour ton encouragement même quand je rate mes cookies (et quand je rate un essai et que je demande des rectifications). À Vasco, merci pour le soin que tu as apporté à mes éprouvettes. Je vous remercie tous pour les moments conviviaux qu'on a passés ensembles, vous étiez le plus grand soutien pour moi.

Pendant ces trois ans, j'ai su tisser des relations qui vont au delà de la camaraderie. Ces gens, pour moi, sont des vrais ami(e)s. Dr. Marchand, Dr. Lacourt, Dr. Borrossi, Dr. Milani, Dr. Garcin, Dr. Launay, Dr. El-Ouazani Tuhami, Dr. Lacoste, Dr. Fosse, ces trois ans étaient une très belle aventure grâce à vous. Je vous remercie infiniment.

Je garde la dernière partie de ce remerciement qui fut long à ma famille. Je remercie mes parents, mes frères et ma sœur qui m'ont encouragé à partir explorer le monde. Je remercie aussi Alex et Seb mes frères que le destin m'a offert. Un énorme merci aussi à Karima, Firas, Feryel et Daousser la famille qui m'ont accueilli à bras ouverts. Et finalement, je souhaite remercier mon amour et mon meilleur ami Thomas pour son aide précieuse dans la relecture de mon mémoire ainsi que son soutien sans faille, particulièrement les derniers mois avant la soutenance. Il était la lumière qui illumine le tunnel.

Introduction générale

Long de plus de 32 000 km sur le territoire métropolitain (voir figure 1), le réseau de transport de gaz naturel opéré par GRTgaz est composé de plusieurs centaines de milliers de tronçons de tubes métalliques, dont les propriétés sont hétérogènes en termes de diamètres, épaisseurs et nuances d'acier, et dont les valeurs dépendent à la fois des besoins opérationnels (e.g. boucles régionales versus artères nationales, coefficients de sécurité) et de l'année de pose de la canalisation. En effet, l'évolution des propriétés mécaniques des nuances d'acier pour pipelines depuis les années 1950 a permis de réduire l'épaisseur de paroi minimale nécessaire pour contenir la pression interne. La formule du chaudronnier reliant diamètre (D), épaisseur (ep), pression interne (p) et contrainte mécanique circonférentielle ($\sigma_{\theta\theta}$) (voir équation 1) permet d'apprécier l'interaction entre ces grandeurs :

$$\sigma_{\theta\theta} = \frac{p \cdot D}{2 \cdot ep} \tag{1}$$

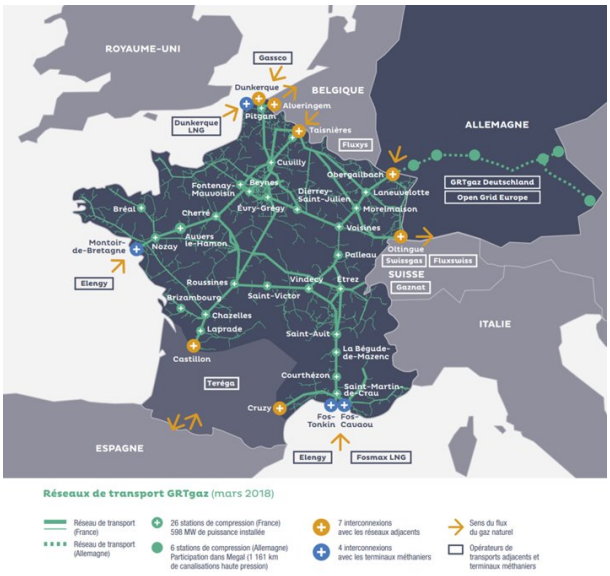


FIGURE 1 – Réseau de transport de gaz opéré par GRTgaz.

L'un des enjeux principaux pour GRTgaz est de garantir une opération en toute sécurité de son réseau. Ainsi 80% des investissements réalisés en 2020, soit 330 M€, ont été consacrés à la maintenance des installations. Parmi ces investissements, les activités opérationnelles directement liées à l'intégrité du réseau regroupent notamment :

- Les opérations d'inspection par l'interne grâce à l'utilisation de pistons instrumentés. On parle d'In-Line Inspection (ILI) ;
- Les campagnes de localisation de défauts de type corrosion grâce aux Mesures Électriques de Surface (MES) ;
- Les opérations de caractérisation en fouille basées sur les relevées ILI, les MES ou tout autre indications ;
- L'analyse d'acceptabilité des anomalies détectées en se basant sur des critères d'analyses basiques (niveau 1), intermédiaires (niveau 2) ou avancés (niveau 3) ;
- La réparation des défauts non acceptables en l'état.

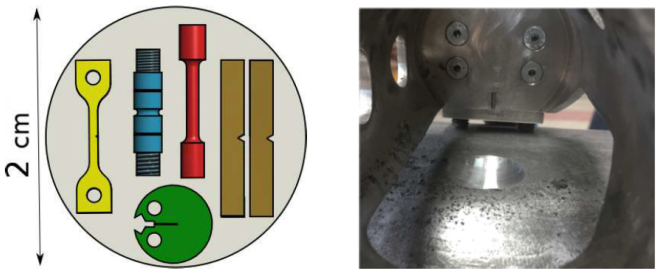
Les trois niveaux d'analyse disponibles pour évaluer l'intégrité d'un tube contenant des défauts reposent sur des critères dont la complexité varie :

— Le niveau 1 est le niveau le plus simple à mettre en œuvre et nécessite peu de données. La contrepartie est que ces critères sont volontairement trop conservatifs. De ce fait, ils sont généralement utilisés en première intention directement en fouille par les équipes opérationnelles ;
— Le niveau 2 est le niveau intermédiaire. Il fait intervenir des critères d'analyse nécessitant une description géométrique plus complète des défauts à analyser et une meilleure connaissance des propriétés matériaux ;
— Le niveau 3 est le niveau « expert ». Il intervient lorsque les niveaux 1 et 2 ne permettent pas l'acceptation en l'état d'un défaut. Les méthodologies d'analyse reposent généralement sur la modélisation par éléments finis, ou l'utilisation de standards ou codes plus complexes.

Lorsqu'un défaut ne peut être accepté en l'état, il est nécessaire d'intervenir sur le réseau pour renforcer localement la canalisation. Différentes techniques existent, telles que les manchons de compression métalliques ou composites. Dans les pires cas, les défauts sont déclarés non réparables et la zone défectueuse doit être extraite, on parle alors de coupe, puis remplacée par une manchette saine. Ces opérations sont particulièrement coûteuses pour l'opérateur et extrêmement contraignantes car elles nécessitent l'interruption du transit de gaz. Lorsque l'interruption n'est pas possible (présence d'un client sensible sur l'artère par exemple), la réalisation d'une dérivation est nécessaire.

Le centre de Recherche de GRTgaz, le Research & Innovation Center for Energy (RICE) consacre alors des efforts importants à :
— améliorer les critères existants, c'est-à-dire diminuer leur conservatisme tout en garantissant la sécurité,
— mettre à disposition des opérationnels des méthodologies permettant une meilleure connaissance des propriétés des matériaux présents sur les installations.

Cette thèse est consacrée au développement d'une méthodologie innovante pour la mesure des propriétés mécaniques en traction et en ténacité des aciers de gazoducs. Cette étude s'insère dans le cadre de la chaire industrielle Messiah [1]. L'objectif de la thèse est de déterminer une procédure expérimentale de laboratoire ne nécessitant qu'un volume limité de matière, ce dernier pouvant idéalement être extrait d'un tube en service par électro-érosion ou usinage comme illustré sur la figure 2 [2].



(1) (2)

FIGURE 2 – (1) Illustration d'un coupon et prélèvement des éprouvettes dans ce dernier, (2) prélèvement d'un coupon sur une canalisation.

1. Mini-éprouvettes pour le Suivi en Service des Structures avec Application au transport d'Hydrogène (Messiah)
2. la méthodologie d'extraction des coupons de la structure en service n'est pas traitée dans le cadre de cette étude

Si des outils existent pour la mesure des propriétés mécaniques en traction (E, $R_{p0.2}$, R_m), la caractérisation des propriétés de la mécanique de la rupture sur petits prélèvements est infiniment plus complexe. En effet, le prélèvement et la préparation des éprouvettes représentent des étapes complexes et non encadrées par des normes. Au contraire, les dimensions de ces éprouvettes ne le rendent pas conformes, au sens des normes existantes. Leur interprétation n'est alors pas simple, et la transférabilité des valeurs mesurées sur les éprouvettes de petites dimensions vers des éprouvettes de tailles standards ne peut être garantie. Ces aspects seront discutés dans le **premier chapitre** de ce manuscrit, dédié à l'état de l'art.

Les travaux de recherche présentés ici ont donc pour objectifs principaux de :
— déterminer les géométries d'essais compatibles avec l'application visée,
— développer la méthodologie d'essais,
— définir la méthodologie pour l'interprétation des résultats.

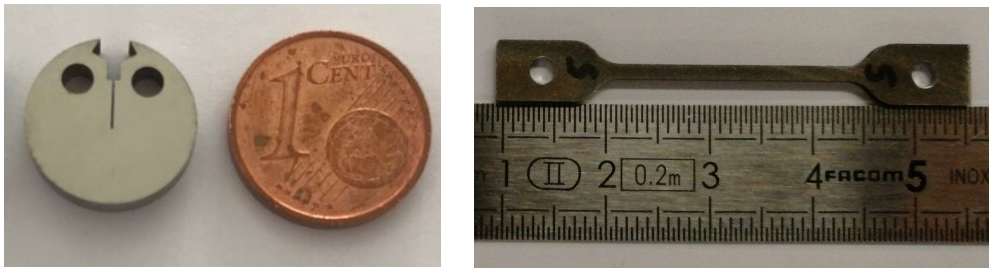
Ces travaux s'appuieront sur un matériau représentatif du réseau de transport de gaz et fourni par GRTgaz. Il s'agit d'un acier ferrito-perlitique de nuance X52 selon la classification de l'API-5L [1].

Le **second chapitre** sera consacré à l'étude microstructurale du matériau X52. Cette étape est structurante pour la suite de l'étude, car une bonne appréciation de la microstructure de l'acier favorisera la bonne interprétation de phénomènes mécaniques macroscopiques qui seront observés lors de la campagne expérimentale. Notamment, la conjonction de la composition chimique et du procédé de mise en forme du tube par laminage permettra d'expliquer la présence de précipités et d'inclusions à l'origine d'une anisotropie de comportement mécanique à la rupture. Une analyse chimique sera réalisée puis suivie d'une étude inclusionnaire. Par ailleurs, la réduction de la taille des éprouvettes est réalisable jusqu'à l'atteinte d'un seuil à partir duquel le nombre de grains présents dans la zone utile devient limitant. Pour évaluer cette problématique, une analyse EBSD (Diffraction d'électrons rétrodiffusés) présentera la distribution de la taille des grains ainsi que la présence d'une éventuelle texture. On finira le chapitre par une étude de la micro-dureté dans l'épaisseur du pipeline afin d'investiguer le gradient de propriétés mécaniques.

Dans le **troisième chapitre**, on présentera une caractérisation mécanique de l'acier étudié. Un système de caméras utilisé pour le suivi de la réduction des diamètres selon deux directions perpendiculaires dans le plan normal à la direction de chargement autorisera l'évaluation de l'anisotropie de déformation dans les trois directions principales du pipe (sens de laminage L, sens travers long T et direction de l'épaisseur S). De plus, l'influence du taux de triaxialité sur la ductilité du matériau sera évaluée grâce à des éprouvettes de traction entaillées. Les résultats sur les gradients des propriétés mécaniques dans l'épaisseur seront confirmés avec des éprouvettes en pleine épaisseur en comparaison à des éprouvettes prélevées à cœur. Dans ce chapitre, on trouvera également une description détaillée des essais conduits sur des éprouvettes de fissuration type CT (Compact Tension) et SENT (Single Edge Notched Tension) standards et le travail d'interprétation permettant de construire les courbes (J–Δa). Un dernier paragraphe présentera des résultats d'essais sur des éprouvettes Charpy standards instrumentées.

Dans le **quatrième chapitre**, le dépouillement des mini–éprouvettes de fissuration sera discuté. Il s'agit d'une des problématiques principales de cette étude. En effet, du fait de leurs dimensions, les mini–éprouvettes (figure 3) ne peuvent pas être équipées d'un extensomètre classique pour la mesure de l'avancée de la fissure à sa position conventionnelle. Pour contourner ce problème, des formulaires de dépouillement seront développés. Des simulations numériques seront présentées afin d'établir les expressions nécessaires pour le dépouillement

de ces essais hors normes.



(a) (b)

FIGURE 3 – Présentation des mini–éprouvettes ; (a) mDCT, (b) mSENT

Une caractérisation mécanique sur mini–éprouvettes sera présentée dans le **cinquième chapitre**. Une procédure identique à celle utilisée pour les éprouvettes standards sera employée pour les éprouvettes miniaturisées. Cependant, un montage spécifique ainsi qu'un programme de pilotage adéquat ont été développés pour la préfissuration de ces mini–éprouvettes, et un dispositif dédié aux essais de ténacité a été conçu. Ce dernier comprend en particulier un système d'extensomètrie ainsi que des caméras de corrélation d'images. Une comparaison entre les mini-DCT (disk compact tension) et les CT (compact tension) standards sera présentée. Enfin, les résultats d'essais sur éprouvettes mini–Charpy seront présentés.

Dans le **sixième chapitre**, des essais *in situ* conduits en tomographie aux rayons X seront présentés. Dans un premier temps, on parlera des essais sur éprouvettes de traction simples et entaillées. On détaillera le protocole de suivi de contours et l'étude de l'endommagement. Puis une démarche exhaustive sur la méthodologie d'essai sur les mini–éprouvettes SENT (mSENT) sera introduite. On présentera une analyse des mécanismes de rupture de ces dernières ainsi que la démarche suivie pour extraire des grandeurs locales caractéristiques (notamment l'ouverture de la fissure (CMOD) sur le bord de l'éprouvette et l'avancée de fissure a). Cette étude permettra de comprendre les mécanismes mis en jeu dans les éprouvettes mSENT afin de pouvoir établir un protocole expérimental s'affranchissant de la tomographie.

Le **septième chapitre** conclura la caractérisation du matériau de l'étude avec l'identification d'une loi de comportement élastoplastique prenant en compte toutes les caractéristiques observées au cours de la campagne expérimentale. En particulier, la formulation retenue pour la loi et le critère choisi permettent de rendre compte de l'anisotropie de comportement mesurée lors des essais. Ce résultat est particulièrement intéressant et important pour l'industriel, car il permettra de simuler par les éléments finis le comportement de structures sous chargements complexes, et de prédire les scénarios de défaillance.

Chapitre 1

État de l’art

La production de l'énergie, son transport et sa transformation sont des aspects fondamentaux de notre civilisation. Les structures industrielles installées pour ce fait sont dimensionnées pour une durée de vie de plus que 25 ans. La compréhension de l'évolution des matériaux de ces dernières est primordiale pour assurer la sécurité et la fiabilité de ces installations. Afin de pouvoir surveiller ces structures tout au long de leur durée de vie, un programme basé sur l'utilisation des mini–éprouvettes sera proposé à la fin de ces travaux de thèse. Dans ce chapitre, on présentera les différentes éprouvettes miniaturisées et leurs applications. En outre, on présentera d'une façon non exhaustive les différents résultats basés sur les mini–éprouvettes. Puis, les bases de la mécanique de la rupture seront détaillées. On décrira ensuite la norme ASTM E1820. Cette norme, basée sur la mécanique de la rupture, présente un ensemble de préconisations pour la réalisation d'un essai de ténacité valide. On détaillera aussi la méthodologie de dépouillement pour les éprouvettes standards et les mini–éprouvettes.

1.1 Tests sur mini–éprouvettes

La caractérisation mécanique d'une structure peut être faite en terme de son comportement plastique, sa ténacité ou encore sa résilience. Pour chacun de ces aspects, il existe différents types d'éprouvettes : des éprouvettes de traction simples ou entaillées, cylindriques ou à section carrée.

1.1.1 Éprouvettes de traction

Des mini–éprouvettes de traction (épaisseur : 0.5 mm, largeur : 2 mm, longueur de la zone utile : 9 mm) ont été employées pour l'étude de la plasticité de matériaux à différentes positions dans des structures à forte hétérogénéité comme pour les revêtements par Motarjemi *et al.* [2] (voir figure 1.1) ou encore pour les soudages par Scheider *et al.* [3]. Cette dernière application est importante parce qu'elle nécessite plusieurs éprouvettes prélevées dans la zone de soudage afin de pouvoir caractériser le gradient de propriété mécanique. Pour cette application, les mini–éprouvettes sont donc particulièrement bien adaptées. Cette technique est aussi utilisée pour des essais de fatigue par Kashaev *et al.* [4] ou encore avec des entailles et des trous pour étudier le cisaillement comme dans l'étude de Gorji *et al.* [5]. La conduite de ces essais nécessite un suivi d'image avec des caméras à haute résolution pour déterminer la déformation avec la méthode de Digital Image Correlation (DIC) et/ou par suivi de marqueurs (exemple les essais de Gorji *et al.* [5] dans la figure 1.2). En effet, la taille réduite des éprouvettes ne permet pas l'utilisation d'extensomètres classiques.

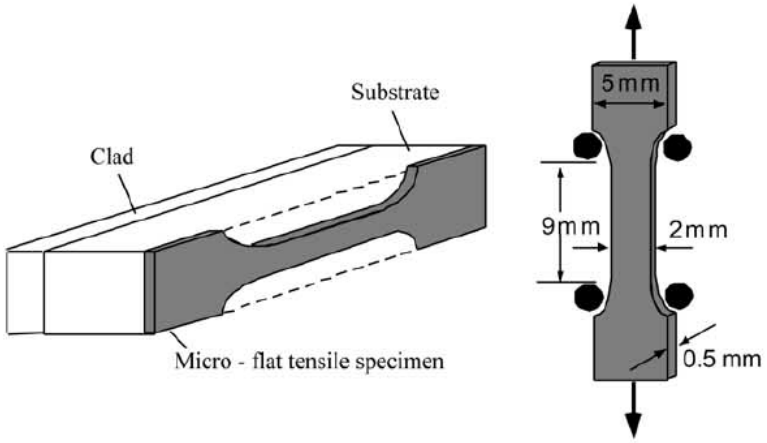


FIGURE 1.1 – Géométrie des éprouvettes micro–flat pour étudier les revêtements, [2].

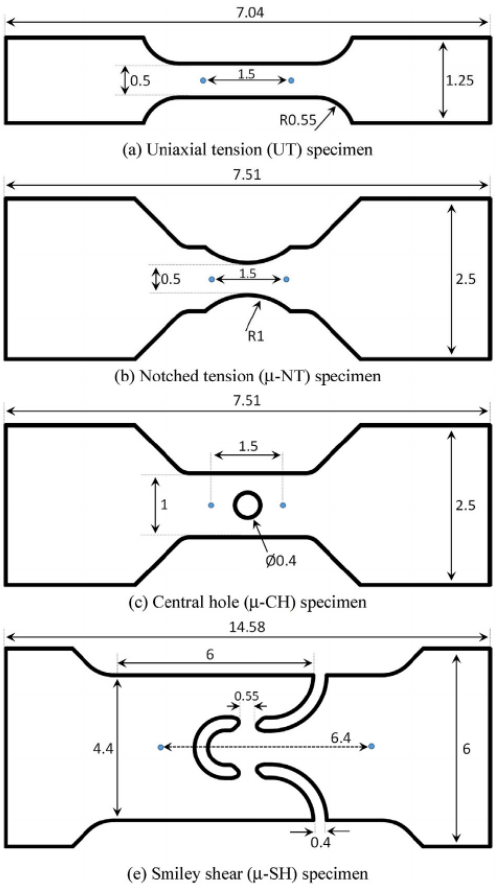


FIGURE 1.2 – Géométrie des mini–éprouvettes pour étudier le cisaillement (les points bleus indiquent les limites d'un extensomètre optique pour une analyse DIC), [5].

Les mini–éprouvettes de traction peuvent également être testées en employant une configuration goupillée «pin–loaded» du fait de la difficulté à réaliser un système d'amarrage. La figure 1.3 montre un exemple de mini–éprouvettes goupillées utilisées par Suzuki *et al.* [6]. Les éprouvettes SENT qu'on utilisera pendant notre étude sont inspirées de cette géométrie

pour l'amarrage.

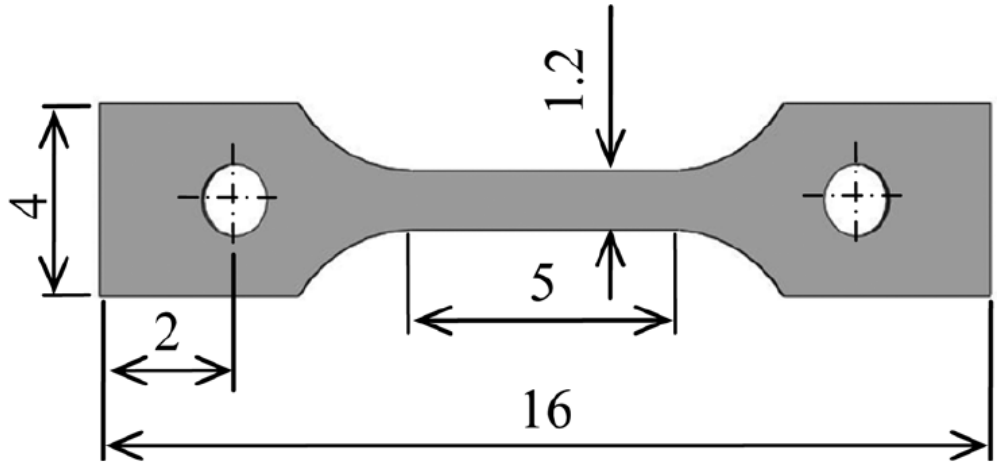


FIGURE 1.3 – Une éprouvette de traction «goupillée», [6].

1.1.2 Éprouvettes de résilience

La résilience d'un matériau est sa capacité à absorber de l'énergie lors d'un choc provoquant sa rupture. Cette résilience est mesurée à partir d'un essai Charpy normalisé par la norme ASTM E 23. Les éprouvettes standards de ces essais sont des barreaux de dimensions $10 \times 10 \times 55$ mm^3 avec une entaille en U (profondeur 5 mm et rayon de fond d'entaille 1 mm) ou en V (angle 45° et profondeur 2 mm) (voir figure 1.4). Cet essai consiste à lâcher un pendule d'une hauteur h_0 qui vient heurter l'éprouvette du côté opposé à celui de l'entaille. Le mouton pendule finit par remonter dans le sens inverse d'une hauteur h_1 (voir figure 1.5 (a)). Lors de cet impact, l'éprouvette est disposée entre deux appuis (voir figure 1.5 (b)).

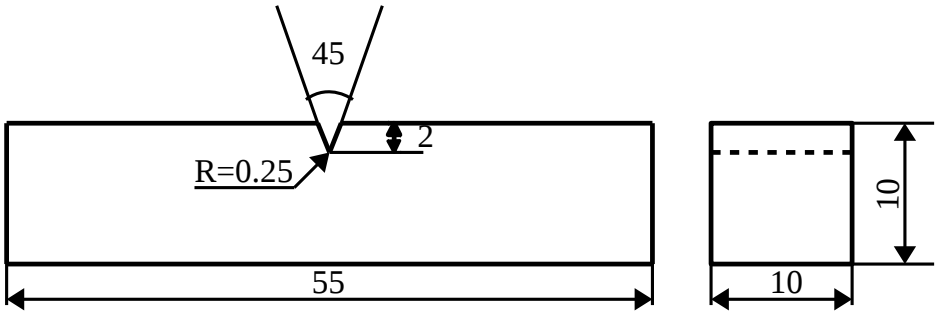


FIGURE 1.4 – Dimensions des Charpy standards, [7].

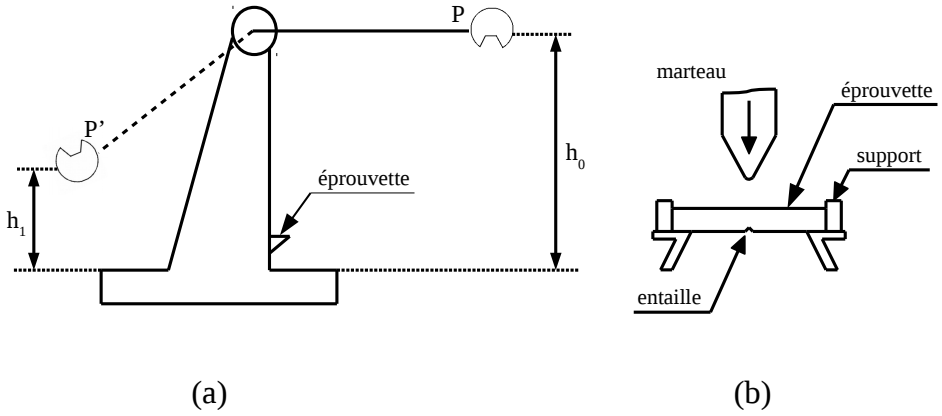


FIGURE 1.5 – Configuration d'un essai Charpy ; (a) le mouton Charpy ; (b) appui de l'éprouvette (vue de dessus).

La résilience est exprimée comme le montre l'équation suivante 1.1 :

$$KCV \text{ ou } KCU = \frac{W}{S} \tag{1.1}$$

où $W = mg(h_0 - h_1)$ l'énergie consommée pour la rupture avec m la masse du marteau et g l'accélération de la pesanteur et S la section droite au niveau de l'entaille (la section rompue). KCV (KCU) s'exprime en J/cm^2. Les mini–éprouvettes Charpy comme celle utilisées par Schill *et al.* [8] (voir figure 1.6) ont été développées en particulier pour l'étude de la transition ductile–fragile des aciers de réservoirs sous pression pour le nucléaire. Ces éprouvettes de dimension $3 \times 4 \times 27$ mm^3 sont prélevées dans des Charpy standards rompues (voir Sainte Catherine *et al.* [9]). Ce protocole est aussi utilisé pour étudier les aciers de pipeline ou encore des tôles métalliques utilisées dans l'industrie automobile comme dans l'étude de Lucon *et al.* [10].

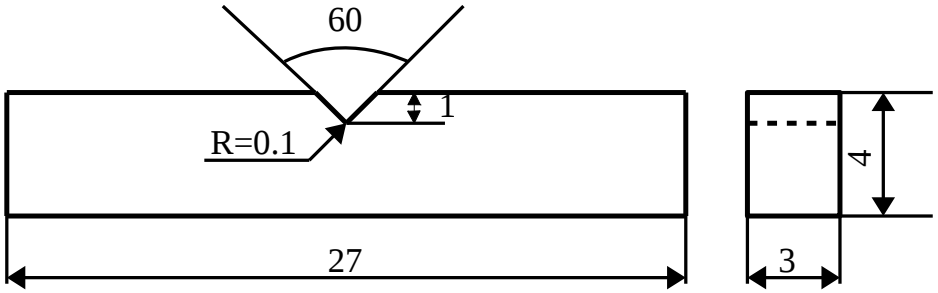
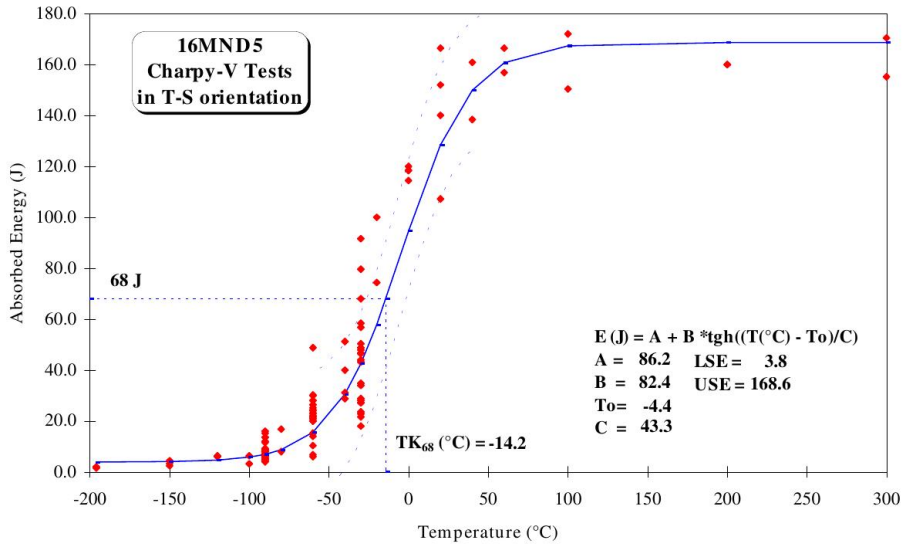
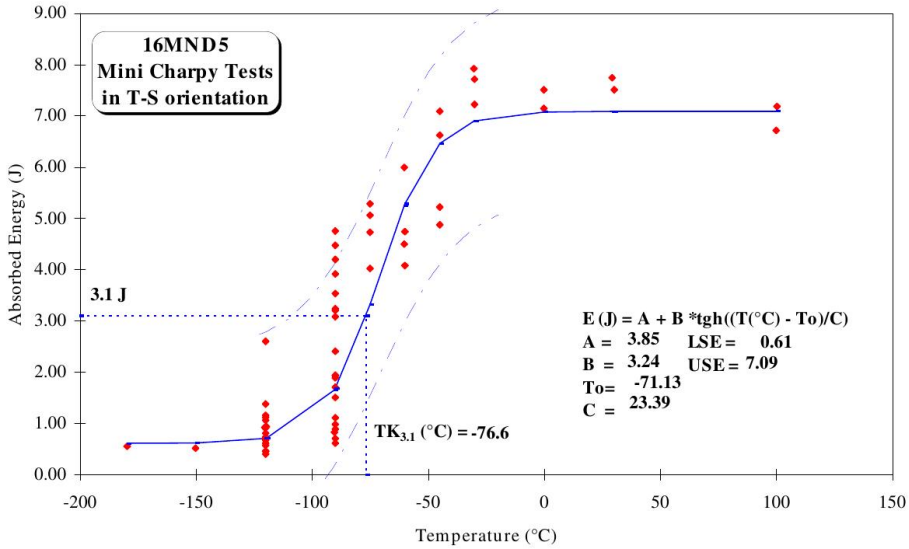


FIGURE 1.6 – Dimensions des mini–Charpy, [7].

Schill *et al.* [8] ont comparé des essais de résilience conduits sur des Charpy standards et des mini–Charpy pour l'étude de la transition ductile–fragile. Ils montrent que, pour l'acier 16MND5 non–irradié, le ratio entre les énergies maximales de deux géométries est de 24 environ. Ce résultat est cohérent avec les résultats donnés par Lucon *et al.* [11] pour une nuance d'acier similaire. Ce ratio est de 6.3 seulement entre les énergies minimales.



(a)



(b)

FIGURE 1.7 – Les énergies de transition absorbées : (a) Charpy standard, (b) mini–Charpy en 16MND5, [8].

Dans la littérature, les travaux de corrélation entre les mini–Charpy et les Charpy standards sont nombreux. On cite à titre d'exemple les travaux de Crowin *et al.* [12] et les travaux de Shubert *et al.* [13]. Ces études sont basées sur un facteur de normalisation qui est définit par :

$$NF = \left(\frac{USE_{Charpy-standard}}{USE_{mini-Charpy}} \right) \tag{1.2}$$

Avec NF (Normalisation Factor) le facteur de normalisation, $USE_{Charpy-standard}$ et $USE_{mini-Charpy}$ sont respectivement les énergies maximales (Upper Shelf Energy) pour les Charpy standards et les mini–Charpy. Ce facteur peut être établi expérimentalement. Cette relation ne prend pas en compte l'écoulement plastique ni la déchirure ductile. Une autre loi

puissance traduisant cette relation est proposée par Lucon *et al.* [11] (voir équation 1.3) où Z et n sont les paramètres du fit respectivement égale à 184 J et =0.34.

$$NF = \frac{10}{B}.\left(\frac{8}{b}\right)^{1+m} \text{ avec } m = \left(\frac{USE_{Charpy-standard}}{Z}\right)^{n} \tag{1.3}$$

Avec B la cote la plus longue de la section de l'éprouvette Charpy et b la cote la plus petite. Exemple : $B = 4$ et $b = 3$ dans le cas de la figure 1.6. Dans ces études, la température de transition est décalée en suivant la relation 1.4 :

$$DBTTS = DBTT_{Charpy-standard} - DBTT_{mini-Charpy} \tag{1.4}$$

Avec DBTTS (Ductile to Brittle Transition Temperature Shift) la valeur de décalage de la température de la transtion ductile–fragile, $\mathrm{DBTT}_{Charpy-standard}$ et $\mathrm{DBTT}_{mini-Charpy}$ sont respectivement les températures de transition ductile–fragile des Charpy standards et des mini–Charpy. La température de transition ductile–fragile est déterminée à partir d'une courbe donnant l'énergie de rupture en fonction de la température issue d'un essai de résilience en appliquant la relation de Oldfield [14]. Cette relation est donnée par l'équation suivante :

$$E(J) = A + B \times \tanh\left(\frac{T - T_0}{C}\right) \tag{1.5}$$

A, B, C et T_0 sont des paramètres décrits sur la figure 1.8. L'énergie du plateau supérieur (USE) vaut $A + B$ et celle du plateau inférieur (LSE) vaut $A - B$. C décrit la pente de la transition. T_0 correspond à la température de transition et A est l'énergie qui lui correspond.

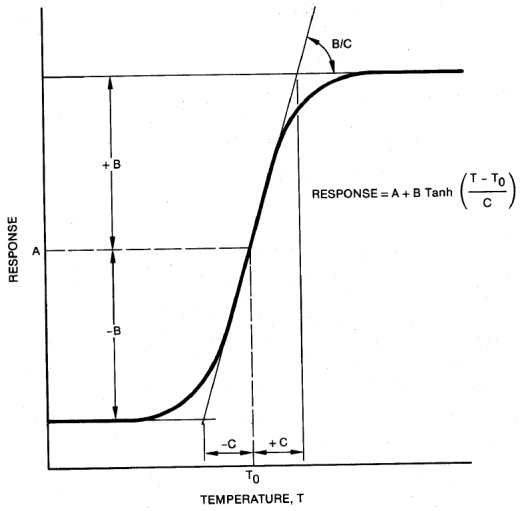


FIGURE 1.8 – L'ajustement de la tangente hyperbolique définit par Oldfield, [14].

Solokov *et al.* [15] proposent une autre relation de normalisation qui s'applique sur toute la courbe de transition ductile fragile (voir équation 1.6).

$$NF = (1 - SFA(T)).NF_{LSE} + SFA(T).NF_{USE} \tag{1.6}$$

Avec SFA(T) (Shear Fracture Appearance) qui peut être mesuré en observant les faciès de rupture. C'est le rapport de la surface de déchirure ductile sur la surface totale (SFA vaut 1 pour une rupture purement ductile et 0 pour une rupture purement fragile). NF_{LSE} et NF_{USE}

sont respectivement les facteurs de normalisation de l'énergie minimale (Lower Shelf Energy) et de l'énergie maximale (Upper Shelf Energy).

Schill *et al.* [8] appliquent la méthodologie développée par Sokolov *et al.* [15] afin de transformer les résultats de l'échelle de la mini–Charpy à l'échelle des Charpy standards. Cette étude montre qu'une transition d'échelle basée sur la température n'est pas suffisante pour retrouver les résultats des Charpy standards. En effet, on remarque d'après le graphe présenté dans la figure 1.9 que les courbes de transition des mini–éprouvettes et celles des éprouvettes standards ne se superposent pas après l'application des formules de transition d'échelle. En particulier, la transition est plus brutale pour les mini–Charpy.

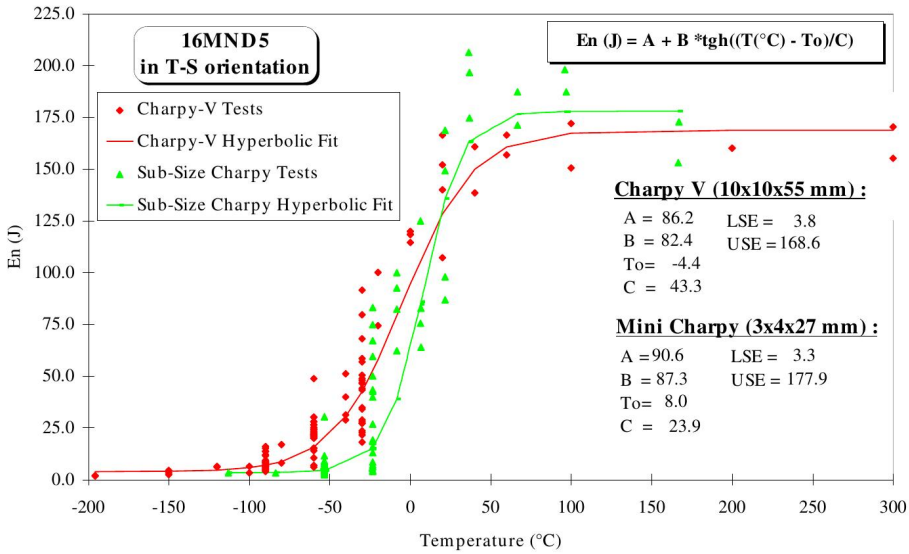


FIGURE 1.9 – Comparaison entre la méthode ORNL appliquée sur les mini–Charpy et les Charpy standards, [8].

1.1.3 Éprouvettes de fissuration

L'usage des mini–éprouvettes de fissuration a été développé pour l'industrie du nucléaire dans le cadre de l'étude de la transition ductile–fragile des aciers irradiés des réservoirs sous pression. Ce sont principalement des éprouvettes de type CT (Compact Tension) qui sont usinées dans des éprouvettes Charpy standards rompues. Cette technique est utilisée par Scibetta *et al.* [16] et Miura *et al.* [17]. Le plan d'une mini–CT est donné à la figure 1.10. Il est également possible d'utiliser des mini–Charpy pré-fissurées (figure 1.10-b).

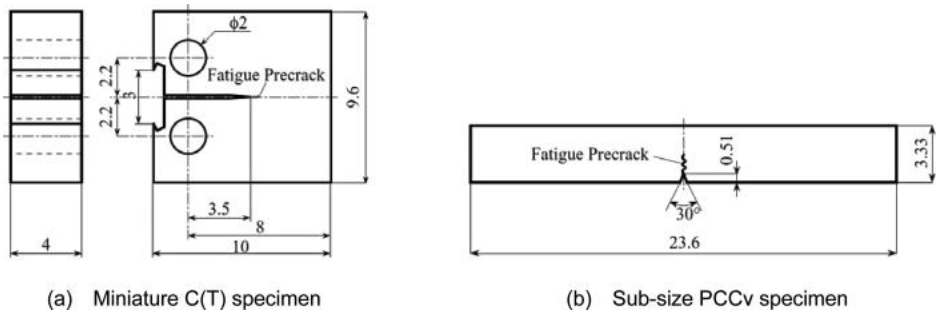


FIGURE 1.10 – Géométrie des éprouvettes de fissurations utilisées par [17].

Ces études portent principalement sur la rupture fragile et utilisent la méthodologie dite «Master Curve» proposée par Wallin *et al.* [18] pour analyser les résultats et étudier l'effet de la réduction des dimensions sur le facteur d'intensité des contraintes critique à différentes températures. Miura *et al.* [17] montrent une dépendance de la température de référence aux dimensions et aux types d'éprouvettes. La température de référence est la température pour laquelle K_{IC}=100 MPa $\sqrt{m}$ pour une éprouvette de type CT standards d'épaisseur 25 mm (1T).

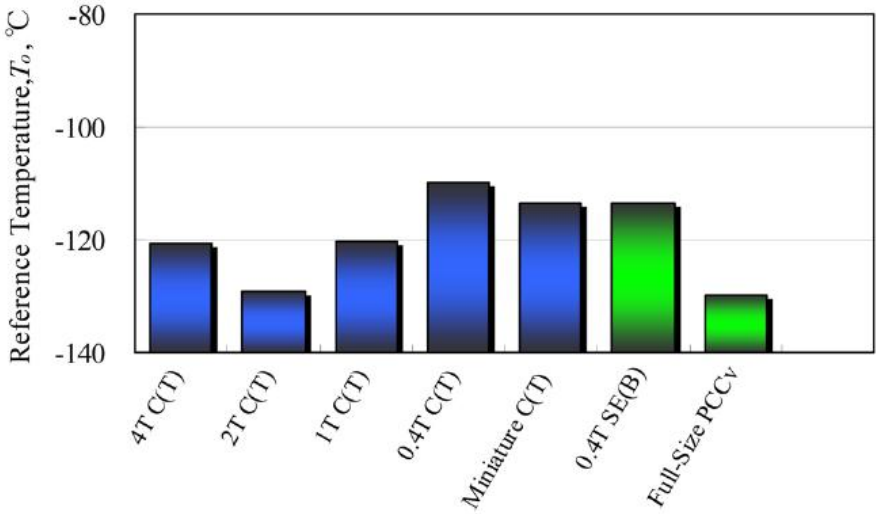
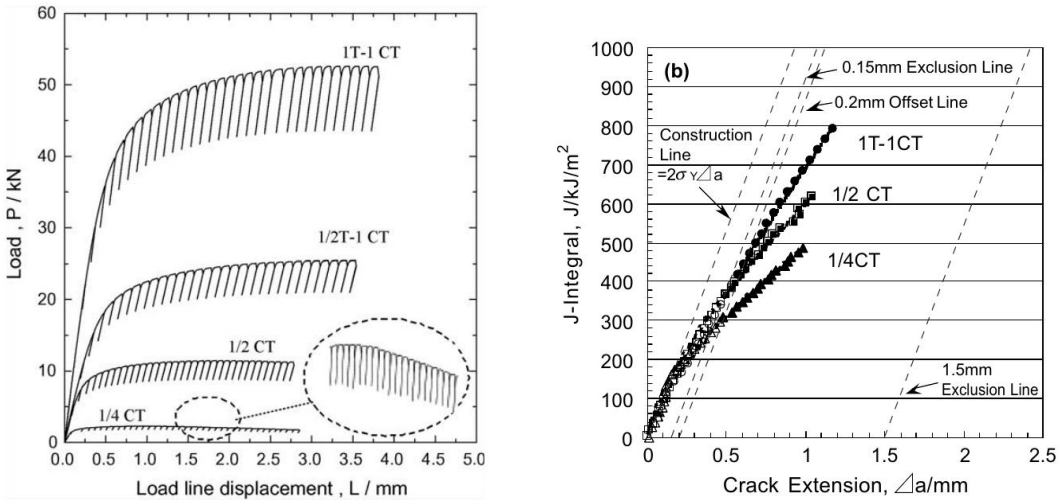


FIGURE 1.11 – Effet des dimensions et de type d'éprouvettes sur la température de référence pour du SA533 GR. B Cl.1., [17].

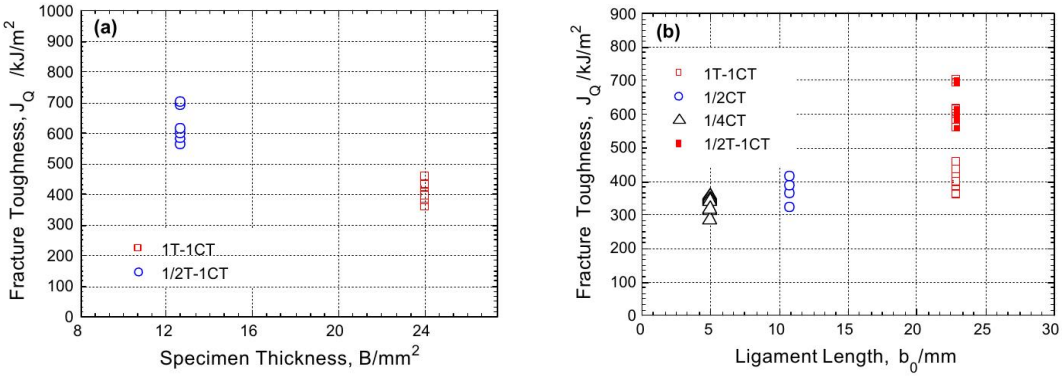
Dans le cadre de la rupture ductile, des résultats sur mini–éprouvettes de type CT (épaisseur 4.15 mm) ont été publiés par Scibetta *et al.* [19] où les courbes $J-\Delta a$ ont été déterminées. Ces résultats montrent que l'intégrale–J pour les mini–éprouvettes est inférieure à celle déterminée pour des macro–éprouvettes d'épaisseur 25 mm. Des résultats similaires ont été publiés par Wasylyk *et al.* [20] qui ont utilisé des éprouvettes de type CT25 de 25 (éprouvette usuelle), 15 et 10 mm d'épaisseur en acier 304L (acier inoxydable). Ono *et al.* [21] ont aussi présenté des résultats sur trois types d'éprouvettes CT réduites d'une façon homothétique par un facteur 1, 2 et 4 (appelées respectivement 1T-1CT, 1/2CT et 1/4CT). Ces éprouvettes possèdent des entailles latérales. Ils ont aussi exploité une éprouvette de type CT25 (1T) mais d'épaisseur réduite par un facteur 2 qui est appelée 1/2T-CT. Pour caractériser l'effet d'échelle sur l'acier JLF-1 reduced–activation ferritic (RAF), Ono *et al.* [21] comparent des éprouvettes homothétiques. Leurs résultats montrent un effet d'échelle (voir figure 1.12). On voit que la ténacité décroit lorsque les dimensions sont réduites. En effet, la taille de la «process zone» est décrite comme étant $2(J/\sigma_Y)$ où σ_Y est la contrainte d'écoulement plastique. Sur cette base, les auteurs considèrent que la «process zone» occupe environ la moitié du ligament dans le cas 1/4CT. La perte de confinement plastique est très importante. Par contre, dans une éprouvette CT standard, la taille de ligament est suffisamment grande pour maintenir le confinement. Cette perte de confinement peut résulter en une réduction de J_Q (voir la norme ASTM E1820 pour la définition de J_Q). Dans cet article, les auteurs montrent que la ténacité décroit quand le ligament décroit pour la même épaisseur. En effet, dans la figure 1.13 (b) on voit que J_Q des éprouvettes 1/2CT (cercles bleus) est inférieur à celui des éprouvettes 1/2T-CT qui ont la même épaisseur mais pas le même ligament (carrés rouge). Les auteurs proposent une explication à cette observation : l'état de déformation plane est progressivement perdu lorsque l'épaisseur de

l'éprouvette devient plus petite et la zone plastique au niveau de front de la fissure devient plus importante au voisinage de la surface libre de deux cotés de l'éprouvette. Il est cohérent que la ténacité augmente en augmentant l'énergie dissipée par la déformation plastique.



(a) (b)

FIGURE 1.12 – Comparaison entre les CT, 1/2CT et 1/4CT [21] ; (a) Courbe de charge en fonction du déplacement au niveau de la ligne de charge ; (b) Courbes J–R [21]



(a) (b)

FIGURE 1.13 – Effet de la taille d'éprouvettes sur la ténacité J_Q, (a) effet de la réduction de l'épaisseur ; (b) effet de taille du ligament [21]

1.1.4 Small punch test

Le Small Punch Test ou aussi connu sous le nom Disk Bend Test a été développé dans les années 80 en utilisant des disques de 3 mm de diamètre et avec une épaisseur de 0.25 mm. Les échantillons sont fixés entre deux matrices. Un poinçon de forme hémisphérique est poussé à une vitesse constante à travers l'éprouvette [22] (voir fig. 1.14). Aujourd'hui, les dimensions les plus utilisées sont des disques de diamètre de 8 mm et d'épaisseur 0.5 mm. Des éprouvettes

carrées de 10 mm × 10 mm ont été aussi testées par Bicego *et al.* [23] ou encore par Ju *et al.* [24] comme le montre la figure 1.15-b.

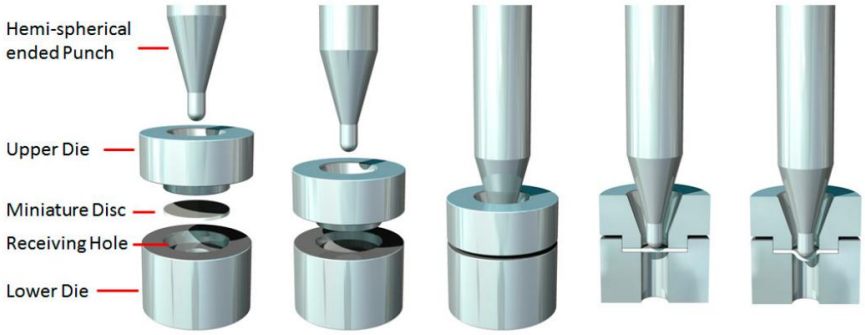
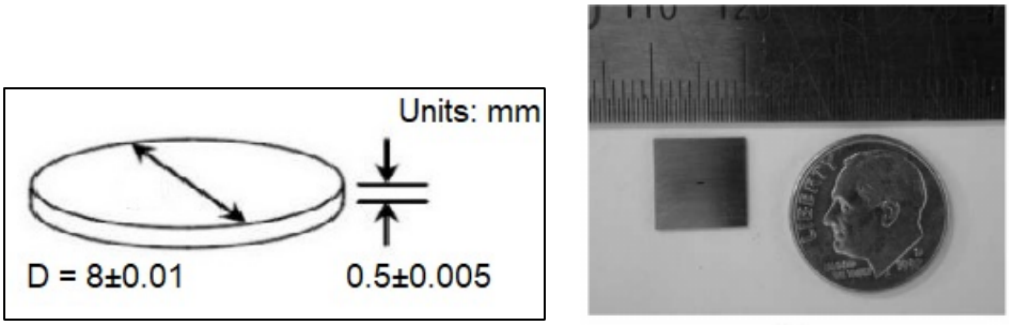


FIGURE 1.14 – Montage d'un essai Small Punch Test (SPT) [22])



(a) (b)

FIGURE 1.15 – Géométrie d'une éprouvette de small punch test (a) en disque [22] ; (b) en carré [24]

Il est possible de rajouter des entailles dans l'éprouvette afin de pouvoir étudier la rupture, mais cette technique reste peu utilisée et difficile à interpréter [24] (voir fig. 1.16).

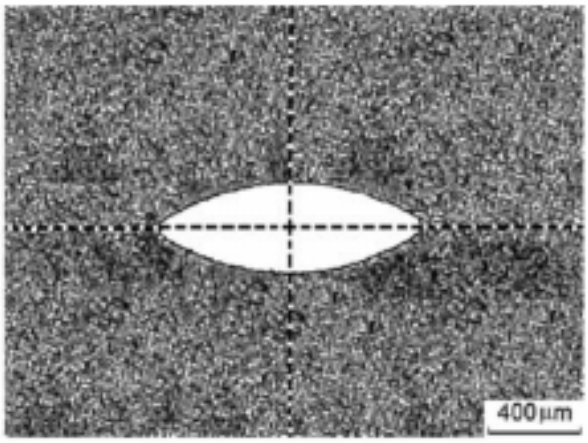


FIGURE 1.16 – Géométrie de l'entaille dans une éprouvette SPT [24]

Une réponse classique d'un essai SPT se traduit par une courbe force en fonction de la déflexion comme le montre la figure 1.17. D'après cette courbe on distingue 5 régions :

— Zone 1 : Comportement élastique
— Zone 2 : Transition élasto-plastique
— Zone 3 : Flexion locale, transition vers régime de contrainte de membrane
— Zone 4 : Contrainte de membrane
— Zone 5 : Rupture de l'éprouvette

La forme générale la courbe force–déflexion suggère que la limite d'élasticité peut être associée au changement de pente entre les régions 1 et 2, tandis que la contrainte ultime peut être liée à la force maximale, et la ductilité à la déflexion maximale [22].

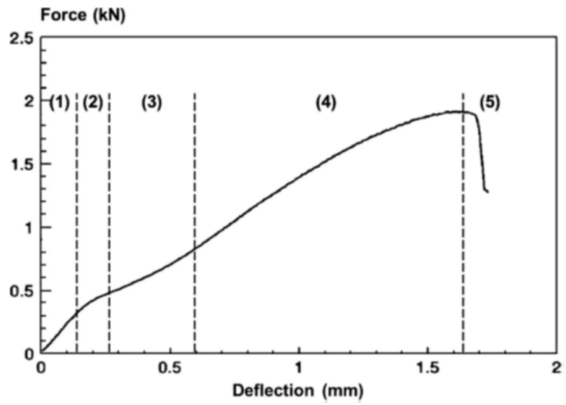


FIGURE 1.17 – Courbe de force en fonction de déflexion un essai SPT pour un acier [25]

Guillemot *et al.* [26] se basent sur une méthode inverse pour identifier la loi de comportement d'un acier biphasé. Ils identifient une loi de comportement puissance de type Hollomon. Dans leurs travaux, Guillemot *et al.* [26] précisent que les propriétés mécaniques de l'acier utilisé sont isotropes.

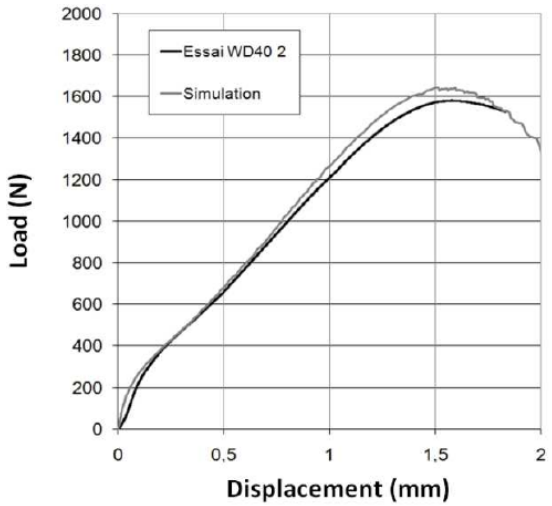


FIGURE 1.18 – Comparaison entre essai et simulation de la courbe force-fonction d'un essai SPT conduit sur un acier biphasé par Guillemot *et al.* [26]

Dans un document publié en 2020, Lucon *et al.* du "National Institute of Standards and Technology" (NIST) [22] montrent qu'il est difficile d'établir une corrélation entre un essai SPT et un essai de traction simple. Ils soulignent aussi que le SPT n'est pas robuste quant à la caractérisation des matériaux fortement anisotropes. La présence de pop-ins peut également compliquer l'analyse de l'essai comme indiqué par Alstadt *et al.* [27] (voir figure 1.19).

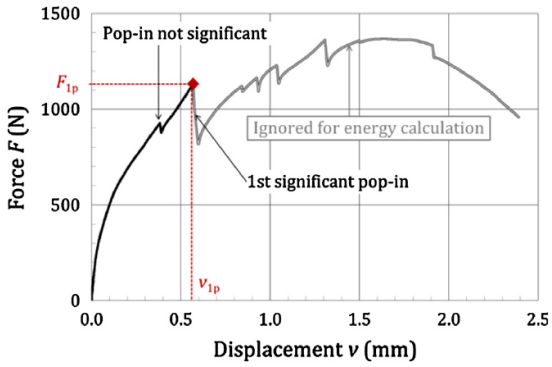


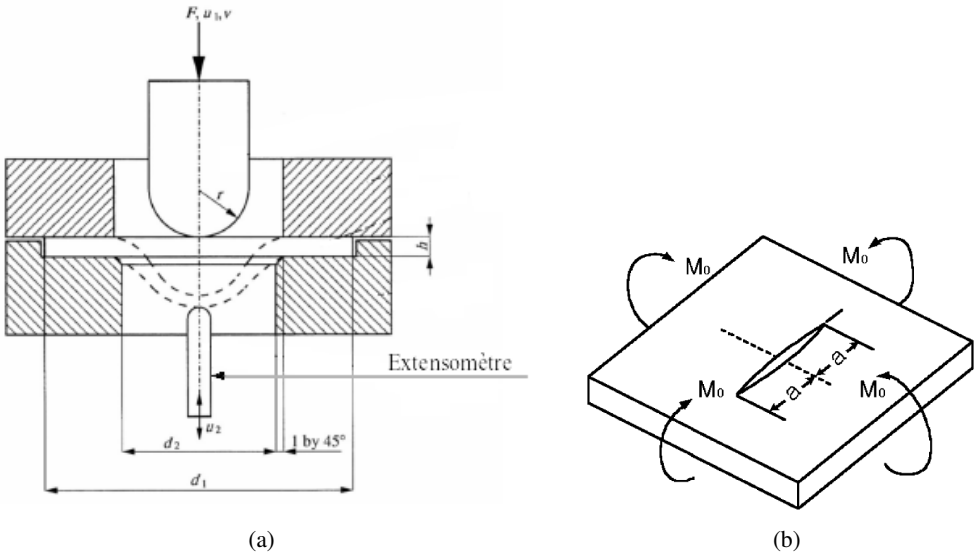
FIGURE 1.19 – Courbe force-déplacement issue d'un essai SPT conduit sur la nuance d'acier ODS 14YWT [27]

Alstadt *et al.* [27] présentent aussi une étude de la transition ductile-fragile sur trois aciers ODS en utilisant l'essai SPT. Un des aciers est laminé et les deux autres sont extrudés. Les courbes force—déplacement présentent des pop-ins dont l'apparition dépend à la fois de la température et de l'orientation. Les auteurs établissent une corrélation entre un essai Charpy et un essai SPT en terme de température de transition ductile–fragile. Ils utilisent la relation $T_{SPT} = \alpha \times T_{KCV}$ avec T_{SPT} la température de transition issue d'un essais SPT, T_{KCV} la température de transition issue d'un essai Charpy et α le ratio entre ces deux températures (égal à 0.35 [28, 29, 30]). Ils montrent que cette corrélation est seulement vérifiée lorsque la fissure se propage dans la direction de l'épaisseur notée S qui correspond à la direction de la normale à l'éprouvette. Dans le cas de la direction de laminage L et la direction transverse T, cette corrélation reste difficile à établir du fait de l'anisotropie de la microstructure.

Pour pouvoir déterminer le facteur d'intensité des contraintes K_C à partir des essais SPT, Ju *et al.* [24] ont établi, sur la base des travaux de Sih *et al.* [31], la relation suivante :

$$K_C = \frac{3}{2}\frac{P_a(1+\nu)}{\Pi h^2}\left(\log\left(\frac{c}{b}\right)+\frac{b^2}{4c^2}\right)\sqrt{a} \tag{1.7}$$

Avec P_a la charge au point d'amorçage de la fissure, ν le coefficient de Poisson, h l'épaisseur de l'éprouvette, b le rayon de contact du poinçon, c le rayon intérieur du support (inférieur) de l'éprouvette (c'est-à-dire la moitié de d_2 sur la figure 1.20) et a la demi–longueur de fissure comme dans la figure 1.20 (b). L'analyse suppose que la plasticité est limitée et ne s'applique que pour déterminer la ténacité des matériaux fragiles. Elle n'est bien sûr pas applicable dans le cas des matériaux ductiles.



(a) (b)

FIGURE 1.20 – (a) Schéma d'un essai SPT [32] ; (b) Plaque infini avec une fissure [24]

Cardenas *et al.* [33] appliquent la méthodes des éléments finis pour étudier la rupture ductile dans le cas des SPT dans l'acier X70. Contrairement à Ju *et al.* [24], ils utilisent des entailles longitudinales non débouchantes (voir la figure 1.21). Ils définissent expérimentalement (avec des essais interrompus) le point de l'amorçage de la fissure. Ensuite, ils comparent la valeur de J en ce point (noté $J^{SPT}_{\Delta a=0}$) à celle issue d'un essai standard pour un $\Delta a = 0$ mm (noté $J^{Standard}_{\Delta a=0}$). Ils montrent que la valeur de $J^{SPT}_{\Delta a=0}$ est deux fois plus importante que $J^{Standard}_{\Delta a=0}$. Ils expliquent cette observation par la perte de contrainte due à la faible épaisseur de l'éprouvette ainsi qu'à l'utilisation d'une entaille émoussée pour le test SPT et d'une fissure de fatigue pour l'éprouvette standard.

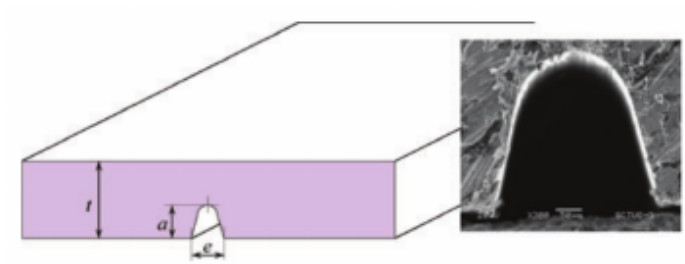


FIGURE 1.21 – Éprouvette de small punch test avec entaille longitudinale utilisée dans les travaux de Cardenas *et al.* [33]

1.2 Introduction à la mécanique de la rupture

Pour déterminer les propriétés mécaniques des matériaux, il est important de maîtriser les conditions d'essais afin de pouvoir établir un dépouillement fiable. En effet, pour les essais normalisés, les normes définissent les conditions d'essais dans les moindres détails et

proposent par la suite une méthode de dépouillement adéquate. Dans les cas des éprouvettes de traction simples ou entaillées, les méthodes de la norme restent applicables dans le cas des mini–éprouvettes. La même démarche est vraie pour les macros et les mini-Charpy. Une différence majeure est remarquée dans le cas des éprouvettes de fissuration. Par conséquent, on fait appel à la mécanique de la rupture pour dépasser cette limitation. L'étude de la rupture des matériaux est un sujet qui a intéressé la communauté scientifique depuis longtemps. On distingue généralement deux approches : la mécanique linéaire de la rupture et la mécanique non-linéaire de la rupture.

1.2.1 Mécanique linéaire de la rupture

En mécanique linéaire de la rupture, on suppose que le matériau est homogène, élastique linéaire et isotrope et que la fissure est plane avec un front de fissure rectiligne. La ténacité dans ce cadre peut être exprimée en terme de taux de restitution d'énergie G (proposé par Griffith en 1920) ou en terme de facteur d'intensité des contraintes K. Dans la littérature, on parle de trois modes de rupture (voir figure 1.22). Au cours d'un essai de ténacité, les éprouvettes sont généralement sollicitées selon le mode I du fait qu'il est le plus pénalisant. C'est le cas de ce travail.

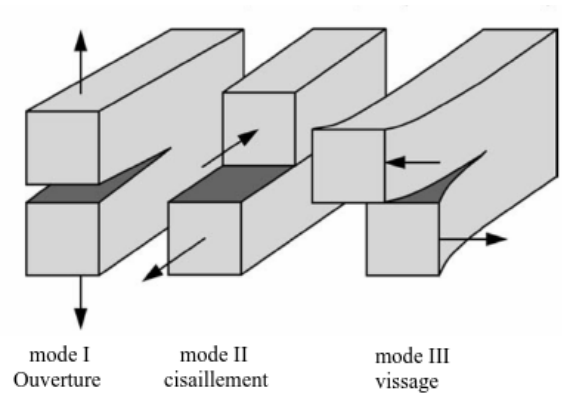


FIGURE 1.22 – Les trois modes de chargement d'une fissure [34]

Taux de restitution d'énergie G

Griffith est le premier à introduire un critère énergétique pour l'étude de la ténacité. Cependant, la formulation actuelle est basée sur les travaux de Irwin datant de 1956. La fissure ne se propage que si la variation d'énergie élastique lors d'une avancée infinitésimale correspond à l'énergie nécessaire pour créer deux surfaces libres. Irwin définit donc le taux de restitution d'énergie sous la forme suivante 1.8 :

$$G = -\frac{d\Pi}{dA} \tag{1.8}$$

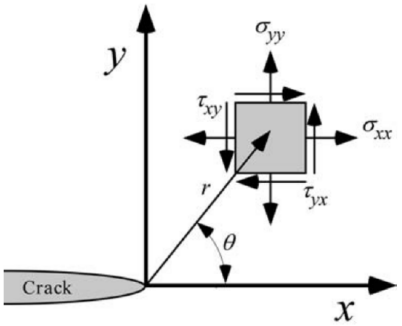
où Π l'énergie potentielle totale de la structure fissurée. A est l'aire de la surface créée. G est exprimée en J/m^2 ou en N/m. G est appelé aussi la «force» d'extension d'une fissure. La fissure se propage quand G atteint une valeur critique notée G_c. Cette valeur correspond à l'énergie qu'il faut fournir pour avancer la fissure d'une unité d'aire. G représente alors le chargement mécanique et G_c est une valeur caractéristique du matériau.

Facteur d'intensité des contraintes K

Cette approche étudie l'état des contraintes au voisinage de la pointe de la fissure. Dans le cadre de l'élasticité linéaire isotrope, les contraintes tendent vers l'infini au voisinage de la pointe de la fissure. La contrainte dans cette zone de singularité est exprimée sous la forme suivante :

$$\sigma_{ij}(r,\theta) = \frac{K}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}(\theta) + o(r) \tag{1.9}$$

où r et θ sont définis comme le montre la figure 1.23. $f_{ij}(\theta)$ est fonction de l'angle θ, o(r) rassemble les termes non singuliers du développement. K est le facteur d'intensité des contraintes.



$$\sigma_{xx} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right)\left[1 - \sin\left(\frac{\theta}{2}\right)\sin\left(\frac{3\theta}{2}\right)\right]$$

$$\sigma_{yy} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right)\left[1 + \sin\left(\frac{\theta}{2}\right)\sin\left(\frac{3\theta}{2}\right)\right]$$

$$\tau_{xy} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right)\sin\left(\frac{\theta}{2}\right)\cos\left(\frac{3\theta}{2}\right)$$

FIGURE 1.23 – Les contrainte au voisinage de la pointe de la fissure [34]

La figure 1.23 montre les expressions des contraintes au voisinage de la pointe de la fissure. Ces formules prennent seulement en compte le cas d'une sollicitation en mode I. K est exprimé en MPa $\sqrt{\text{m}}$. Sur la base d'une analyse en terme de facteur d'intensité de contrainte, on peut considérer que la fissure avance sous l'effet d'une valeur critique de K notée K_{IC}. Une relation existe entre le taux de restitution d'énergie G et le facteur d'intensité de contrainte K_I :

$$G = K_I^2 / E' \tag{1.10}$$

avec $E' = E$ en contrainte plane et $E' = E/(1-\nu^2)$ en déformation plane, E étant le module d'Young et ν le coefficient de Poisson du matériau testé. La ténacité peut alors être mesurée en terme de K_{IC} (MPa $\sqrt{\text{m}}$) ou G_{IC} (J/m^2), les deux étant liés par la relation 1.10.

Limites de la mécanique linéaire de la rupture

La théorie de la mécanique linéaire de la rupture n'explique pas totalement la réalité de ce qu'il se passe au front de fissure. En effet, le matériau ne peut pas supporter le niveau de contrainte élevé au front de fissure. Dans cette zone, une zone plastifiée se forme sous l'effet de la contrainte. Dans le cas d'une contrainte plane, la plasticité se produit dans le plan de la fissure ($\theta = 0$) dès que la contrainte normale atteint la limite d'élasticité du matériau σ_y. On en déduit le rayon de la zone plastique 1.11.

$$r_y = \frac{1}{2\pi}\left(\frac{K_I}{\sigma_y}\right)^2 \tag{1.11}$$

Quand le matériau ne s'écrouit pas, la distribution des contraintes pour $r = r_y$ peut être représentée par une ligne horizontale à $\sigma_{yy} = \sigma_y$. La longueur r_y est telle que le montre la figure 1.24. La singularité de contraintes est tronquée par la plastification en pointe de fissure.

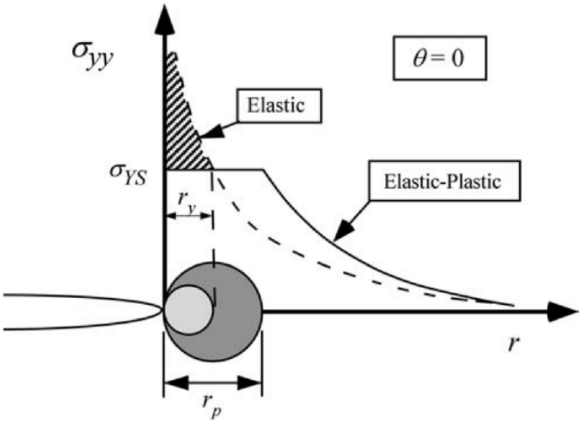


FIGURE 1.24 – Distribution des contraintes en aval de la pointe de fissure [34]

En plasticité, il y a redistribution des contraintes pour assurer l'équilibre. L'aire hachurée dans la figure 1.24 correspond au profil de la contrainte dans un matériau élastique. Dans le cas d'un matériau élasto-plastique, la taille de la zone plastique doit augmenter pour équilibrer les forces. La nouvelle expression de la taille de la zone plastique, maintenant noté r_p est alors donnée par :

$$r_p = \frac{1}{\pi}\left(\frac{K_I}{\sigma_y}\right)^2 = 2r_y \tag{1.12}$$

Irwin définit alors une longueur effective de la fissure comme étant de la longueur réelle de la fissure plus une correction de la zone plastique ou correction d'Irwin :

$$a_{\text{eff}} = a + r_y \tag{1.13}$$

où r_y en contrainte plane est donnée par la relation 1.11. En déformation plane, la taille de la zone plastique est donnée par [34] :

$$r_y = \frac{1}{6\pi}\left(\frac{K_I}{\sigma_y}\right)^2 \tag{1.14}$$

La figure 1.25 présente la forme globale de la zone plastique en contrainte et déformation planes pour le mode I.

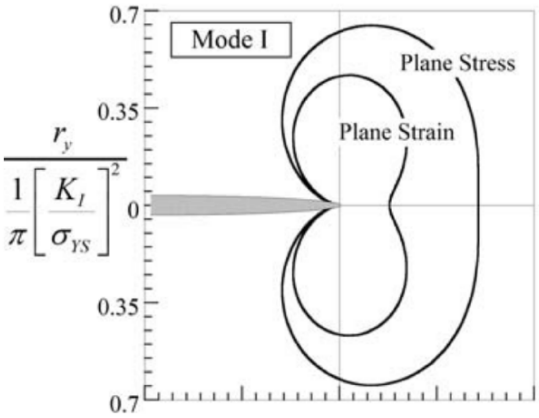


FIGURE 1.25 – Zone plastique en contrainte et déformation planes en mode I [34]

La correction d'Irwin implique un facteur d'intensité de contraintes effectif, qui s'obtient en introduisant a_{eff} dans l'expression de K pour la géométrie d'intérêt.

$$K_{\text{eff}} = Y(a_{\text{eff}}/W)\,\sigma\,\sqrt{\pi a_{\text{eff}}} \tag{1.15}$$

Où $Y(a_{\text{eff}}/W)$ est une fonction de la géométrie (représentée par la longueur W) et du mode de sollicitation.

1.2.2 Mécanique non linéaire de la rupture

Le concept du CTOD

Dans les années 60, il a été remarqué que la mécanique linéaire de la rupture seule ne suffisait pas pour déterminer la ténacité des aciers de structures. Dans son article intitulé "Unstable crack propagation in metals : Cleavage and fast fracture" Wells, montre que les concepts existants de la mécanique de la rupture ne sont pas pertinents pour l'étude de la ténacité des aciers de construction très ductiles du fait de l'émoussement au niveau de front de fissure observé par Wells [35]. La figure 1.26 montre la différence de comportement entre une fissure élastique et une fissure dont le front de fissure s'émousse sous l'effet de l'écoulement plastique. L'émoussement du front de fissure augmente avec la ténacité des matériaux. Cela a conduit Wells à se baser sur le déplacement de l'ouverture en pointe de fissure, aujourd'hui connu sous l'abréviation CTOD (Crack Tip Opening Displacement), pour mesurer la ténacité.

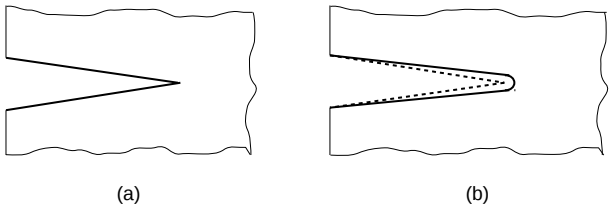


FIGURE 1.26 – Comparaison : (a) fissure élastique (b) émoussement dû à l'écoulement plastique

Avec ses travaux, Wells a proposé une relation reliant le CTOD au facteur d'intensité de contrainte K dans un régime de plasticité confinée. Pour comprendre cette approche, considérons une fissure avec une faible zone plastique (voir figure 1.27). En appliquant la mécanique linéaire de la rupture, on montre que cette fissure apparaît comme plus longue du fait de l'écoulement plastique en fond de fissure. Le CTOD est estimé alors en augmentant la longueur de la fissure de r_y. Le CTOD est pris égal à l'ouverture de la fissure à la distance r_y en amont du front. Le déplacement à cette distance est déterminé à l'aide de la mécanique linéaire de la rupture qui, en mode I, donne :

$$u_y = \frac{k+1}{2\alpha} K_I \sqrt{\frac{r_y}{2\pi}} \text{ avec } \begin{cases} k = 3-4\nu & \text{en DP} \\ k = (3-\nu)/(1+\nu) & \text{en CP} \end{cases} \tag{1.16}$$

La longueur effective de fissure est $a + r_y$, avec r_y le rayon de zone plastifiée calculé d'après l'approche de la mécanique linéaire de la rupture pour un état de contraintes planes :

$$r_y = \frac{1}{2\pi}\left(\frac{K_I}{\sigma_y}\right)^2 \tag{1.17}$$

Où σ_y est la limite d'élasticité et K_I le facteur d'intensité de contrainte en mode I. En combinant l'équation 1.16 et l'équation 1.17, on trouve le CTOD noté δ pour le cas de la contraintes planes :

$$\delta = 2u_y = \frac{4}{\pi}\frac{K_I^2}{\sigma_y E} \tag{1.18}$$

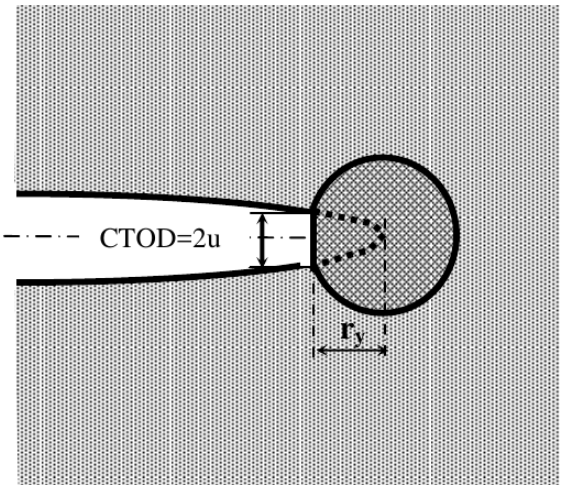


FIGURE 1.27 – Estimation du CTOD à partir du déplacement à la distance r_y en amont de l'extrémité d'une fissure de longueur $a + r_y$ [36]

En contrainte plane on a :

$$G = \frac{K_I^2}{E} \Rightarrow \delta = \frac{4G}{\pi\sigma_y} \tag{1.19}$$

En appliquant le modèle de Dugdale-Barenblatt qui suppose un état de contraintes planes et un matériau élastique-plastique parfait, la relation plus générale entre le CTOD (δ) et le K_I est de la forme :

$$\delta = \frac{G}{m\sigma_y} \tag{1.20}$$

Le facteur m vaut 1 en contrainte plane et 2 en déformation plane. Dans la littérature le CTOD (δ) a été défini de plusieurs manières. Les deux définitions les plus courantes sont présentées dans la figure 1.28. La figure 1.28–(a) utilise le déplacement à l'extérieur de la fissure initiale ce qui revient à utiliser la longueur non corrigée. La figure 1.28–(b) considère le déplacement à l'intersection des deux cotés déformées et des droites qui forment un angle de 45° par rapport au plan de symétrie. Cette dernière définition, utilisée dans les calculs par les éléments finis, a été suggérée par Rice [37].

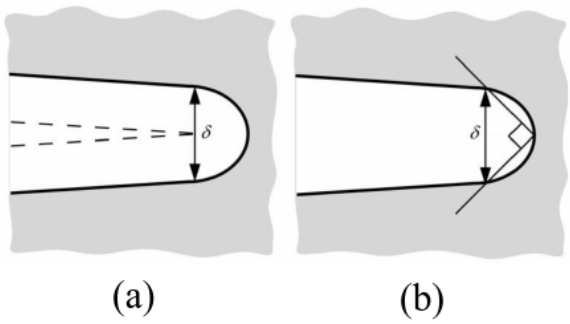


FIGURE 1.28 – Définitions de CTOD ; (a) déplacement à l'extrémité initiale ; (b) déplacement à l'intersection d'angle droit [36]

Le concept de l'intégrale J

La variable J est définie comme étant l'intégrale de contour suivante :

$$J = \int_{\Gamma} \left(w dy - T_i \frac{\partial u_i}{\partial x} ds \right) \tag{1.21}$$

Avec Γ le contour d'intégration entourant l'extrémité de la fissure (voir figure 1.29), ds l'élément de longueur sur Γ, T_i et u_i les composantes du vecteur contrainte et du vecteur déplacement en un point de Γ. w est la densité d'énergie qui est définie par la relation suivante :

$$w = \int_0^{\epsilon_{ij}} \sigma_{ij} d\epsilon_{ij} \tag{1.22}$$

Avec σ_{ij} et ϵ_{ij} sont les composantes des tenseurs de contraintes et de déformations au point courant du contour. On suppose également que le matériau est élastique non–linéaire de sorte que :

$$\sigma_{ij} = \frac{\partial w}{\partial \varepsilon_{ij}} \tag{1.23}$$

Il a été démontré par Rice [38] que cette intégrale est indépendante du contour suivi et que J correspond à l'énergie de Griffith noté G. Rice, à l'origine de l'intégrale J, a établi une relation entre J et le CTOD (δ) :

$$J = \sigma_y \times \delta \tag{1.24}$$

Avec σ_y la limite d'élasticité et δ le CTOD.

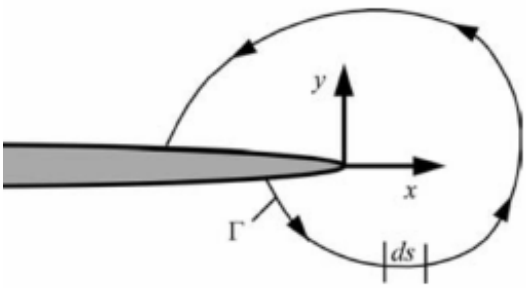


FIGURE 1.29 – Contour arbitraire autour de l'extrémité d'une fissure [36]

1.3 Réalisation d'un essai de fissuration selon la norme ASTM E1820

Dans la littérature il existe plusieurs types d'éprouvettes pour étudier la ténacité des matériaux. Parmi ces éprouvettes, on peut citer les CT (Compact Tension), les DCT (Disque Compact Tension) et les éprouvettes de type SENT (Single Edge Notch Tension). Ces dernières ont été développées spécialement pour les gazoducs. En effet, les SENT présentent un niveau de triaxialité similaire à celui existant dans un pipe, contrairement aux CT dans lesquelles un niveau de triaxialité plus élevé est atteint. On notera que les éprouvettes CT nécessitent en règle générale beaucoup moins de matière. L'objectif principal de la thèse est de caractériser la ténacité des aciers de gazoduc en employant très peu de matière. Il est donc important de posséder des résultats sur des éprouvettes macroscopiques afin de pouvoir les comparer aux résultats obtenus sur des mini-éprouvettes. Cette caractérisation est présentée dans cette partie. Elle servira de base à la comparaison avec les mini-éprouvettes.

Des schémas de l'éprouvette CT et de l'éprouvette DCT sont donnés respectivement à la figure 1.30 et 1.31. B correspond à l'épaisseur de l'éprouvette, W à la largeur et a_0 à la longueur initiale de la fissure (après pré-fissuration par fatigue).

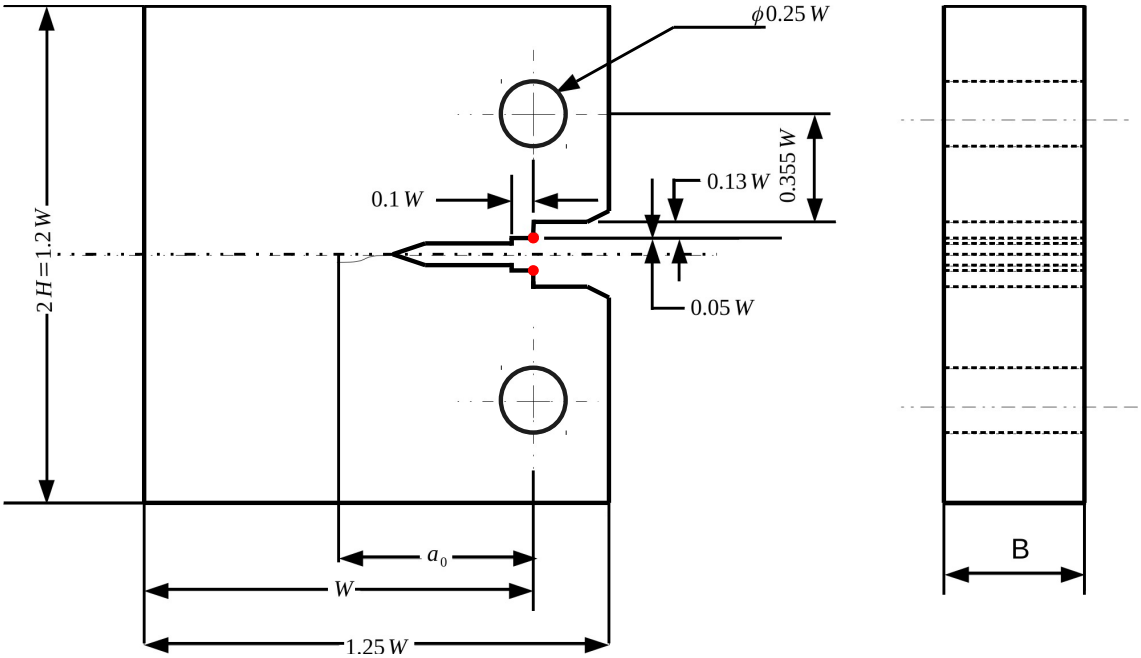


FIGURE 1.30 – Une éprouvette CT (Compact Tension) selon la norme ASTM E1820

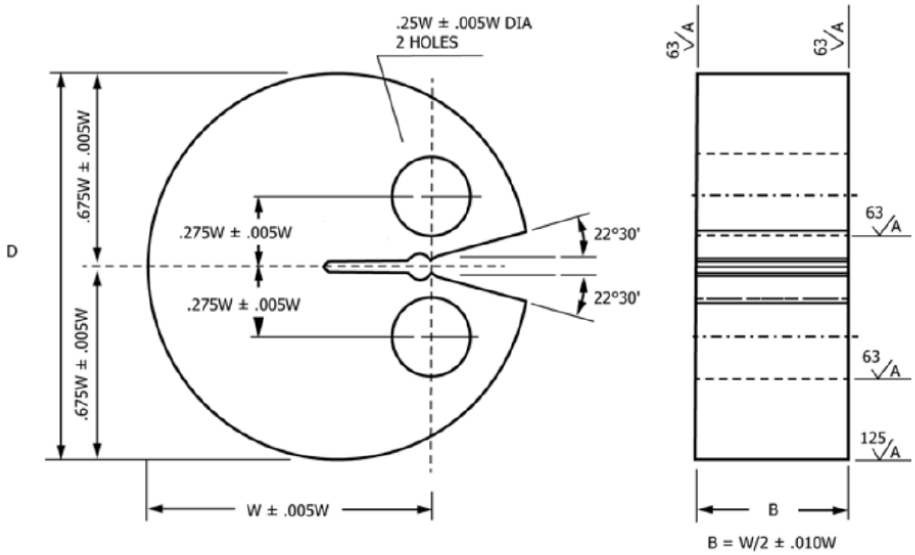


FIGURE 1.31 – Éprouvette Disk Compact Tension selon les rapports de dimension indiqués par la norme ASTM E1820 [39]

Il existe deux types d'éprouvettes SENT : (i) encastrée («clamped»), (ii) chargée par goupilles («pin–loaded»). Dans cette thèse, la géométrie encastrée a été utilisée pour les éprouvettes macroscopiques. La figure 1.32 donne un plan pour cette dernière géométrie. La zone d'encastrement («gripped area») est serrée par des mors hydrauliques qui permettent de solliciter l'éprouvette. Comme sur la CT, on retrouve les quantités B, W et a_0. L'importance d'avoir une longueur d'amarrage (Day-light between grips) ainsi qu'une longueur importante pour la zone utile ($L = 10W$) nécessite un emploi de matière conséquent pour réaliser cette éprouvette. La figure 1.33 montre les deux configurations employées dans le cas des éprouvettes SENT : (a) éprouvettes goupillées (pin loaded), (b) éprouvettes encastrées (clamped).

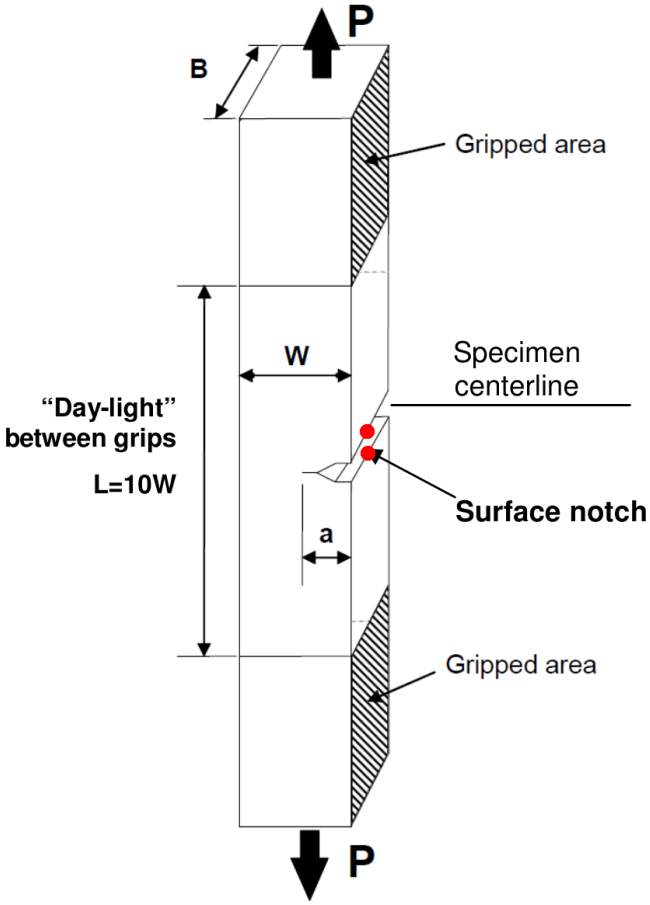


FIGURE 1.32 – Une éprouvette SENT encastrée.

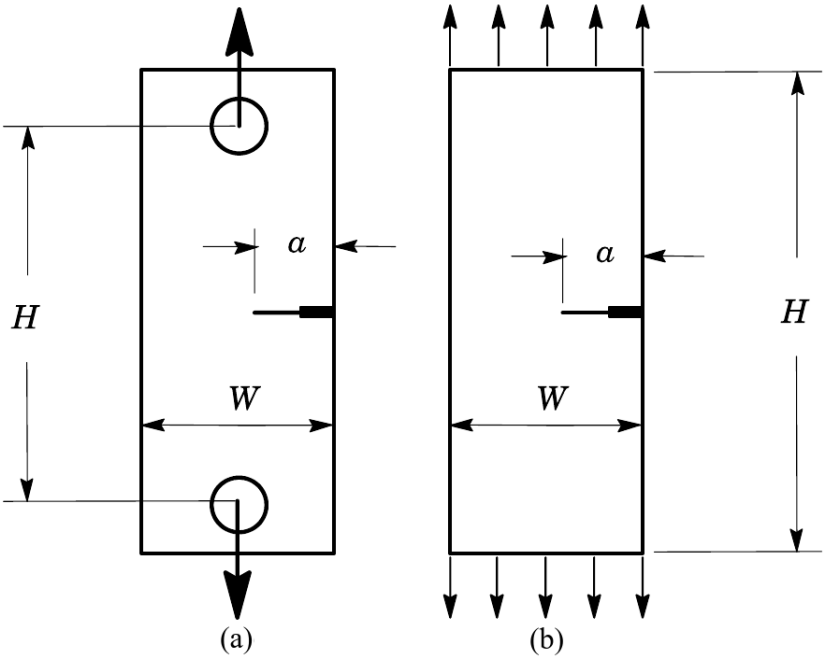


FIGURE 1.33 – Géométries des éprouvettes SENT étudiées par Cravero *et al.* ; (a) éprouvettes goupillées ; (b) éprouvettes encastrées [40]

1.3.1 Préparation des essais

Pré-fissuration

L'expérience montre qu'une entaille usinée ne peut pas donner des résultats fiables quant à la mesure de la ténacité. Selon la norme, la méthode la plus efficace consiste à réaliser une entaille par usinage de type Narrow Notch, par exemple, puis de cycler en fatigue pour amorcer une fissure plus représentative de la réalité. Cette norme préconise différentes formes d'entailles initiales qui ont pour but :

— de créer une concentration de contraintes qui permettra d'amorcer une fissure introduite par fatigue

— de localiser la fissure et de contrôler son avancée

Les figures 1.34 montrent les différentes formes d'entailles présentées dans la norme.

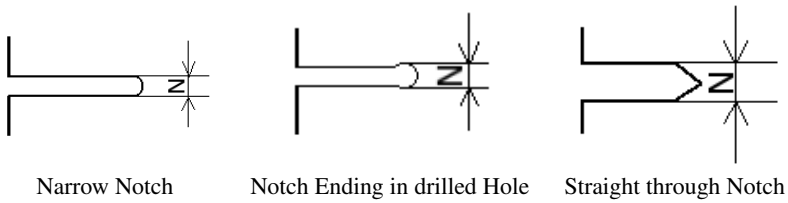


FIGURE 1.34 – Différentes entailles initiales suggérées par la norme

La norme ASTM E1820 [39] définit un intervalle d'acceptabilité pour les entailles initiales après pré-fissuration. La figure 1.35 montre la différence entre une entaille acceptable et une autre non acceptable.

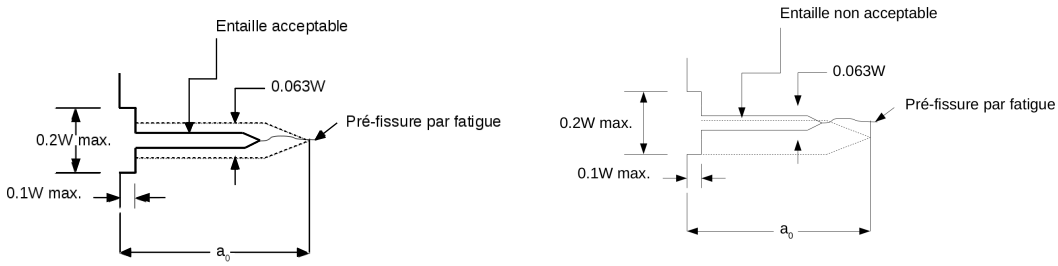


FIGURE 1.35 – Acceptabilité pour les entailles initiales

La longueur de la pré-fissure par fatigue doit être entre $0.45W$ et $0.70W$.

Les entailles usinées dans nos éprouvettes sont de type Narrow Notch. Elles ont été usinées en électro-érosion au fil .

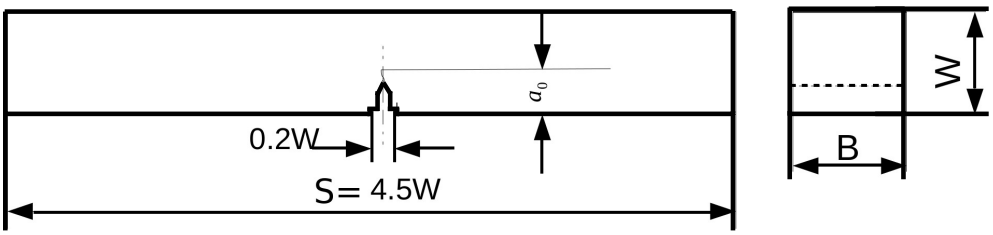


FIGURE 1.36 – Une éprouvette SENB selon la norme ASTM E1820

La pré-fissuration est une étape importante pour l'obtention de résultats fiables. La distribution de charge dans l'éprouvette doit être uniforme dans l'épaisseur pendant l'essai. Toutefois, cette distribution doit être similaire sur les deux faces de l'éprouvette pour éviter toute bifurcation qui pourrait faire dévier la fissure et fausser les résultats. Pour les CT, le dispositif de chargement utilisé pour la pré-fissuration doit être le même que celui utilisé pour l'essai. Cependant, les SENT sont testées en étant encastrées dans des mors alors qu'elles sont pré-fissurées en flexion 3-points. Un schéma d'une éprouvette de flexion (SENB : Single Edge Notched Bending) est donné à la figure 1.36. Ce mode de pré-fissuration est plus simple à mettre en œuvre et il est plus facile de contrôler la symétrie de la pré-fissure. Au cours de la pré-fissuration, il faut respecter une valeur maximale pour le facteur d'intensité des contraintes (K_{max}). En effet, pendant la phase pré-fissuration il faut rester en plasticité confinée et avec un rayon de zone plastique très petit. En pratique, les éprouvettes ont été pré-fissurées avec un K_{max} égal à 7 MPa $\sqrt{\text{m}}$ et un rapport de charge égal à 0.1. Les formulaires pour le calcul de K_I sont donnés plus bas en 1.3.3.

L'amorçage d'une pré-fissure dans l'éprouvette est une étape très critique, il faut donc être très minutieux. La fissure peut s'amorcer sur une face avant l'autre. Il faut arrêter l'essai et inverser l'éprouvette ou mettre des cales pour résoudre ce problème de dissymétrie.

Après la pré-fissuration, il existe une étape importante pour la bonne évaluation de la ténacité. Cette étape est celle de l'usinage des entailles latérales. En effet, les entailles latérales consistent à réduire localement l'épaisseur des éprouvettes afin de se rapprocher le plus possible du cas d'une déformation plane. La norme ASTM E1820 recommande une valeur maximale de matière enlevée égale à 0.25B. La norme donne aussi des recommandations sur le rayon de l'entaille et son angle qui doivent être inférieurs respectivement à 100 μm et 70°. Les travaux de Nalawade *et al.* [41] montrent que ces derniers paramètres jouent d'une façon significative sur la SZW (Strech Zone Width) critique et confirment les préconisations de la norme.

Ces étapes de préparation sont applicables sur les CT, les mini–DCT, les SENT encastrées et les mini–SENT goupillées. Plus loin dans ce mémoire, on détaillera les conditions de pré–fissuration et d'essai pour chacun de ces types d'éprouvettes.

1.3.2 Réalisation d'un essai de ténacité sur des éprouvettes standards

Les essais de ténacité peuvent être réalisés en suivant deux approches :

— La méthode dite «single specimen» : cette méthode consiste à appliquer des cycles de charge-décharge pendant l'essai. En effet, ces cycles permettent de déterminer l'évolution de la rigidité de l'éprouvette pour remonter à la longueur de la fissure.

— La méthode dite «multi-specimens» : cette méthode consiste à utiliser plusieurs éprouvettes et à les arrêter à des moments différents de l'essai (ce qui correspond à différentes avancées de fissure). L'étude de l'ensemble des éprouvettes testées permet de remonter directement à la longueur de fissure pour chaque essai. L'avancée de fissure peut être marquée par un traitement thermique puis l'éprouvette est rompue à température cryogénique (azote liqiude).

1.3.3 Exploitation d'un essai de ténacité sur des éprouvettes standards : mécanique linéaire de la rupture

En mécanique linéaire de la rupture, il convient de déterminer le facteur d'intensité des contraintes K_I en fonction du chargement et de la géométrie.

Dans le cas des **éprouvettes CT**, on a la relation suivante :

$$K_I = \frac{P}{\sqrt{BB_N W}} \times f_K(\frac{a}{W}) \tag{1.25}$$

où P est la charge appliquée. B est l'épaisseur de l'éprouvette et B_N l'épaisseur réduite compte tenu de la présence des entailles latérales. $f_K(a/W)$ est une fonction donnée par [39] :

$$f_K\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{2+\frac{a}{W}}{\left(1-\frac{a}{W}\right)^{3/2}}\left[0.886+4.64\frac{a}{W}-13.32\left(\frac{a}{W}\right)^2+14.72\left(\frac{a}{W}\right)^3-5.6\left(\frac{a}{W}\right)^4\right] \tag{1.26}$$

Dans le cas des **éprouvettes DCT**, l'équation 1.25 est toujours valide mais la fonction $f(a/W)$ est légèrement différente [39] :

$$f_K\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{2+\frac{a}{W}}{\left(1-\frac{a}{W}\right)^{3/2}}\left[0.76+4.8\frac{a}{W}-11.58\left(\frac{a}{W}\right)^2+11.43\left(\frac{a}{W}\right)^3-4.08\left(\frac{a}{W}\right)^4\right] \tag{1.27}$$

Dans le cas des **éprouvettes SENT**, les formulaires proposés par Cravero et Ruggieri [40] seront utilisés. La fonction $f_K(a/W)$ est exprimée comme un polynôme d'ordre 5. Les coefficients du polynôme ($\xi_{0...5}$ dans [40]) dépendent du mode de chargement (pin loaded ou clamped), du rapport H/W et de la position de la pointe de fissure par rapport à la ligne de chargement (cas pin loaded). La figure 1.37 illustre ce cas ; la distance c correspond à la distance entre la pointe de fissure et la ligne de chargement. Le facteur d'intensité des contraintes est toujours donné par l'équation 1.25.

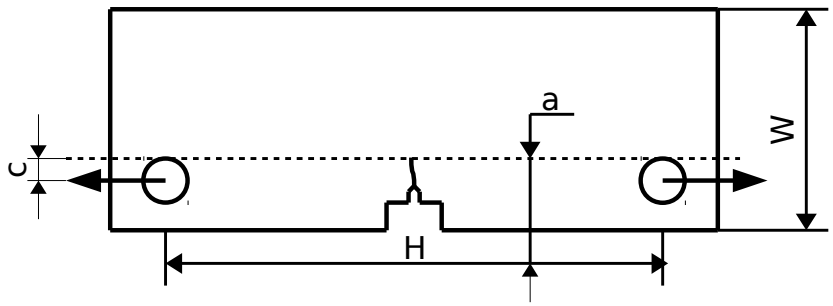


FIGURE 1.37 – Schéma explicatif du paramètre géométrique c tel que décrit par Cravero *et al.* [40].

Enfin pour les **éprouvettes** SENB (employées pour pré–fissurer les éprouvettes SENT) on a :

$$K_I = \left[\frac{PS}{(BB_N)^{1/2}\,W^{3/2}}\right] f_K\left(\frac{a}{W}\right) \tag{1.28}$$

où S est la distance entre appuis. La fonction $f_K(a/W)$ est alors donnée par :

$$f_K\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{3\left(\frac{a}{W}\right)^{1/2}}{2\left(1+2\frac{a}{W}\right)\left(1-\frac{a}{W}\right)^{3/2}}\left[1.99-\left(\frac{a}{W}\right)\left(1-\frac{a}{w}\right)\left(2.15-3.93\left(\frac{a}{W}\right)+2.7\left(\frac{a}{W}\right)^2\right)\right] \tag{1.29}$$

1.3.4 Relation entre longueur de fissure et souplesse de l'éprouvette

La méthode d'essai dite «single specimen» est conduite en réalisant des décharges partielles qui permettent de déterminer la souplesse de l'éprouvette C_{LL} puis la longueur de la fissure. Il est alors nécessaire de relier C_{LL} à a/W. La souplesse C_{LL} est définie par :

$$C_{LL} = \frac{\Delta \text{CMOD}}{\Delta P} \tag{1.30}$$

dans le domaine linéaire. Le CMOD (Crack Mouth Opening Displacement) est mesuré sous la ligne de chargement (Load Line : LL).

On définit alors le paramètre adimensionnel u comme :

$$u = \frac{1}{\sqrt{B_e E C_{LL}} + 1} \tag{1.31}$$

où

$$B_e = B - \frac{(B - B_N)^2}{B} \tag{1.32}$$

L'expression de u est différente pour les SENB.

a/W et u sont reliés par une expression polynomiale

$$\frac{a}{W} = P_a(u)$$

où le polynôme $P_a(u)$ est donné dans le tableau suivant en fonction des géométries :

Eprouvettes	$P_a(u)$
CT	$1.000196 - 4.06319u + 11.242u^2 - 106.043u^3 + 464.335u^4 - 650.677u^5$
DCT	$0.998193 - 3.88087u + 0.187106u^2 + 20.3714u^3 - 45.2125u^4 + 44.5270u^5$
SENT (pin loaded)	$1.0056 - 2.8774u + 5.4420u^2 - 12.510u^3 + 16.102u^4 - 7.0642u^5$
SENT (clamped)	$\beta_0 + \beta_1 u + \beta_2 u^2 + \beta_3 u^3 + \beta_4 u^4 + \beta_5 u^5$
	$\beta_0 \ldots \beta_5$ dépendent du rapport H/W

La norme ASTM E1820 propose également des formules pour évaluer directement la souplesse sous la forme :

$$C_{LL} = \frac{1}{EB_e}\left(\frac{1 + a/W}{1 - a/W}\right)^2 P_C(a/W) \tag{1.33}$$

où $P_C(a/W)$ est un polynôme d'ordre 5.

1.3.5 Exploitation d'un essai de ténacité sur des éprouvettes standards : mécanique non–linéaire de la rupture *sans* avancée ductile

En suivant les travaux de Ernst, Paris et Landes (voir revue dans [42]), l'intégrale J peut être décomposée en une partie élastique et une partie plastique :

$$J = J_e + J_p \tag{1.34}$$

J_e est obtenu en employant la formule d'Irwin comme :

$$J_e = \frac{K_I^2}{E'} \tag{1.35}$$

où K_I est calculé en suivant les formules présentées dans la section 1.3.3. E' est définit selon la relation : $E' = E/(1 - \nu^2)$ J_p est calculé comme :

$$J_p = \eta_{pl} \frac{A_{pl}}{B_N(W - a)} \tag{1.36}$$

où A_{pl} est l'énergie plastique sous la courbe Force—CMOD (figure 1.38). L'aire sous la courbe A est en pratique calculée avec la méthode des trapèzes. On lui retranche la partie élastique A_{el} de sorte que :

$$A_{pl} = A - \frac{1}{2} C_{LL}(a/W) P^2 \tag{1.37}$$

Dans l'équation 1.36, le facteur adimensionnel η_{pl} dépend du type d'éprouvette et du rapport a/W. On constate que J_p correspond au travail plastique A_{pl} divisé par l'aire du ligament $B_N(W-a)$ corrigé du paramètre η_{pl}.

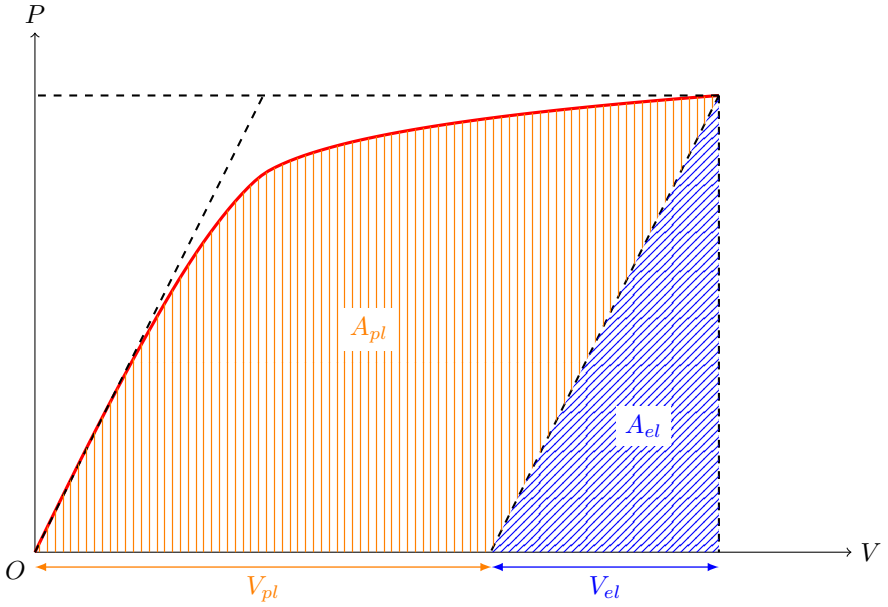


FIGURE 1.38 – Courbe Force—Déplacement pour un essai sur éprouvette fissurée.

La valeur de η_{pl} est la suivante pour les éprouvettes CT et DCT :

$$\eta_{pl} = 2 + 0.522(1 - a/W) \qquad \text{CT et DCT}$$

Le cas des SENT est plus complexe [40]. Dans le cas des éprouvettes SENT goupillées, on a

$$\eta_{pl} = 0.9167 + 0.0837\left(\frac{a}{W}\right) \qquad \text{SENT goupillée} \tag{1.38}$$

Cette relation est bien confirmée par le calcul par éléments finis comme indiqué sur la figure 1.39. Dans le cas des éprouvettes SENT encastrées, η_{pl} dépend du rapport H/W. Dans le cas où $H/W = 10$, on a :

$$\eta_{pl} = 1.0398 - 0.687\left(\frac{a}{W}\right) \qquad \text{SENT encastrée pour } H/W = 10 \tag{1.39}$$

On constate que η_{pl} dépend plus fortement du rapport a/W dans le cas SENT encastrée.

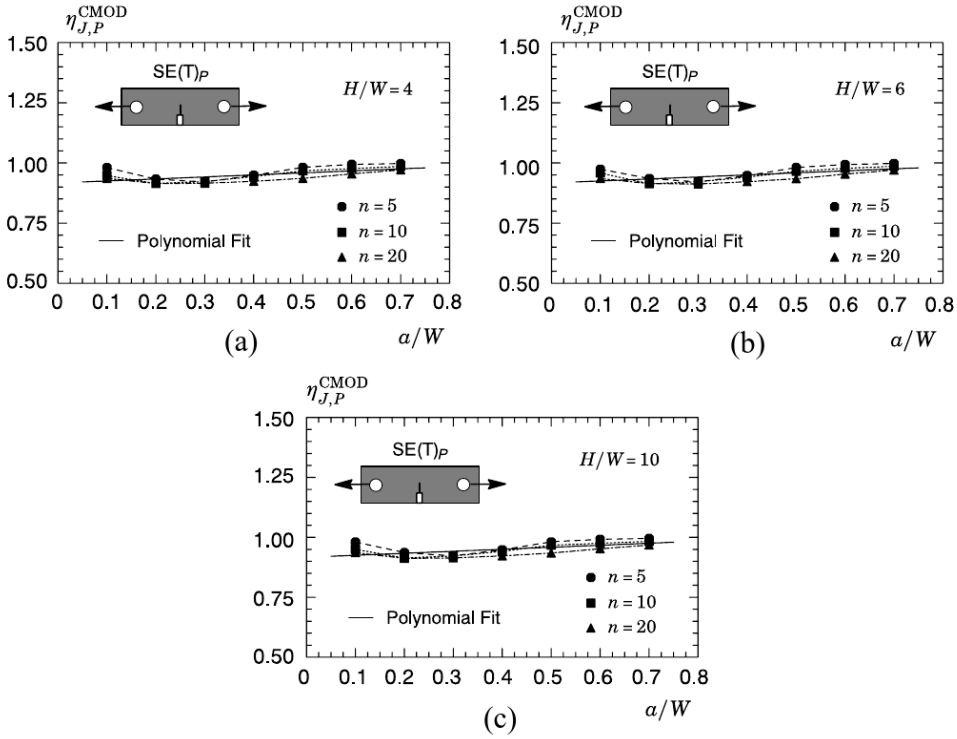


FIGURE 1.39 – Variation du facteur plastique η_{pl} en fonction de a/W déterminé au niveau de CMOD pour des valeurs de H/W : (a) $H/W = 4$, (b) $H/W = 6$ et (d) $H/W = 10$ [40]

Toutes ces formulations sont basées sur une analyse en 2D (DP). Toutefois Cravero *et al.* montrent qu'elles restent valides pour une analyse en 3D. La figure 1.40 présente une comparaison entre ces deux analyses. Ils constatent que pour a/W appartenant à l'intervalle $[0.1, 0.7]$ (dans la configuration de $H/W = 6$ et un exposant d'écrouissage $n = 10$) les analyses 2D et 3D donnent quasiment les mêmes valeurs de η_{pl}.

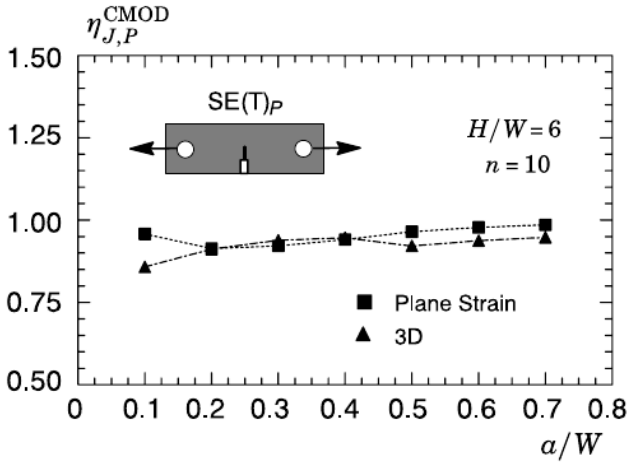


FIGURE 1.40 – Comparaison entre η_{pl} dérivé du CMOD pour des calcul 2D (DP) et une analyse 3D pour des éprouvettes goupillées [40]

1.3.6 Exploitation d'un essai de ténacité sur des éprouvettes standards : Mécanique non–linéaire de la rupture *avec* avancée ductile

Dans le cas où il y a avancée ductile de la fissure, la procédure de calcul de J doit être adaptée afin de prendre en compte le changement de la géométrie. La procédure proposée par la norme ASTM-E1820 est incrémentale et repose sur les travaux de Ernst et Landes résumés dans [42].

On dispose d'une suite de n incréments pour lesquels les quantités suivantes sont connues : a^i, A^i_{pl}, CMOD^i_{pl}, P^i. En pratique ses valeurs sont obtenues pour chaque décharge partielle lorsqu'on applique la méthode dite «single specimen». On a alors :

$$J^i_{pl} = \left[J^{i-1}_{pl} + \left(\frac{\eta^{i-1}_{pl}}{b^{i-1}}\right)\left(\frac{A^i_{pl} - A^{i-1}_{pl}}{B_N}\right)\right]\left[1 - \gamma^{i-1}_{pl}\left(\frac{a^i - a^{i-1}}{b^{i-1}}\right)\right] \tag{1.40}$$

où $b^i = W - a^i$, $\eta^i_{pl} = \eta_{pl}(a^i)$ et $\gamma^i_{pl} = \gamma_{pl}(a^i/W)$. La fonction $\gamma_{pl}(a/W)$ est donnée par :

$$\gamma_{pl}(a/W) = \eta_{pl} - 1 - \left(1 - \frac{a}{W}\right)\frac{1}{\eta_{pl}}\frac{d\eta_{pl}}{d(a/W)} \tag{1.41}$$

La norme propose l'approximation suivante pour γ dans le cas des éprouvettes CT et DCT :

$$\gamma_{pl}(a/W) = 1 + 0.76(1 - a/W) \qquad \text{CT et DCT} \tag{1.42}$$

En pratique cette formule donne un résultat très proche de 1.41. On utilisera par contre cette formule pour les SENT.

Le travail plastique peut être évalué par la méthode des trapèzes à partir de la suite des données comme :

$$A^i_{pl} = A^{i-1}_{pl} + \frac{\left[P^i + P^{i-1}\right]\left[\mathrm{CMOD}^i_{pl} - \mathrm{CMOD}^{i-1}_{pl}\right]}{2} \tag{1.43}$$

La procédure donne finalement une courbe reliant J à Δa (figure 1.41–(a)) exprimant la résistance du matériau à la propagation d'une fissure. La première partie de la courbe correspond à l'émoussement de la fissure : l'avancée se fait par plasticité et non par déchirure de la matière. Dans ce cas on a :

$$\Delta a \approx \frac{\mathrm{CTOD}}{2} = \frac{J}{2\sigma_Y} \tag{1.44}$$

en utilisant l'équation 1.24. On a donc la relation :

$$J = 2\sigma_Y \Delta a \tag{1.45}$$

En pratique on emploie parfois la relation $J = M\sigma_Y\Delta a$ où M peut être ajusté mais doit rester près de 2. La figure 1.41–(b) illustre le lien entre CTOD et Δa.

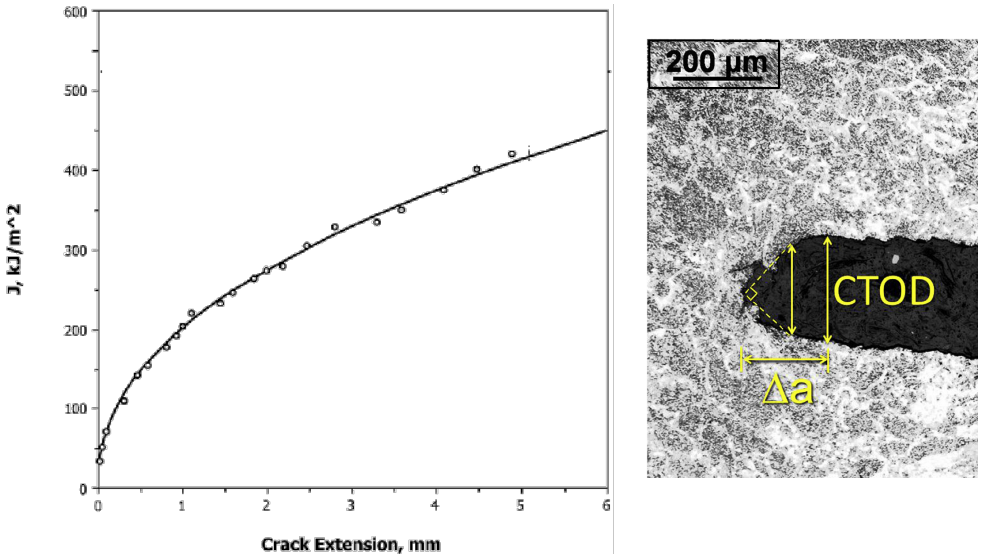


FIGURE 1.41 – (a) Courbe J—Δa. (b) Visualisation du CTOD [43].

1.3.7 Corrections de rotation

Lors des essais, les éprouvettes se déforment de sorte que leur complaisance est modifiée. Une correction permet de prendre en compte cette variation. La complaisance corrigée sera alors employée pour calculer le paramètre u (équation 1.31) puis a/W.

Éprouvettes CT et DCT : Dans le cas de **l'éprouvette CT et DCT**, il s'agit essentiellement d'une rotation (voir figure 1.42). En conséquence, la norme ASTM propose de corriger la complaisance mesurée pour chaque décharge partielle comme suit :

$$C_{cLL} = \frac{C_{LL}}{\left(\frac{H^*}{R} sin\theta - cos\theta\right)\left(\frac{D}{R} sin\theta - cos\theta\right)} \tag{1.46}$$

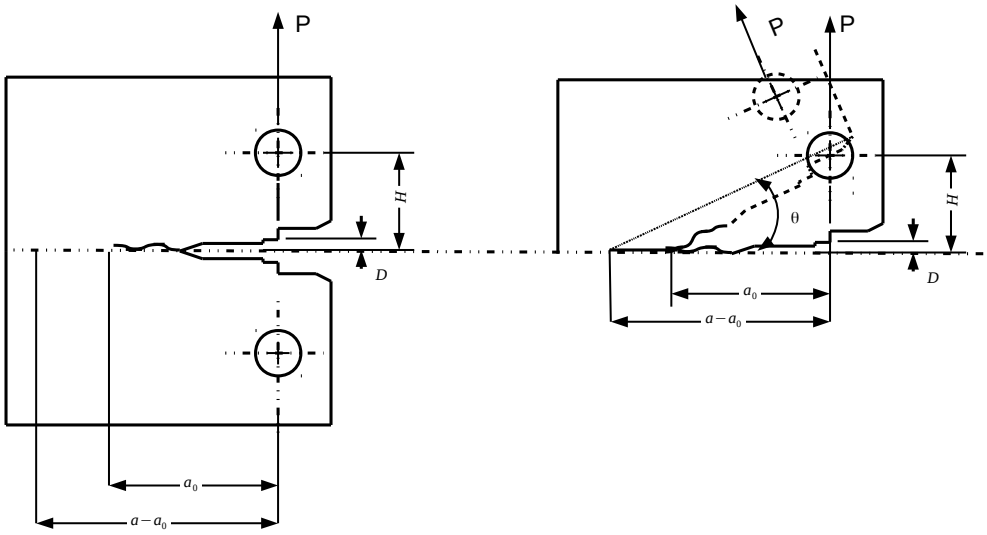
Avec :

C_{LL}	la complaisance mesurée
C_{cLL}	la complaisance corrigée de l'éprouvette
H^*	moitié-portée initiale du point de chargement
R	rayon de rotation du centre de la fissure $(W+a)/2$
D	la moitié de la distance initiale entre les deux points de mesure
θ	l'angle de rotation du corps rigide

L'angle θ est donné par la formule suivante 1.47 :

$$\theta = \arcsin\left(\frac{D + \frac{\text{CMOD}_m}{2}}{\sqrt{D^2 + R^2}}\right) - \arctan\left(\frac{D}{R}\right) \tag{1.47}$$

où CMOD_m est le déplacement mesuré avant la charge—décharge. La mesure du CMOD ne peut se faire exactement sur le plan de symétrie. Elle est effectuée à une distance D de ce plan.



(a) (b)

FIGURE 1.42 – Schématisation de la distance réellement mesurée par l'extensomètre : (a) l'extensomètre mesure 2×D, (b) la mesure réelle de 'extensomètre est altérée par la rotation d'angle θ

Éprouvettes SENT goupillées : Lors des essais, l'éprouvette SENT goupillée peut librement tourner autour de la goupille de chargement. La figure 1.43 montre le déplacement du point de mesure au niveau de la ligne de charge par rapport à sa position initiale dans une éprouvette non déformée (figure 1.43 (a)) ou encore le déplacement du point de mesure au niveau de l'extensomètre dans la configuration déformée (figure 1.43 (b)). La correction de rotation est basée sur des relations trigonométriques. On obtient donc :

$$\tan(\theta + \Phi) = \frac{(V_c/2) + D}{R_C + z} \tag{1.48}$$

Avec θ l'angle de rotation, R_C la position du centre de rotation, D la moitié de la distance entre les points de mesures, V_c le CMOD corrigé tel que le montre la figure 1.43–(b). z représente le décalage horizontal du point de mesure du CMOD dans le cas où une rallonge a été ajoutée pour accrocher l'extensomètre «clip». Dans cette étude pour les éprouvettes SENT macroscopiques, $z = 0$ car le point d'accrochage est directement usiné dans la matière. Le décalage vertical D est par contre non nul. Φ est l'angle défini par la relation suivante 1.49

$$\Phi = \arctan\left(\frac{D}{R_C + z}\right) \tag{1.49}$$

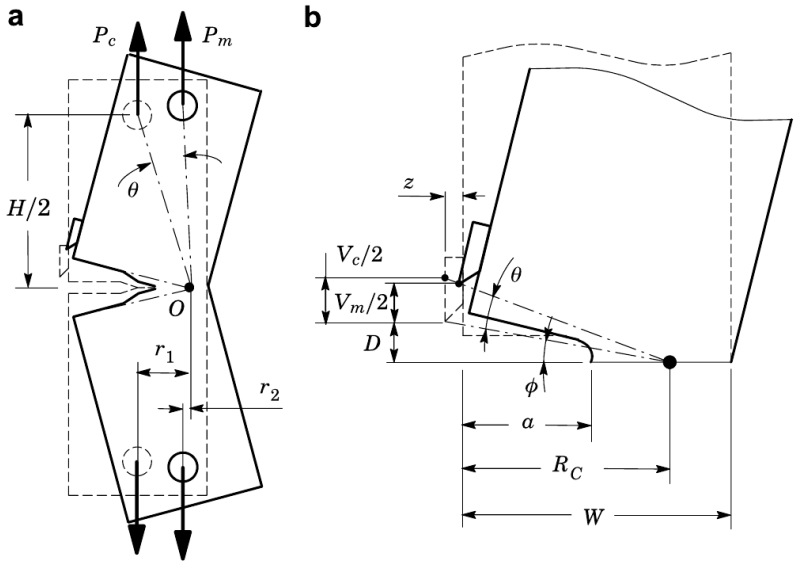


FIGURE 1.43 – Correction de la rotation des SENT «pin–loaded» ; (a) déplacement du point de mesure au niveau du LLD (Load Line Displacement) (b) Déplacement du point de mesure au niveau de l'extensomètre [40]

En faisant l'hypothèse que $D \ll R_C$, le CMOD corrigé est alors donné par :

$$V_c \simeq 2 \times R_C \tan\theta \tag{1.50}$$

En se basant sur les relations trigonométriques on peut écrire :

$$\sin(\theta + \Phi) = \frac{(V_m/2) + D}{\sqrt{D^2 + (R_C + z)^2}} \tag{1.51}$$

De cette équation 1.51 on peut écrire V_m (CMOD mesuré) sous la forme donnée par l'équation suivante :

$$V_m = 2\left[R_C \sin\theta + D(\cos\theta - 1)\right] \tag{1.52}$$

Le déplacement mesuré V_m et le déplacement corrigé V_c sont liés par la relation suivante :

$$V_c = \frac{V_m}{\cos\theta - \dfrac{D\tan\theta}{2R_C}} \tag{1.53}$$

En prenant en considération les moments appliqués au centre de rotation O pour la configuration déformée comme pour la configuration non déformée, la charge mesurée P_m et la charge corrigée P_c sont liées avec la relation suivante 1.54 :

$$P_c r_1 = P_m r_2 \qquad \text{soit} \quad P_c = \frac{r_2}{r_1} P_m \tag{1.54}$$

Avec r définit par :

$$r_2 = r_1 \cos\theta - \frac{H}{2}\sin\theta \tag{1.55}$$

et r_1 donné par :

$$r_1 = R_C - \left(\frac{W}{2}\right) \tag{1.56}$$

Les complaisances mesurée et corrigée sont données (dans le régime de charge—décharge élastique) par :

$$C_m = \frac{\Delta V_m}{\Delta P_m} \qquad C_c = \frac{\Delta V_c}{\Delta P_c} \tag{1.57}$$

En combinant les équations 1.53 et 1.54, la complaisance corrigée est donc donnée par :

$$C_c^{\mathrm{CMOD}} = \frac{C_m^{\mathrm{CMOD}}}{\left[\cos\theta - \dfrac{D\tan\theta}{2(R_C+z)}\right]\left[\cos\theta - \dfrac{H\sin\theta}{2r_2}\right]} \tag{1.58}$$

Dans leur étude, Cravero et Ruggieri ont également développé un dépouillement des SENT goupillées en utilisant le déplacement mesuré au niveau de la ligne de charge. La correction de la complaisance issue des mesures au niveau de la ligne de charge nécessite uniquement une correction de la charge C_c^{LLD} et est donc donnée par l'expression suivante :

$$C_c^{LLD} = \frac{C_m^{\mathrm{LLD}}}{\left[\cos\theta - \dfrac{H\sin\theta}{2r_2}\right]} \tag{1.59}$$

L'ensemble des équations précédentes ne fournit pas le rayon de rotation R_c. Cravero et Ruggieri postulent que R_c s'exprime comme a plus une fraction r_p de la longueur du ligament :

$$R_c = a + r_p(W-a) \tag{1.60}$$

$0 < r_p < 1$ varie fortement pour les fissures courtes ($a/W < 0.2$) mais il peut être considéré comme constant pour les fissures profondes $r_p \approx 0.65$. Cette valeur sera employée par la suite.

Éprouvettes SENT encastrées : Bien que les éprouvettes encastrées soient moins sujettes à la rotation, il est important de garder à l'esprit que les calibrations des différentes fonctions nécessaires pour appliquer la procédure normalisée sont obtenues en ne prenant pas en compte la déformation des éprouvettes. En particulier la fonction reliant u à a/W est établie dans la configuration initiale. Une telle approche ne prend donc pas en compte le développement d'un champ de déformation plastique à proximité de la pointe de la fissure pendant le processus d'émoussement. Cette modification de la géométrie produit une augmentation de la rigidité de l'éprouvette. Pour tenir compte de cet effet, il est proposé dans [44] de corriger la souplesse mesurée C_m pour obtenir une souplesse corrigée C_c :

$$C_c = F_r C_m \tag{1.61}$$

où le facteur de correction F_r est donné par :

$$F_r = \frac{1}{1 - 0.165\dfrac{a_0}{W}\dfrac{P}{P_Y}} \tag{1.62}$$

où P_Y désigne la charge limite simplement évaluée comme le produit de la contrainte moyenne d'écoulemement (σ_Y) et de la section portante :

$$P_Y = \sigma_Y(W - a_0) \tag{1.63}$$

avec

$$\sigma_Y = \frac{1}{2}(\sigma_{0.2} + R_m) \tag{1.64}$$

($\sigma_{0.2}$: limite d'élasticité conventionnelle, R_m : contrainte nominale maximale).

1.3.8 Validité des essais

Dans le domaine de la mécanique linéaire de la rupture (rupture fragile pour les aciers) la norme ASTM E399 impose les conditions suivantes : on détermine tout d'abord la pente initiale K_0 de la courbe force—ouverture. On détermine ensuite l'intersection de la droite de pente $0.95K_0$ avec la même courbe. Cette intersection détermine une charge P_Q. L'essai est valide si la force à rupture P_{max} est inférieure à $1.1P_Q$. Si l'intersection ne peut être déterminée, le critère est validé et P_Q est pris égal à P_{max}. Cette condition exprime le fait que le comportement de l'éprouvette avant rupture doit être faiblement non linéaire. La ténacité K_Q est alors calculée en utilisant les formules de la section 1.3.3. Un second critère doit alors être respecté :

$$2.5\left(\frac{K_Q}{\sigma_{0.2}}\right)^2 \leq W - a \tag{1.65}$$

On se souvient de l'expression donnant la taille de la zone plastique en déformation plane (équation 1.14) : $r_y = 1/(3\pi)(K/\sigma_{0.2})^2$. La condition de validité peut alors être exprimée comme :

$$2.5 \times (3\pi) \times r_y \approx 24 r_y < W - a \qquad \text{ou} \qquad r_y < \frac{1}{24}(W - a) \tag{1.66}$$

La condition de validité exprime donc le fait que la taille de la zone plastifiée en pointe de fissure doit être beaucoup plus petite que la taille du ligament. Dans le cadre de cette étude, dédiée à la rupture ductile, ces conditions ne seront bien sûr pas employées. Elles montrent toutefois clairement qu'il peut devenir difficile de réaliser les essais valides selon la norme dans le cas de petites éprouvettes.

Dans cas de la mécanique non linéaire de la rupture, la norme ASTM E1820 fournit également des conditions de validité. Tout d'abord l'avancée de la fissure doit être inférieure à $0.25(W - a_0)$. La valeur maximale de J mesurée est telle que :

$$J < J_{\max} = \frac{1}{10}\min(W - a_0, B)\sigma_Y \tag{1.67}$$

On a donc également

$$\frac{J_{\max}}{\sigma_Y} \approx \mathrm{CTOD}_{\max} \tag{1.68}$$

En absence de propagation de la fissure, la condition de validité impose donc que les dimensions caractéristiques de l'éprouvette soient au moins 10 fois plus grande que le CTOD.

La norme propose également une procédure visant à déterminer la valeur de J pour laquelle l'avancée «réelle» (I.e. ne tenant pas compte de l'émoussement) est de 0.2 mm. Il s'agit alors de calculer le point d'intersection entre la courbe J—Δa et la droite de pente $2\sigma_Y$ passant par le point $\Delta a = 0.2$ mm et $J = 0$. Cette droite représente l'avancée par plasticité due à l'émoussement (voir figure 1.44). Le point d'intersection donne la valeur J_Q qui peut être utilisée comme critère de dimensionnement. La détermination de J_Q est fondée sur l'ajustement d'une courbe J—Δa de la forme $J = J_0(\Delta a/\Delta a_0)^m$ (courbe en rouge sur la figure 1.44) qui peut être ajustée en prenant des valeurs de J allant jusqu'à $J_{\text{limit}} = \sigma_Y(W - a_0)/7.5$. On ne considérera également que les points situés à gauche de la droite de pente $2\sigma_Y$ et passant par le point $\Delta a = 1.5$ mm et $J = 0$ (droite d'exclusion sur la figure 1.44). On calcule également une valeur de ténacité (formule d'Irwin) :

$$K_Q = \sqrt{J_Q E'} \tag{1.69}$$

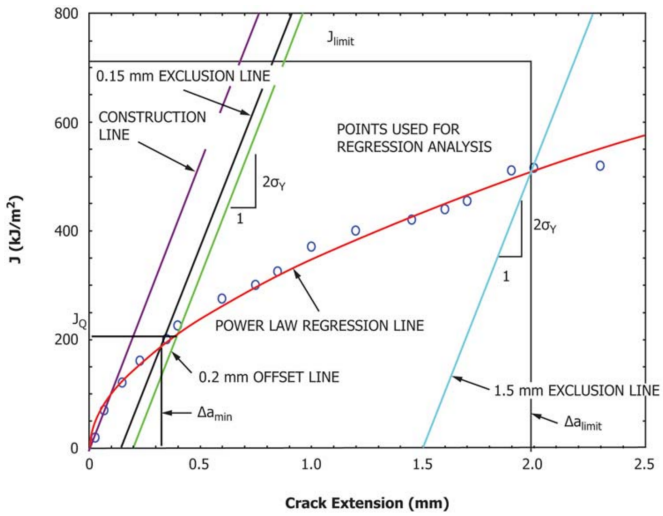


FIGURE 1.44 – Dépouillement d'un essai de déchirure ductile selon la norme ASTM E1820.

Afin d'illustrer la difficulté à employer des mini–éprouvettes, on peut considérer la valeur de J_Q donnée par la figure 1.44 : $J_Q = 200$ kJ/m^2. En prenant une valeur réaliste pour un acier de $\sigma_Y = 500$ MPa on obtient que la taille du ligament doit être supérieure à : $W - a_0 > J_Q/\sigma_Y =$ 4 mm. Pour $J = 500$ kJ/m^2 (dernier point valide sur la courbe) on a : $W - a_0 > 10$ mm. On verra par la suite que cette dernière valeur n'est pas compatible avec les tailles envisagées pour les mini–éprouvettes extraites de coupons.

1.4 Conclusion

Dans ce chapitre, on présente les différentes types d'éprouvettes miniaturisées d'une façon non exhaustive. On souligne surtout l'usage des mini–éprouvettes de traction pour la caractérisation des propriétés mécaniques, des mini–éprouvettes Charpy pour l'étude de la transition ductile–fragile. Les éprouvettes de fissuration pour l'étude de la ténacité sont également décrites. Les éprouvettes pour les essais «Small Punch Test» sont décrites ainsi que leur exploitation pour déterminer les propriétés mécaniques classiques ainsi que la ténacité. Par la suite, on présente les bases de la mécanique de la rupture qui permettront de comprendre les origines de la norme ASTM E1820. Puis, on détaille les parties de la norme qui nous semblent les plus intéressantes pour notre étude en terme de préparation des essais, de réalisation et de dépouillement. Dans le cas des mini–SENT, on s'appuie sur les travaux de Cravero et Ruggieri [40] qui ont servi de base pour le dépouillement et l'analyse de ces éprouvettes.

Chapitre 2

Matériaux de l'étude : caractérisation microstructurale

2.1 Introduction

Le gaz naturel est un combustible fossile piégé, comme le pétrole, dans des roches poreuses du sous-sol. Il est issu de la pyrolyse de matières organiques sédimentaires soumises, en s'enfouissant, à des températures et des pressions croissantes.

Les réserves de gaz sont inégalement réparties dans le monde. Il faut donc pouvoir acheminer ce gaz vers les zones de forte consommation. Le transport de ce gaz peut être effectué par deux moyens :

— Les gazoducs : ce sont des canalisations en acier qui transportent des gaz sous pression sur de longues distances à la fois sur terre, à l'air libre, mais le plus souvent en sous-sol ou sous l'eau.

— La transformation en gaz naturel liquéfié (GNL) : ce procédé consiste à transformer le gaz en liquide pour pouvoir le transporter plus facilement quand les gazoducs sont trop coûteux ou impossibles à construire . Cette solution est notamment utilisée pour le transport maritime du gaz sur des navires, appelés méthaniers.

Dans cette étude seuls les gazoducs seront étudiés du fait qu'ils sont sujets à une contrainte orthoradiale énorme due aux pressions internes, ainsi qu'à des sollicitations externes provenant d'un environnement agressif autour de la structure.

2.2 Fabrication des gazoducs

L'amélioration des gazoducs demande un développement et une maîtrise des procédés de fabrication garantissant une bonne tenue en service. Dans le monde industriel, plusieurs techniques ont été développées au fil des années. On peut distinguer deux techniques majeures :

— Tubes soudés longitudinalement (figure 2.1 (a)) (UOE) [45]

— Tubes soudés en spirale (figure 2.1 (b)) [46]

— Tubes sans soudures (seamless) en employant le procédé Mannesmann [47].

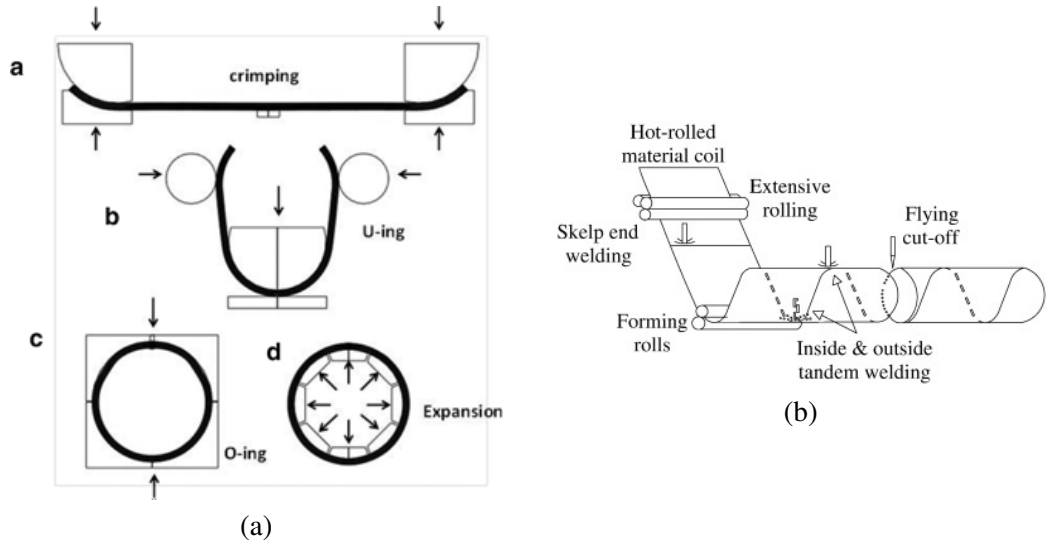


FIGURE 2.1 – Schématisation du procédé de fabrication des pipelines, (a) procédé UOE, (b) Tubes soudés en spirale

Dans le cadre cette thèse, on utilisera un tube soudé longitudinalement. Avant mise en forme en tubes prêts à être utilisés, les tôles sont laminées. C'est dans cette phase où l'on fixe

les propriétés mécaniques du pipeline. En effet, le laminage à chaud permet de déformer les grains au sein de la micro-structure et aussi les inclusions qui y sont contenues. Cette partie montrera en détails l'effet du laminage sur la micro-structure du matériau obtenu. Ils existent deux types de laminages.

Laminage à chaud

Le laminage à chaud fait référence au traitement thermique subit par l'acier au cours de la mise en forme. Il se fait à très haute température (au delà de 926°C, ce qui est au-dessus de la température de recristalisation). À cette température, l'acier est facile à mettre en forme. Les fabricants commencent par un rectangle de métal très long connu sous le nom de billette. Cette billette est chauffée puis envoyée pour un pré-traitement où elle est aplatie par des cylindres de laminoir. Cette billette est maintenue à une température élevée et traverse une série de rouleaux pour atteindre ses dimensions finales [48].

L'acier se contracte légèrement quand il est refroidit. Il y a donc moins de contrôle sur sa forme finale, le rendant moins adapté pour des applications de précision. Ce type d'aciers est souvent utilisé dans des applications où des dimensions minutieuses ne sont pas cruciales (voies ferrées, projets de construction, etc ...). On peut identifier un acier laminé à chaud avec les caractéristiques suivantes :

— Une surface calaminée (oxydation de la surface dûe à la haute température).
— Des bords et des coins légèrement arrondis pour les produits en barres ou plaques (du fait du rétrécissement).
— Légères distorsions, où le refroidissement peut provoquer des formes légèrement trapézoïdales.

Le laminage à froid

Le laminage à froid est un procédé de finition. Ce procédé est destiné pour des gammes d'épaisseurs faibles inaccessibles par le laminage à chaud. Ces épaisseurs peuvent descendre en dessous de la centaine de micromètres (de 3~4 mm jusqu'à 0.7~0.8 mm pour les tôles de construction automobile) [49]. Il existe d'autres procédés de finition à froid comprennent le tournage, le meulage et le polissage, dont chacun est utilisé pour transformer l'acier existant laminé à chaud en produits plus raffinés [50].

Un acier laminé à froid a les caractéristiques suivantes :

— Meilleure finition de surface avec des tolérances plus fines.
— Des surfaces lisses qui sont souvent grasses au toucher (du fait de la lubrification lors de la mise en forme).
— Des barres bien centrées, et souvent des bords et des angles bien définis.
— Les tubes ont une meilleure uniformité concentrique et linéarité.

Avec de meilleures caractéristiques de surface que les aciers laminés à chaud, il n'est pas surprenant que les aciers laminés à froid soient souvent utilisés pour des applications plus précises techniquement. En termes de caractéristiques physiques, les aciers travaillés à froid sont généralement plus durs et plus résistants que les aciers standards laminés à chaud. Comme le métal est formé à des températures plus basses, la dureté de l'acier, sa limité d'élasticité et sa résistance à la rupture sont tous augmentés en raison du durcissement. Par conséquent, ces aciers sont plus difficiles à mettre en forme.

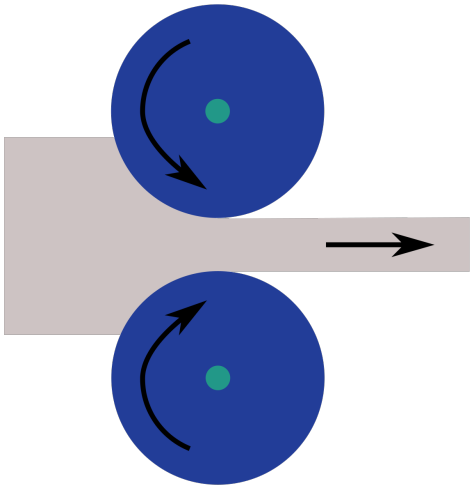


FIGURE 2.2 – Schématisation du procédé de laminage des tôles

2.3 Analyse chimique et microstructurale

La suite de cette étude porte sur un acier de nuance X52 datant de 1969. Cette nuance est couramment utilisée pour la réalisation de pipelines par le procédé du soudage longitudinal. L'échantillon fourni est un morceau de pipeline directement prélevé sur le terrain par GRTgaz à l'issue de contrôles. L'étude a débuté par une analyse chimique et micro-structurale.

2.3.1 Composition chimique

On s'intéresse dans un premier temps à déterminer la composition chimique du matériau. En effet celle-ci nous apporte de nombreuses informations, notamment sur la présence et la composition d'inclusions, qui sont répertoriées dans la littérature comme réduisant les propriétés mécaniques de cet acier. Il est important de noter que l'historique thermique du matériau qui nous est fourni n'est pas connu. L'analyse de la composition chimique, de la microstructure ainsi que des populations inclusionnaires, pourront nous permettre d'estimer les cycles thermiques subis par notre matériau. Le tableau suivant 2.1 présente les espèces chimiques présentes dans le X52 en pourcentage massique. Cette composition a été déterminée à l'aide d'une microsonde de Castaing au centre des matériaux (modèle Cameca SX100). Divers éléments chimiques sont présents dans cet acier, mais on remarque un taux élevé de Mn.

TABLE 2.1 – Composition chimique (en % massique) — X52 (microsonde de Castaing–CdM)

C	Mn	S	Al	Si	Cr	Cu	Mo	V	Ti
0.17	1.22	0.054	0.036	0.27	≤ 0.01	0.06	≤ 0.01	≤ 0.01	≤ 0.01

Une étude de la chimie du X52 a été conduite en parallèle par le partenaire industriel Rice. Les résultats sont présentés par le tableau suivant 2.2. L'analyse est faite avec la spectrométrie d'émission optique à l'arc. On remarque une différence dans les compositions trouvées. Cette différence peut-être due à la taille de l'échantillon (plus grand est l'échantillon, meilleure est la précision) ou encore à la précision de l'outil utilisé.

TABLE 2.2 – Composition chimique (en % massique) — X52 (spectrométrie d'émission optique à l'arc–Rice)

C	Mn	S	Al	Si	Cr	Cu	Mo	V	Ti
0.16	1.17	0.032	≤ 0.03	0.27	≤ 0.03	≤ 0.03	≤ 0.03	≤ 0.03	≤ 0.03

Le manganèse joue un rôle de désoxydant et de désulfurant dans les aciers [51]. Il est un élément d'alliage qui augmente essentiellement la limite d'élasticité des aciers. Il permet aussi de baisser la température de la transformation de l'austénite en ferrite et permet par conséquence d'éviter l'accumulation de cémentite (Fe_3C) aux joints de grains. Généralement les aciers contiennent entre 0.15 à 0.8 % massique de Mn. En effet, deux tiers du Mn introduit dans le matériaux sont perdus par oxydation. On remarque aussi l'existence d'un pourcentage significatif de soufre dans le X52. Selon la littérature, le soufre est naturellement présent dans les aciers. Le processus pour l'éliminer est coûteux et n'est pas vraiment rentable pour les structures gazoducs. Le manganèse permet donc de piéger le soufre sous forme de MnS évitant ainsi la fragilisation de l'acier par accumulation de S aux joints de grain. Le silicium est connu comme un bon élément pour piéger l'oxygène qui existe naturellement dans les aciers. Raison pour laquelle on le trouve à 0.27% massique dans cet alliage. Le dosage de l'oxygène, connu pour être difficile à réaliser, n'a pas été fait. La formule de Franklin permet d'estimer la fraction des MnS. Cette formule 2.1 prend en compte le pourcentage massique de l'élément S et le pourcentage massique de l'élément Mn.

$$f = 0.054 \times \left(\%S - \frac{0.001}{\%Mn} \right) \tag{2.1}$$

En appliquant cette formule, on estime que la fraction volumique de MnS est de 2.87×10^{-3} avec la micro-sonde de Castaing et 1.68×10^{-3} avec la spectrométrie d'émission optique à l'arc.

2.3.2 Observation microscopique

Les propriétés mécaniques sont directement dépendantes de la microstructure de l'acier. Celles-ci seront fortement variables entre une microstructure ferrito-perlitique, bainitique ou martensitique. On définit les direction L, T et S (figure 2.3) :

— L : direction de laminage
— T : direction travers long
— S : direction travers court ou direction de l'épaisseur

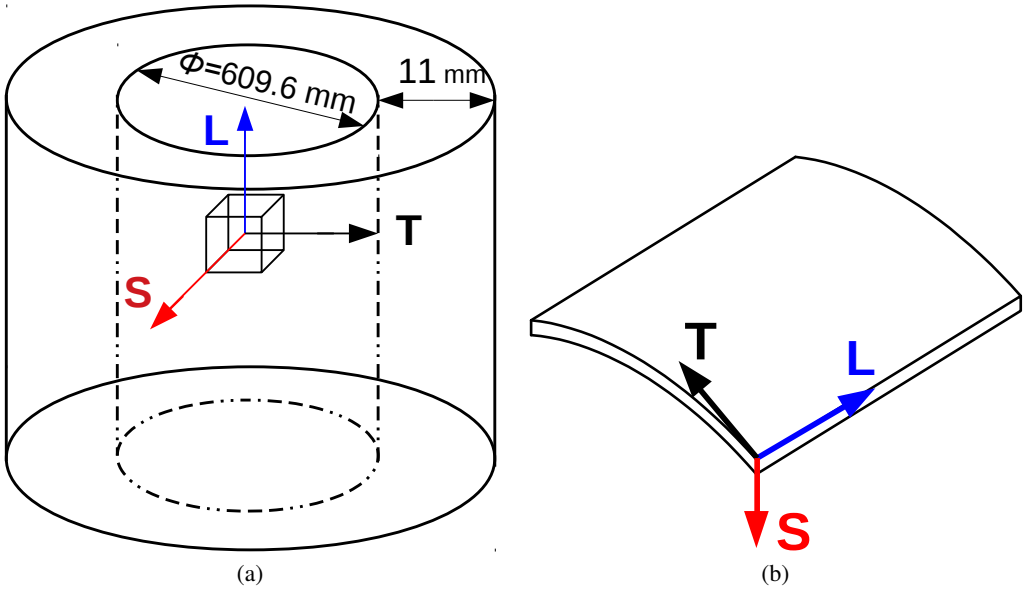


FIGURE 2.3 – Schéma explicatif des directions dans le pipe

Une analyse au microscope optique a été réalisée après une attaque chimique (Nital 4%). Cette analyse s'est effectuée dans le sens L et le sens T (voir figure 2.4).

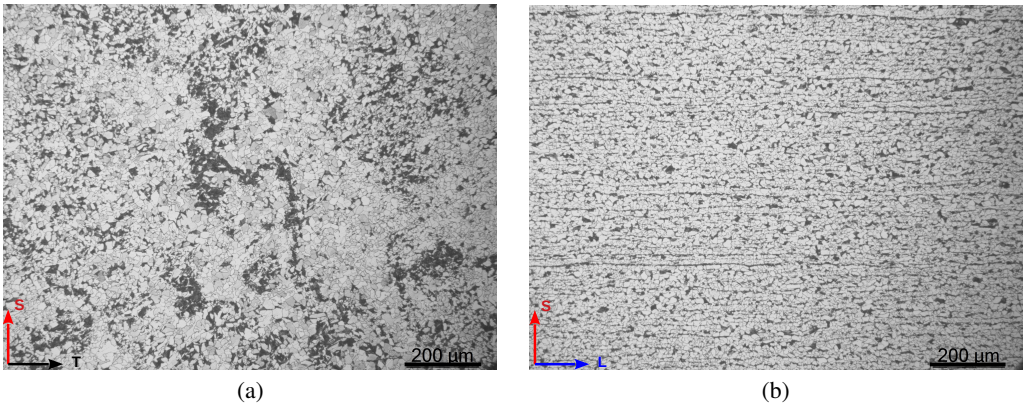


FIGURE 2.4 – Observation en microscope optique de la microstructure après une attaque Nital (échelle de 200 μm)

Cette observation montre la présence de perlite (en noir) allongée dans le sens du laminage L. Il s'agit d'une microstructure ferrito-perlitique typique des aciers pour gazoducs. Dans le plan (ST) on voit des agglomérations de perlite dans une matrice de ferrite quant au plan (SL) la distribution de perlite dans la ferrite est homogène. Ainsi, dans le plan (SL) la distribution de la perlite se fait de deux façons ; on distingue quelques longues bandes de perlite selon le sens de laminage. Cette structure est proche de celle observée dans la nuance X70 [52]. Une analyse EBSD (Diffraction d'éléctrons rétrodiffusés) à été réalisée afin d'étudier les tailles de grains et leurs distributions dans le matériau. Quatre échantillons ont été prélevés proche de l'extrados dans le plan (ST), à cœur dans le plan (ST), proche de l'intrados dans le plan (ST) et à cœur dans le plan (SL). Ces échantillons permettent une comparaison entre le plan (SL) et (ST) et une étude de la micro-structure le long de l'épaisseur.

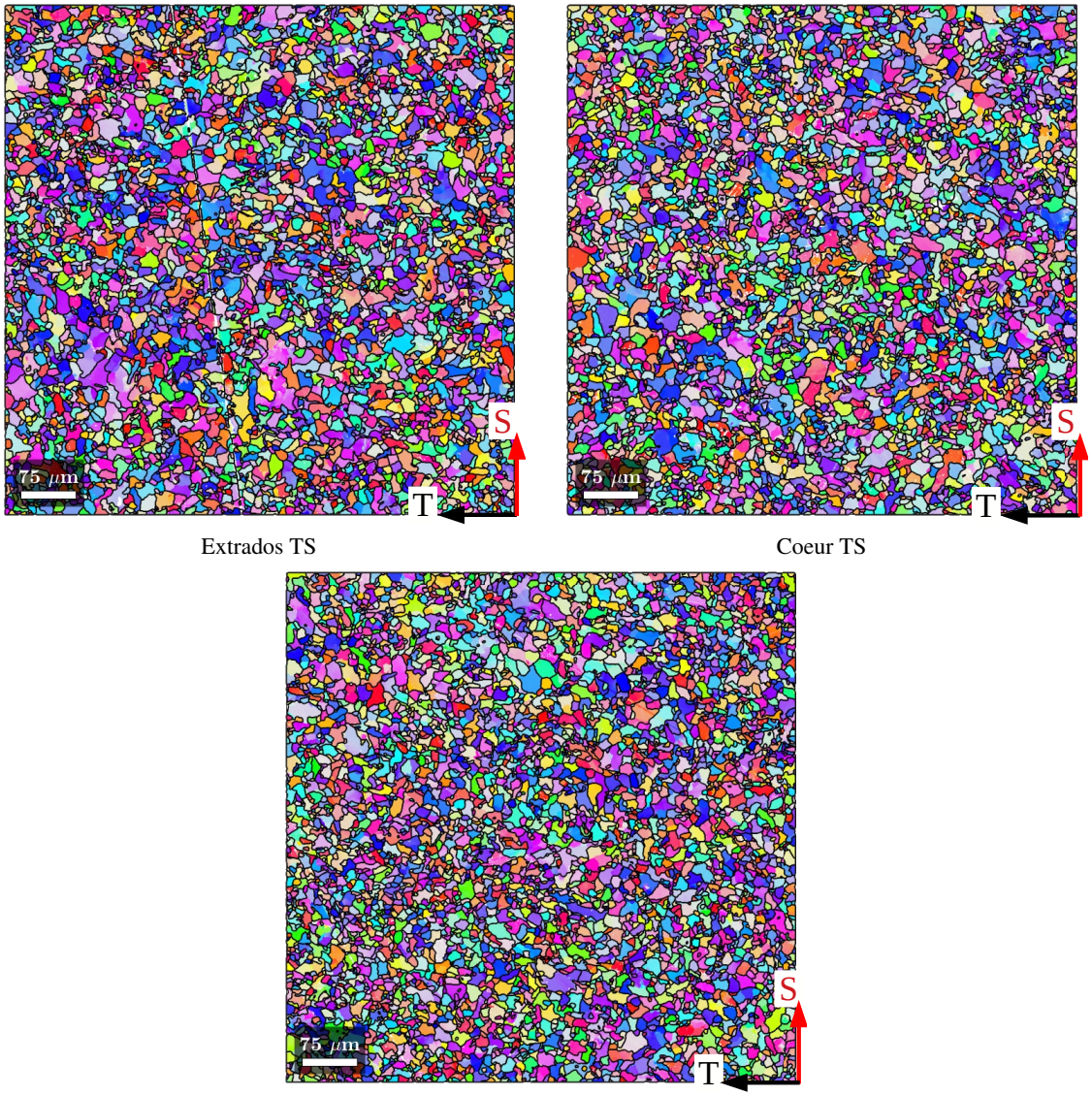
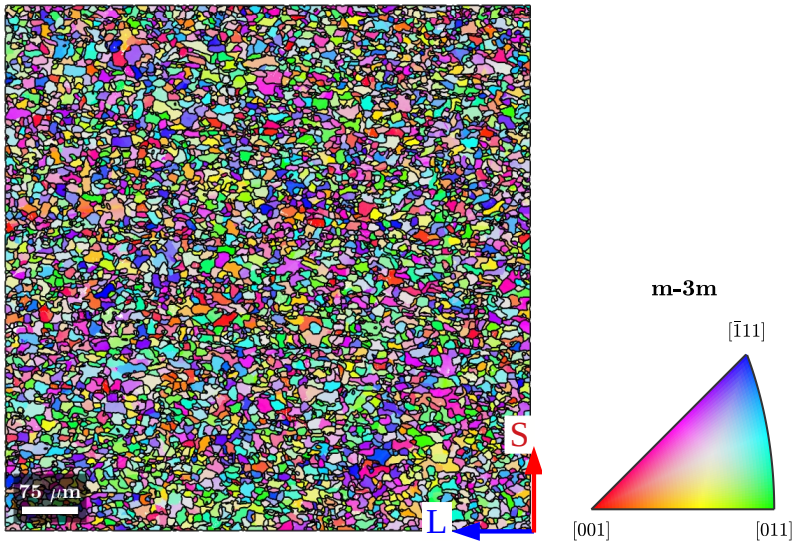


FIGURE 2.5 – Image EBSD d'échantillons dans le plan (TS) prélevés à différentes profondeurs



Coeur LS

FIGURE 2.6 – Image EBSD dans le plan (LS) d'un échantillon prélevé à coeur

La figure 2.5 présente les images EBSD pour des échantillons prélevés à différentes épaisseurs. La figure 2.6 montre une orientation préférentielle dans le plan (LS) caractérisée par une couleur verte dominante. On peut tracer la distribution de tailles de grains en fonction du pourcentage de la fraction de surface par rapport à la surface totale de la carte. On obtient ainsi les courbes données en figure 2.7. On remarque que la taille de grains ne varie pas dans l'épaisseur et est d'environ 14 ± 6 μm. La taille moyenne des grains dans le plan LS est inférieur à celle dans le plan TS. Elle est de 11 ± 8 μm (figure 2.7 (b)).

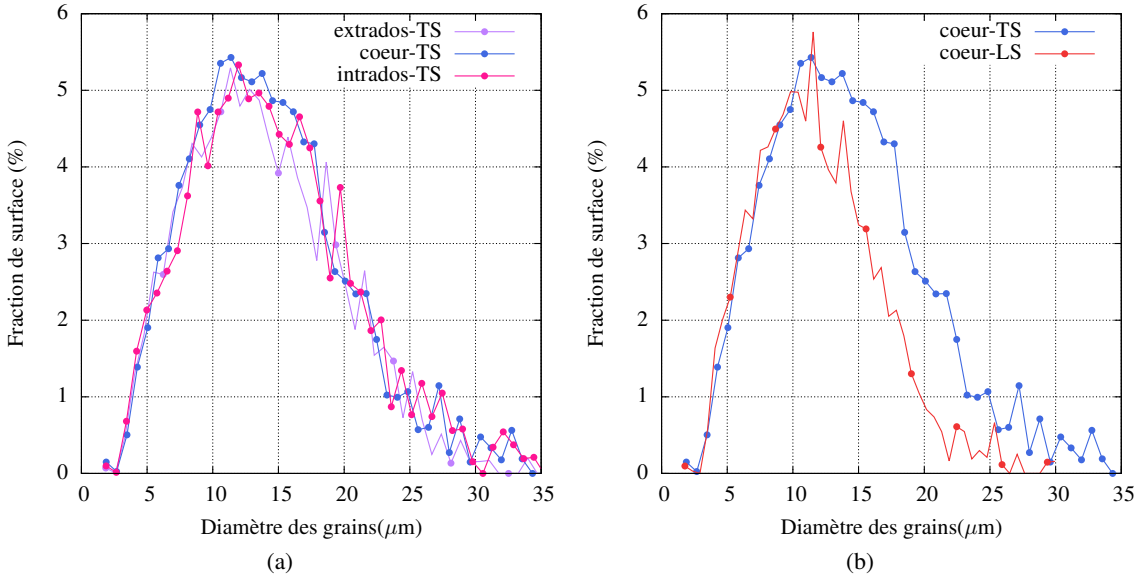


FIGURE 2.7 – Comparaison de la distribution de taille de grains dans les zones observées ; (a) comparaison de l'extrados, intrados et cœur dans le plan (TS) ; (b) comparaison à cœur dans le plan (LS) et (TS)

2.3.3 Analyse inclusionnaire

Lors du traitement et de la mise en forme des alliages, certains éléments chimiques vont réagir et former des particules de phases secondaires. Les particules les plus fines sont généralement formées à la suite du refroidissement de l'alliage depuis l'état liquide, ou à la suite d'un traitement thermique de revenu ou encore d'une étape de mise en forme à chaud. Si ces particules sont suffisamment petites (quelques dizaines de nanomètres), elles peuvent avoir un effet durcissant en entravant le mouvement des dislocations. Les particules formées à haute température lorsque l'acier est encore liquide sont appelées inclusions. Il s'agit notamment des nitrures, sulfures, oxydes, etc... Celles-ci peuvent faire plusieurs microns et sont généralement néfastes pour les propriétés mécaniques. Elles sont au cœur de ce paragraphe.

Les sulfures peuvent précipiter pendant la phase de solidification du fait de la ségrégation des éléments Mn et S.

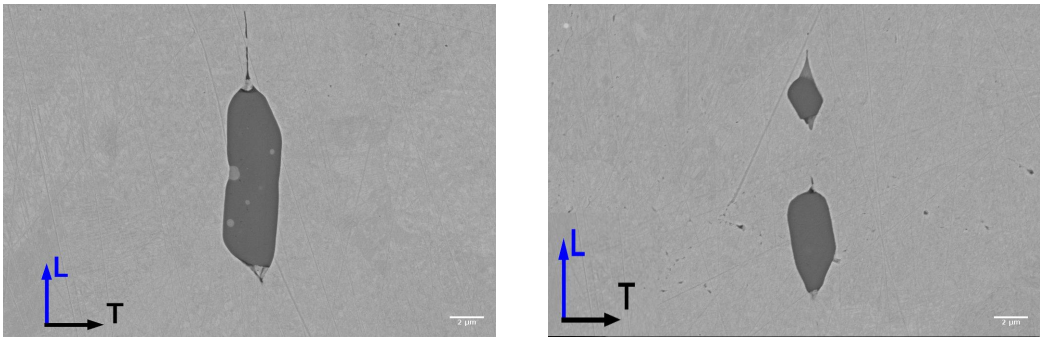
La morphologie des ces dernières a un impact important sur les propriétés mécaniques des structures notamment les structures de type gazoducs [53].

Sims et Dhale [54] ont proposé une classification des inclusions non métalliques. Ils ont classé les inclusions de type MnS en trois grandes familles :

— Type I : le matériau est pauvre en aluminium
— Type II : apparait avec les premières traces d'aluminium environ 0.005% massique.
— Type III : apparait avec le type II quand le taux d'aluminium atteint le 0.01 à 0.03 % massique d'aluminium. Ce type domine quand le taux d'aluminium est proche de 0.04 % massique. Les MnS présent dans la nuance d'intérêt X52 de pipeline se situent dans cette catégorie.

Le type I de sulfures est le plus dur parmi les trois catégories. Pendant le laminage ils se déforment en donnant une forme de losange (figure 2.8). Allongées durant le laminage, les inclusions de type II et III sont des sites de délaminage. Farrar [55] montre aussi qu'à haute

teneur en soufre les sulfures de type I peuvent également être à l'origine d'un délaminage. Dans les alliages à haut taux d'oxygène, le délaminage est plutôt contrôlé par les oxydes [56, 57]. Les type II et III des MnS sont plus susceptibles de se déformer sous l'effet du laminage .



(a) (b)

FIGURE 2.8 – Observation au MEB (Microscope Electronique à Balayage) d'inclusions qui présentent une forme de losange après laminage : X52 (échelle 2 μm)

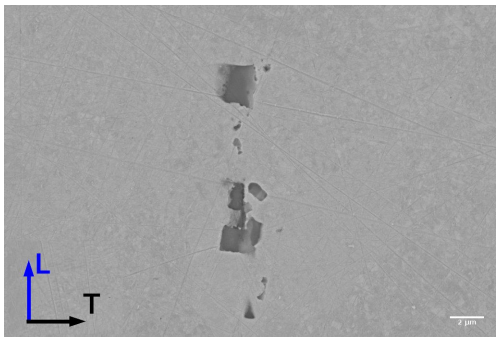


FIGURE 2.9 – Inclusions non métalliques cassées dans le sens de laminage : X52 (échelle 2 μm)

Dans le but de caractériser le type d'inclusions présentes dans cet acier, nous avons mené une analyse avec la microsonde de Castaing. La microsonde de Castaing est un outil puissant qui permet de réaliser des cartographies chimiques de phases de tailles micrométriques. Elle permet de faire une cartographie chimique plus précise que celle d'un EDS (spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie) en MEB. En effet, la taille de la zone d'interaction (poire) est moins prononcée avec la micro-sonde de Castaing. Les figures 2.10 montrent une analyse qualitative des inclusions présentes dans la matrice. Cette analyse donne la chimie et la géométrie des inclusions qui sont omniprésentes dans le matériau. Grâce à ce dispositif on peut analyser des inclusions de tailles aussi faibles que 1 μm en évitant l'influence de la matrice sur l'analyse.

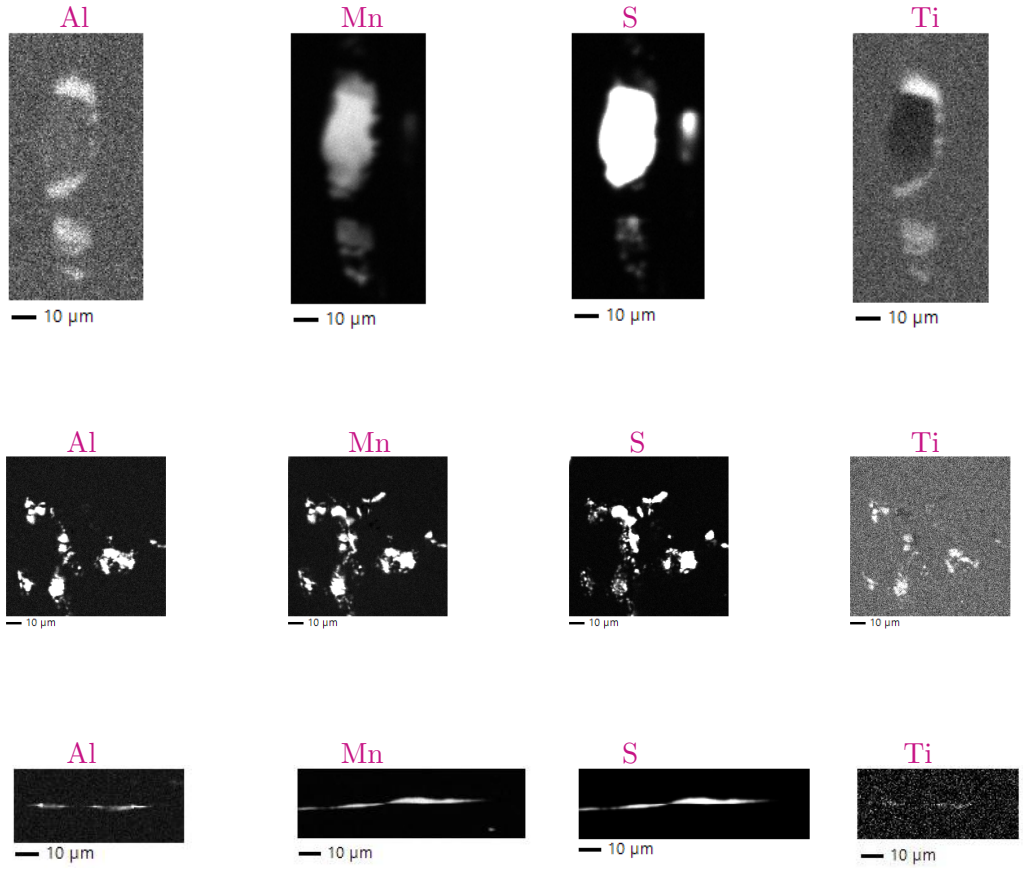


FIGURE 2.10 – Analyse inclusionnaire du X52 à la micro-sonde de Castaing

Suite à cette analyse, trois types inclusionnaires se distinguent dans la matrice ferrito-perlitique :

— Grosses inclusions solitaires dans la matrice
— Amas d'inclusions
— Inclusions allongées dans le sens L de laminage, ce sont des MnS

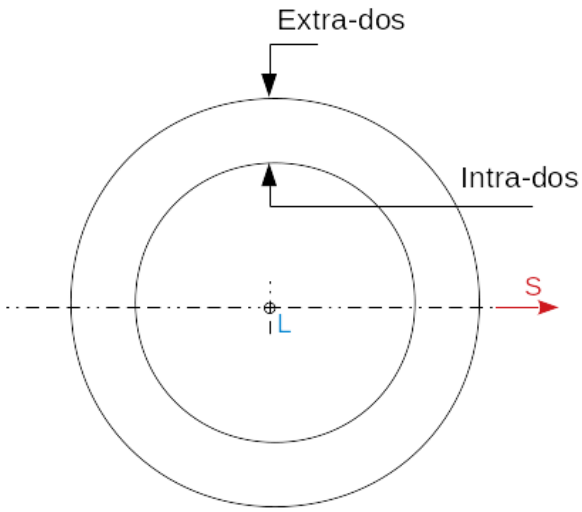
L'analyse a également permis d'identifier la chimie des inclusions : Al, Mn, S et Ti . On peut conclure que les grosses inclusions solitaires sont les MnS type I qui se présentent en forme de losange du fait du laminage. Les amas d'inclusions ainsi peuvent être des MnS qui ont cassés sous l'effet du chargement lors du laminage. Elles peuvent se présenter sous forme d'un arrangement orienté selon la direction de laminage. Ces inclusions peuvent être de type II ou III. En effet, le taux d'aluminium est de 0.036 % massique dans le X52, le type II et le type III coexistent et sont difficiles à distinguer. Les inclusions longues et allongées selon le sens de laminage sont omniprésentes. Elle sont fines mais peuvent atteindre quelques centaines des nanomètres en longueur. Pour ces dernières il était assez difficile de les analyser vu leurs largeurs assez fines. Par la suite, cette analyse nous permettra de comprendre certains mécanismes de rupture et de mieux interpréter les faciès de rupture.

2.4 Micro-dureté

Une première investigation sur le gradient des propriétés mécaniques dans l'épaisseur du gazoduc a été réalisée grâce à un micro-duromètre de type Mitutoyo W640 (figure 2.11

(a)). La mesure de la micro-dureté dans l'épaisseur d'un échantillon prélevé dans le pipeline est présentée dans la figure 2.12. On a comparé les plans (SL) et (ST) en allant de l'extra-dos à l'intra-dos (figure 2.11 (b)) en gardant une distance d'environ 0.4 mm par rapport aux extrémités. On utilise une masse de 500g.

(a) Microduromètre Mitutoyo W640



(b) Schématisation des directions dans le gazoduc.

FIGURE 2.11 – Étude de la microdureté du X52

La figure 2.12 montre une fluctuation de la micro-dureté Vickers dans l'épaisseur. Cette étude préliminaire montre l'absence d'un gradient de dureté significatif dans l'épaisseur contrairement à la nuance A42 (figure 2.13) où la micro-dureté ressemble à une gaussienne avec un pic à cœur.

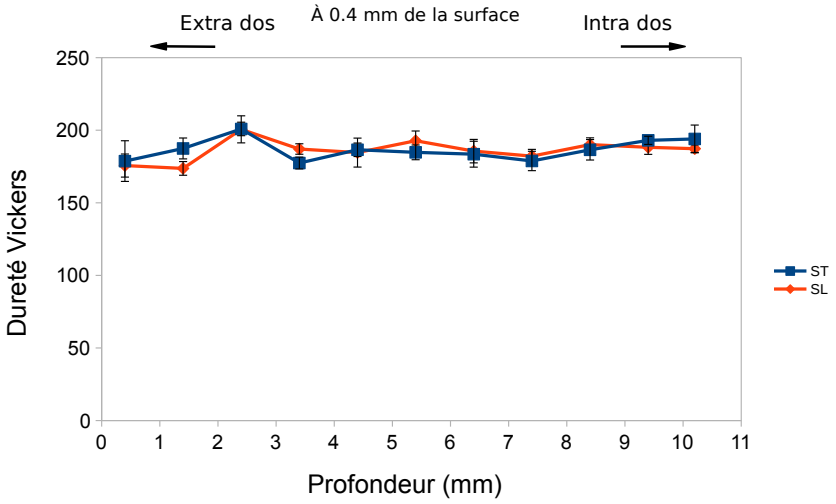


FIGURE 2.12 – Analyse de la micro-duretén Vickers dans l'épaisseur du pipe selon les plans (LS) et (TS), chaque point représente la moyenne de 7 mesures

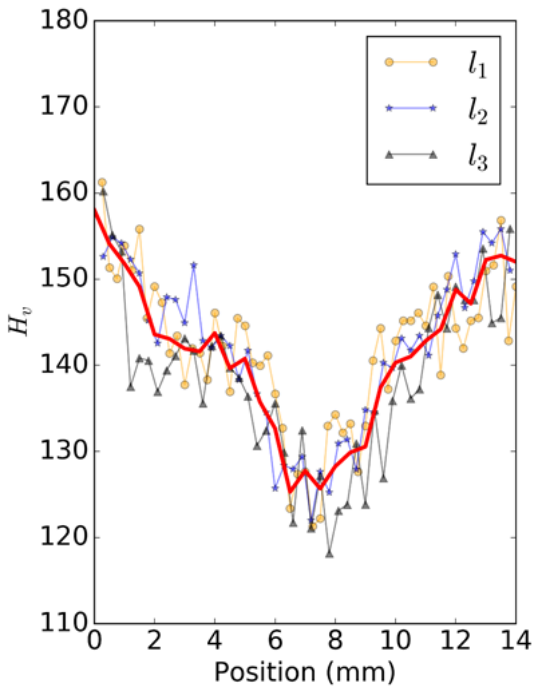


FIGURE 2.13 – Analyse de la micro-dureté Vickers dans l'épaisseur du pipe de nuance A42 [1]

Après avoir étudié la métallurgie du X52, une partie des essais de caractérisation mécanique ont été réalisés. Ces essais permettront, entre autre, de calibrer la loi de comportement.

2.5 Conclusion

L'étude de la micro-structure et de la chimie du X52 met en évidence l'existence d'inclusions non métalliques. Ces inclusions sont souvent allongées selon la direction de laminage. De plus, il existe une texture prononcée avec un allongement des grains de ferrite selon cette même direction. Par conséquent, la microstructure sera probablement à l'origine d'une anisotropie de comportement mécanique. L'étude de la taille des grains montre que la taille des grains dans le plan (LS) est inférieur à celle dans le plan (TS). Cependant, il n'y a pas de différence de taille le long de la direction S (extrados, cœur et intrados). Cette dernière observation indique qu'il ne devrait pas exister de gradient de propriété mécanique dans l'épaisseur (direction S). Cette conclusion est appuyée par des essais de micro-dureté Vickers. En effet, on remarque une fluctuation non-significative entre 180 et 200 Vickers de la valeur de micro-dureté dans l'épaisseur. Cette étude confirme l'absence d'un gradient de dureté le long de l'épaisseur du pipe.

1. Communication interne

Chapitre 3

Caractérisation mécanique de l'acier X52 : essais standards

La caractérisation mécanique de l'acier X52 sera faite grâce à différents types d'éprouvettes. La figure suivante 3.1 présente le plan de prélèvement des éprouvettes dans un morceau de pipeline X52. Des éprouvettes de traction simple, traction entaillée ainsi que des éprouvettes d'étude de la rupture de type KCV, CT et SENT seront testées. La taille des éprouvettes varie entre mini-éprouvettes et macro-éprouvettes. Pour caractériser le gradient de propriétés mécaniques dans l'épaisseur, des éprouvettes pleine épaisseur et d'autres prélevées à cœur ont été testées. Idéalement, une éprouvette de caractérisation mécanique doit contenir un volume élémentaire représentatif de la structure. Dans le cas des grosses structures de type gazoducs, ces éprouvettes sont à la fois difficiles à usiner et à tester. Dans notre cas d'étude, le diamètre intérieur du tube est Φ_i=609.6 mm pour une épaisseur e=11 mm (figure 2.3), soit un rapport $\Phi_i/e \approx$55 relativement important (ce rapport pour le transport d'énergie est à maximiser). La dimension des éprouvettes standards est ainsi limitée par l'épaisseur du tube mais également par la courbure pour des prélèvements selon la direction travers long T.

Pour pouvoir mener cette étude, on a réalisé une homothétie sur les dimensions standards des éprouvettes (cf. plan de prélèvement figure 3.1). En respectant certains rapports, on peut prélever des éprouvettes de taille réduite, mais qui *a priori*, donneraient des résultats transférables au pipe. Finalement, en testant des éprouvettes de plus en plus petites, on pourra caractériser l'effet de la réduction de taille sur les résultats obtenus.

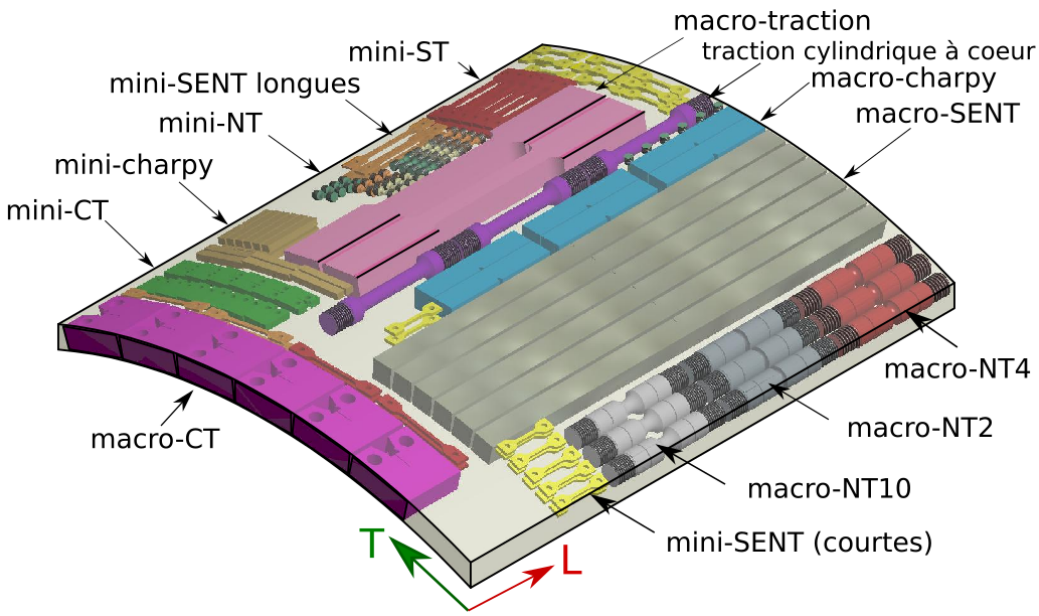


FIGURE 3.1 – Plan de prélèvement des éprouvettes

Des éprouvettes de traction simple et entaillée ont été prélevées selon le sens T et le sens L. L'objectif est de caractériser non seulement les propriétés mécaniques, mais aussi l'anisotropie selon les différents sens. Des éprouvettes de traction simple et entaillée de taille très réduite (11 mm de longueur) ont été testées. Ces éprouvettes ont été testées en *in-situ* en tomographie au synchrotron Soleil. Ces essais permettront d'évaluer l'endommagement. La résilience et la ténacité sont des grandeurs importantes à étudier. La comparaison entre différentes échelles est la base de cette étude.

3.1 La méthode–R

Un protocole expérimental de suivi de contour a été développé dans le centre des matériaux. Ce protocole consiste à utiliser deux caméras placées dans le plan perpendiculaire à la direction de chargement. Par exemple, si l'éprouvette est prélevée selon le sens L, alors les caméras seront mises dans le plan (TS). Alors, on aura le chargement selon le sens L, une caméra qui va suivre la déformation selon le sens T et l'autre selon le sens S. L'acquisition des images doit être faite en continu et lancée simultanément avec la machine de traction. L'objectif est d'avoir un fichier final qui associe à chaque charge un couple d'images. Ce fichier permettra par la suite de déterminer les deux strictions pour chaque niveau de chargement. Le traitement des images est fait par le biais d'un ensemble de programmes qui filtrent, organisent et analysent les données graphiques. Le code d'analyse principal s'appelle Shadow–R. Il a été développé au Centre des Matériaux (langage Python). Il est basé sur une méthode «subpixel» pour la détection des contours. La figure 3.2 présente le montage des caméras pour la détection de l'anisotropie de déformation. Ce protocole nécessite un fond blanc pour avoir un bon contraste. En effet, la robustesse des codes de post-traitement dépend fortement de la netteté des contours sur les images. Meilleur est le contraste entre le fond et l'éprouvette, plus petite est l'erreur qu'on introduit lors du calcul.

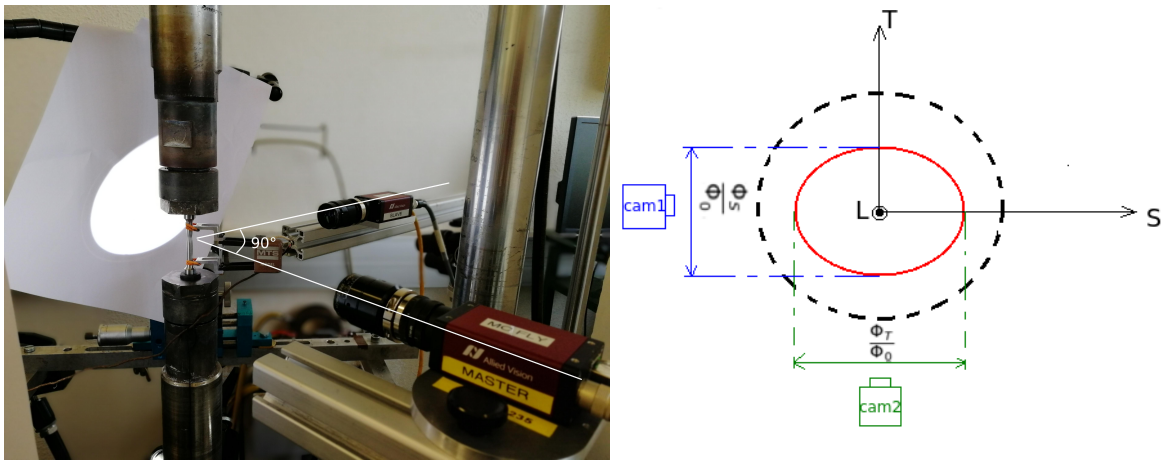
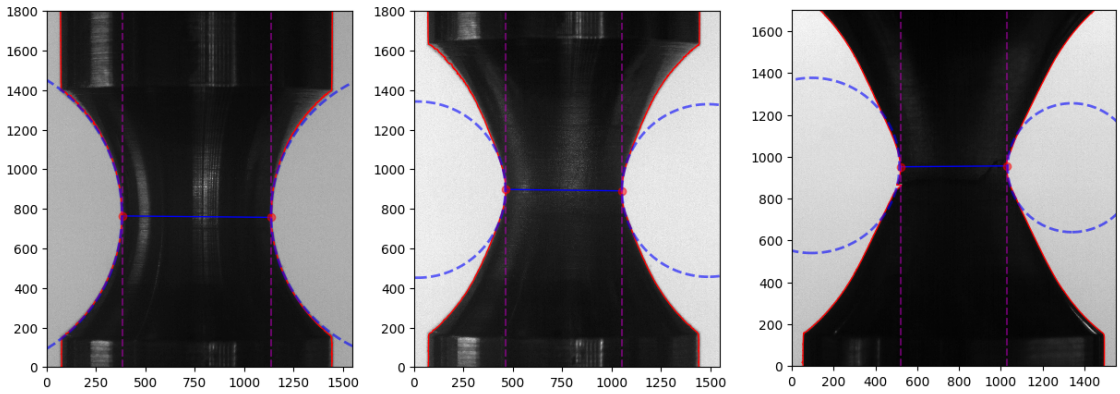


FIGURE 3.2 – Configuration de l'essai avec suivi de contour- méthode Shadow-R

Les sorties de l'analyse sont des images comme le montre la figure 3.3. L'image 3.3 (a) présente la section initiale de l'éprouvette (exemple NT10). La figure 3.3 (b) présente la section au voisinage de la contrainte maximale tandis que la figure (c) est au voisinage de la rupture. La réduction de la section minimale définit la striction radiale selon les sens observés. Un fichier de ces réductions est récupéré à la fin de l'analyse pour les deux directions en associant une charge à chaque niveau. Cette méthode sera systématiquement employée lors des essais sur éprouvettes de traction lisses (ST) et entaillées (NT).



(a) (b) (c)

FIGURE 3.3 – Évolution du contour d'une éprouvette NT10 selon le sens S

3.2 Essais sur des éprouvettes ST et SST

La figure (B.1 Annexe B) présente les éprouvettes de traction étudiées pendant cette campagne d'essais. Étant donnée la forme cylindrique de ces éprouvettes, il nous a été impossible de les prélever en peau. Des éprouvettes de types SST (Square Simple Tension) ont par conséquent été prélevées en pleine épaisseur afin d'enquêter sur le gradient de propriétés mécaniques en les comparant avec les ST. Elles ont les dimensions telles que le présente la figure (B.2 Annexe B). Pour compléter cette étude, des mini-éprouvettes de traction seront testées pour différentes positions dans l'épaisseur.

Les résultats des essais de traction simple sont présentés par la courbe conventionnelle contrainte–déformation dans la figure 3.4. On présente une comparaison entre le sens L, le sens T (éprouvettes prélevées à cœur) et les éprouvettes SST prélevées en pleine épaisseur. On remarque ainsi, que pour les mêmes conditions d'essai, on n'a pas de dispersion dans les résultats. En effet, les essais sont répétables et ne présentent pas une dispersion remarquable. On peut constater aussi qu'entre le sens L et le sens T, on n'a pas de différence et que les courbes se superposent parfaitement. En observant les essais SST, on remarque que les courbes présentent une même pente élastique renvoyant à un même module de Young. En effet, le tableau 3.1 montre que les modules de Young des essais ST_T, ST_L et SST_T sont proches. Les contraintes ultimes (R_m) sont légèrement différentes (+10 MPa) entre les SST et les ST, mais cela peut être dû à un très léger gradient de propriétés. Ces essais confirment la constatation faite pendant l'analyse de la micro-dureté. Il n'y a pas ou peu de gradient de propriétés mécaniques dans l'épaisseur.

Le matériau présente également un plateau de Lüders. Celui-ci est plus court pour les éprouvettes SST. Cet effet est attribué à la différence de géométrie entre des deux types d'éprouvettes.

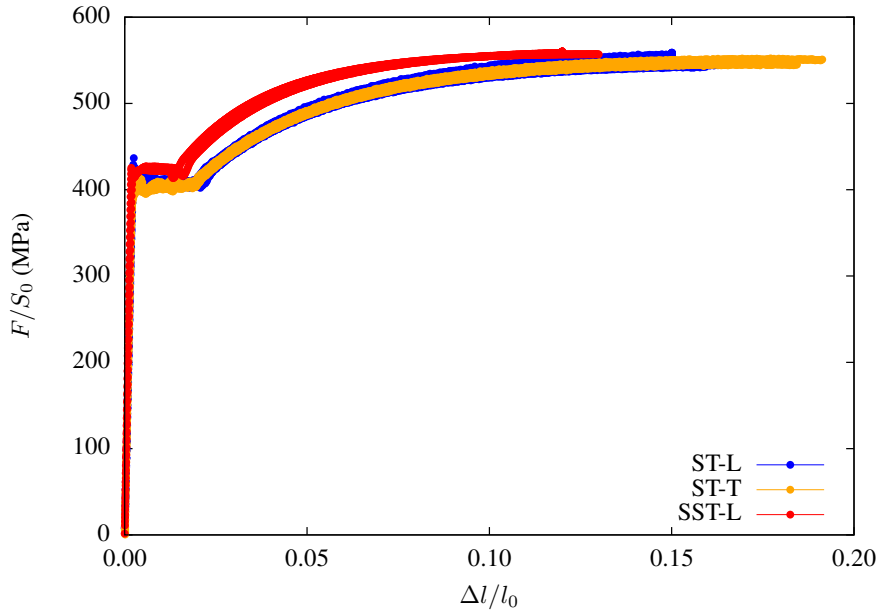


FIGURE 3.4 – Courbe contrainte en fonction de la déformation (avec l_0 la longueur utile de l'extensomètre) des éprouvettes lisses de type ST prélevées dans le sens L et T et SST prélevées en pleine épaisseur selon le sens L

Le post-traitement des essais mécaniques avec l'outil DATMECHA (suite de programmes développée par le Centre des Matériaux pour traiter et classer l'ensemble des bases d'essais) donne un fichier récapitulatif des propriétés mécaniques de chaque essai. Le tableau suivant 3.1 présente la moyenne de ces grandeurs mécaniques de l'acier.

	ST-L	ST-T	SST-L
E (MPa)	206592	221431	214419
$R_{p0.2\%}$ (MPa)	406	407.6	421
R_m (MPa)	550.17	549.7	560
A_u (%)	15.5	18	12.3
A (%)	27.1	28.5	31

— E : Module d'élasticité
— $R_{p0.2\%}$: Limite d'élasticité à 0.2% de déformation plastique .
— R_m : Résistance à la traction (contrainte maximale).
— A_u : Le pourcentage du déplacement plastique de l'extensomètre à R_m .
— A : Le pourcentage du déplacement plastique du vérin à rupture .

TABLE 3.1 – Propriétés mécaniques en traction

La figure 3.5 montre une comparaison entre le déplacement du vérin (corrigé par la rigidité de la machine) et le déplacement de l'extensomètre. On constate que le déplacement vérin est plus important que le déplacement de l'extensomètre. En effet, après la striction la déformation n'est plus homogène dans l'éprouvette. Par conséquent, une mesure avec l'extensomètre n'a plus vraiment de sens. Alors, l'extensomètre nous permet de suivre la déformation jusqu'à la charge maximal alors que le déplacement de la traverse (corrigé par la rigidité de la machine) permet de mesurer la déformation au-delà de la charge maximale.

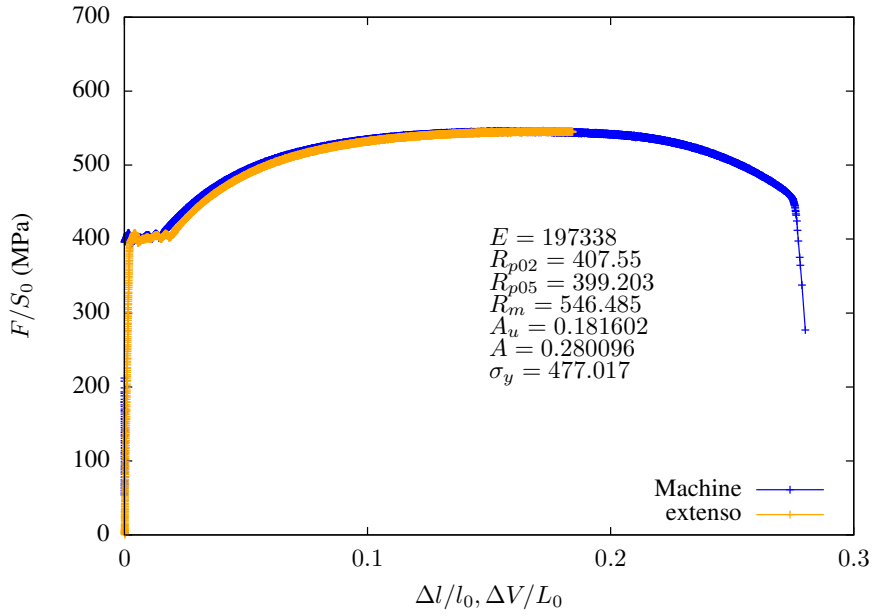


FIGURE 3.5 – Courbe comparaison entre le déplacement vérin $\Delta V/L_0$ (où L_0 la longueur utile de l'éprouvette) et le déplacement de l'extensomètre $\Delta l/l_0$ (où l_0 la longueur utile de l'extensomètre)

$\Phi_\perp$ désigne les directions perpendiculaires à S (soit L et T). Les courbes ($\Phi_\perp/\Phi_0$ - Φ_S/Φ_0) dans la figure 3.6 montrent plus clairement l'anisotropie dans le matériau. La courbe en pointillés représente la première bissectrice qui traduit $\Phi_\perp/\Phi_0$ = Φ_S/Φ_0 et par conséquent une isotropie de déformation. On remarque que pour le sens L la courbe bleue est en dessous de la première bissectrice. Il en va de même pour le chargement selon T. On constate aussi que la pente de la courbe bleue (chargement selon L) est moins importante que celle de la courbe noire (chargement selon T). On retrouve bien sûr que la ductilité est plus grande selon L . Toutes ces constatations appuient les conclusions précédemment mentionnées.

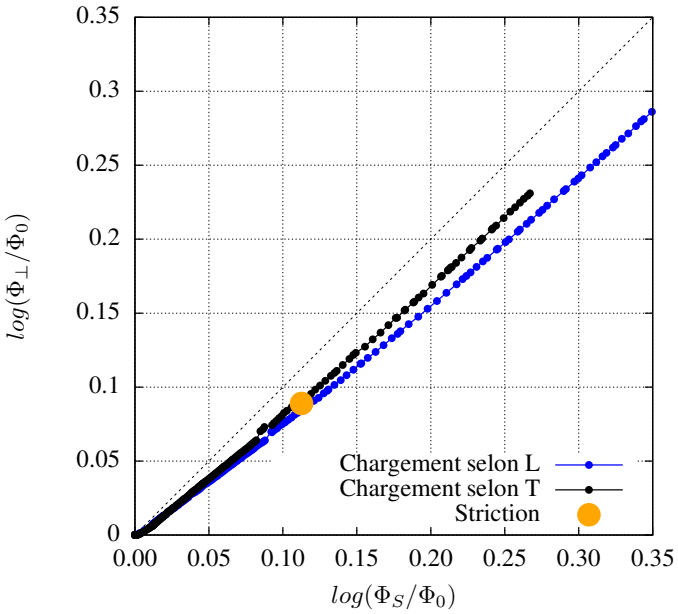


FIGURE 3.6 – Comparaison du coefficient de Lankford pour l'ensemble des essais ST

Il existe plusieurs moyens pour étudier l'anisotropie dans les tôles laminées dans la littérature. Parmi ces moyens, on cite le coefficient de Lankford aussi connu par le R-value ou encore le ratio de déformation plastique [58]. Ce coefficient est très employé comme un indicateur de façonnage des tôles recristallisée à faible teneur de carbone. Ce coefficient est définit par la formule suivante 3.1

$$R = \frac{\epsilon_{xy}^{p}}{\epsilon_{z}^{p}} \tag{3.1}$$

Avec (x, y) le plan de laminage, z la direction de l'épaisseur, ϵ_{xy}^{p} est la déformation plastique dans le plan et ϵ_{z}^{p} est la déformation dans l'épaisseur. Dans les tôles laminées, le coefficient de Lankford est généralement déterminé pour trois directions principales de chargement dans le plan (0°, 45°et 90°par rapport à la direction de laminage). La valeur du coefficient de Lankford normale est déterminée avec la formule 3.2.

$$R = \frac{1}{4} \times (R_0 + 2 \times R_{45} + R_{90}) \tag{3.2}$$

Cette valeur est déterminée par l'équation 3.3 pour une anisotropie plane.

$$R = \frac{1}{2} \times (R_0 - 2 \times R_{45} + R_{90}) \tag{3.3}$$

Dans une tôle laminée à froid, R_{90} est plus important et le R_{45} est plus faible. Communément, même si la valeur de R_{45} est proche de 1, R_0 et R_{90} restent toujours plus élevés ce qui induit une valeur de R importante [59].

La figure 3.6 montre la différence entre les coefficients de Lankford calculés pour les deux sens L et T. Le sens L a un coefficient de Lankford plus important que celui du sens T (pente plus importante). En outre, on peut remarquer que les deux coefficients sont inférieurs à 1. On trouve $R_L = 0.877$ et $R_T = 0.827$.

3.3 Essais sur des éprouvettes entaillées

La méthode Shadow–R a été mise en œuvre sur les éprouvettes axisymétriques entaillées. Une première illustration des résultats des analyses menées sur les images est donnée par la figure 3.7, un exemple pris sur une NT10_L. Les courbes présentées ci-dessous (3.7) présentent la contrainte en fonction de la striction diamétrale pour chaque sens. Les images dans la figure montrent l'évolution du diamètre au cours de l'essai (on ne présente que les images pour trois instants critiques : au début de l'essai, quand la contrainte est maximale et juste avant la rupture). Une première constatation est tirée de cette figure. La striction ne se produit pas de la même façon dans les deux sens.

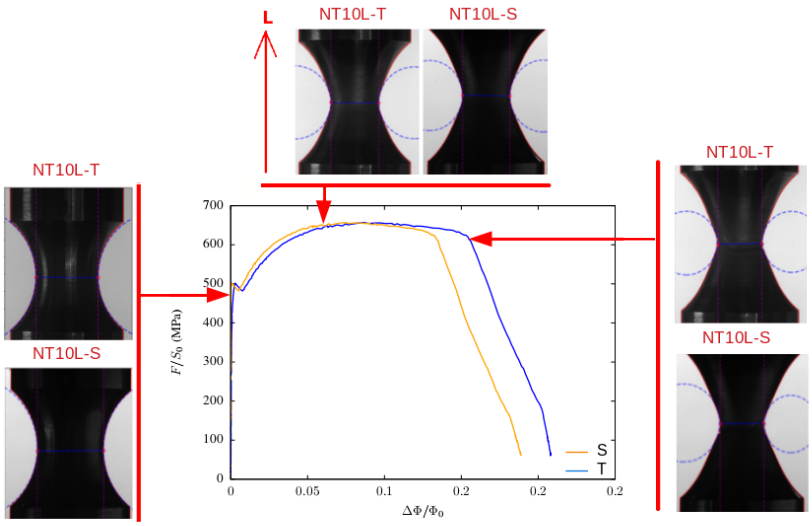


FIGURE 3.7 – Exemple d'un chargement selon L (NT10)

Les courbes dans la figure 3.8 montrent que quand le niveau de triaxilité devient plus important le matériau se déforme moins. En effet, d'après ces courbes, on constate que une NT2_L casse au voisinage de 0.2 alors qu'une ST_L casse au voisinage de 0.45. On conclut donc à un effet important de la triaxialité sur la rupture. Les courbes dans la figure 3.9 présentent une comparaison entre le sens S et le sens perpendiculaire (dans cet exemple c'est le sens T). La déformation selon S est plus importante que celle selon les sens perpendiculaires. Les résultats montrent que pour un chargement selon le sens L par exemple, une ST_L atteint une striction de 45% selon S alors qu'elle est de 40% selon les sens perpendiculaire qui est dans ce cas T. Cette remarque est vraie pour tous les niveaux de triaxialité comme le montre la figure 3.9.

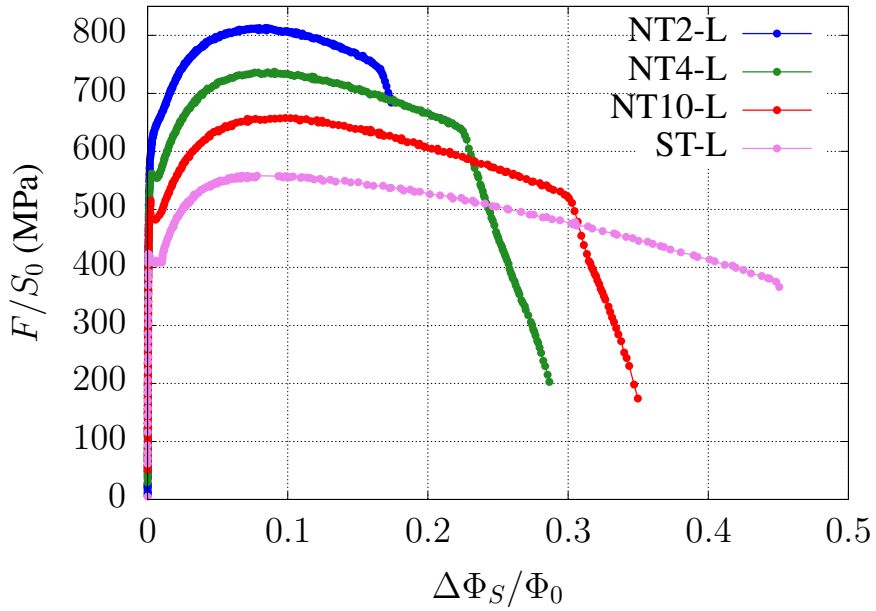


FIGURE 3.8 – Courbe contrainte—striction diamétrale selon S pour un chargement selon L en fonction de la triaxialité

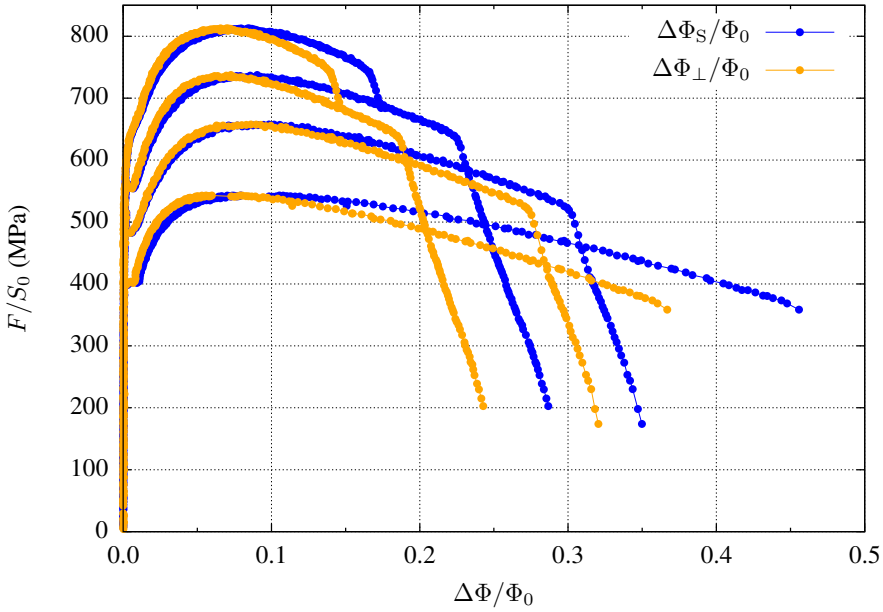


FIGURE 3.9 – Courbe contrainte-striction diamétrale selon S et T pour un chargement selon L en fonction de la triaxialité

En guise de conclusion, la déformation est anisotrope pour tous les niveaux de triaxialité. Cette conclusion reste vraie pour les éprouvettes prélevées selon le sens T aussi (figure 3.10). En comparant la striction selon S pour les éprouvettes prélevées selon T et L on remarque que les éprouvettes chargées selon L se déforment plus que celle chargées selon T. D'après les courbes, une ST_L atteint 50 % de déformation alors que ST_T, il est à 40%. Le sens L est donc plus ductile que le sens T.

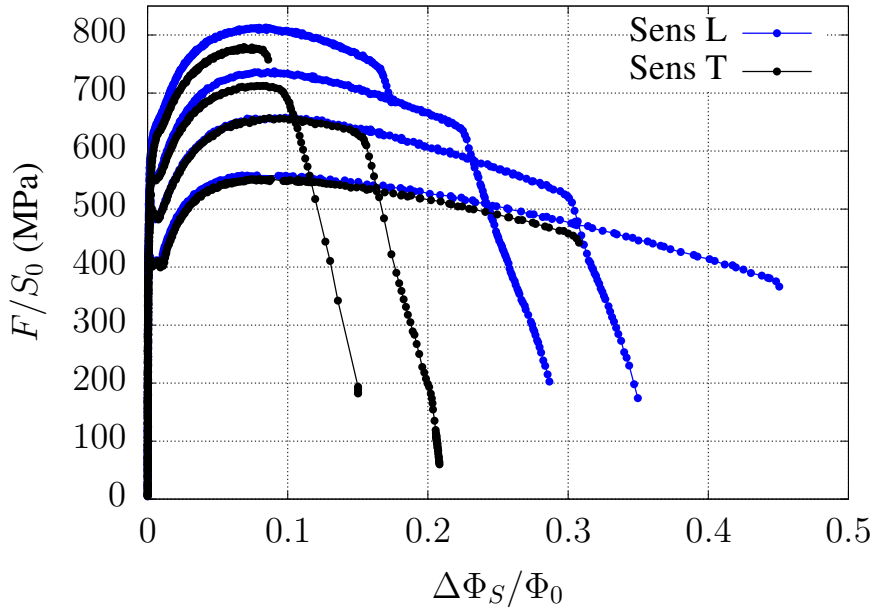


FIGURE 3.10 – Courbe contrainte-striction diamétrale selon S pour un chargement selon L et un chargement selon T en fonction de la triaxialité

3.4 Striction à la rupture

On calcule la striction à la rupture grâce à la formule suivante 3.4 :

$$Z = 1 - \left(\left(1 - \frac{\Delta\phi_S}{\phi_0}\right) \times \left(1 - \frac{\Delta\phi_\perp}{\phi_0}\right)\right) \tag{3.4}$$

Avec $\Delta\phi_S$ et $\Delta\phi_\perp$ la variation du diamètre selon les deux direction observées. Les résultats portés sur toutes les éprouvettes testées de type NT et ST sont présentés dans la figure 3.11. Cette dernière présente le facteur Z en fonction de la triaxialité (figure 3.11 (a)). Effectivement, quand on change le rayon de l'entaille, on change le niveau de triaxialité dans l'éprouvette. Plus le rayon de l'entaille est sévère, plus la triaxialité est importante. On constate que les Z baissent en fonction de la triaxialité. On remarque aussi que les Z sont d'autant plus importants pour le sens L. Une légère dispersion est enregistrée pour les éprouvettes à haut niveau de triaxialité. On s'intéresse également à la réduction de diamètre pour laquelle la rupture s'amorce au centre de l'éprouvette : $\Delta\Phi/\Phi_0|_c$. Cela correspond au moment où la charge commence à décroitre fortement sur les courbes Force—contraction diamétrale [60]. La valeur est prise pour la direction S. Sur la figure 3.11 (b), $\Delta\Phi/\Phi_0|_c$ est présenté en fonction de type d'éprouvettes.

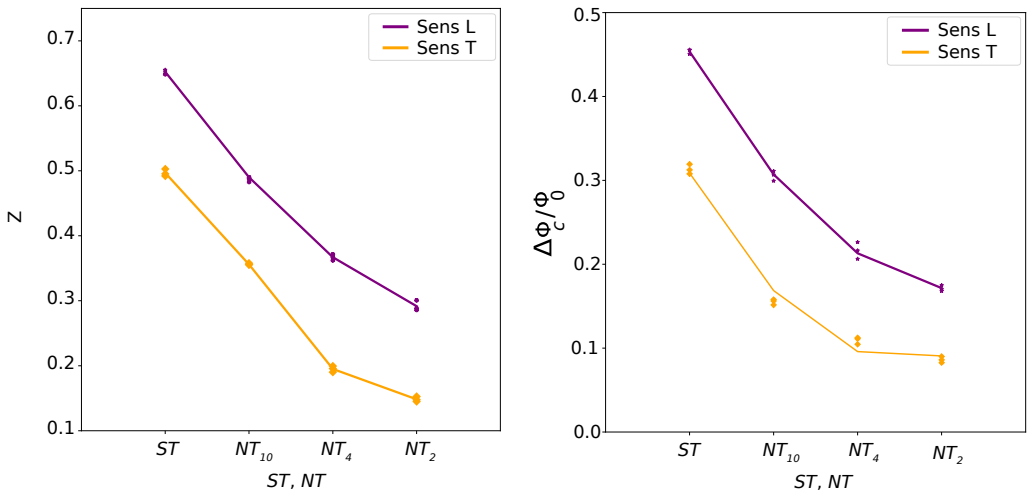


FIGURE 3.11 – Comparaison du facteur Z (a) et de $\Delta\Phi/\Phi_0|_c$ (b) pour les deux sens de prélèvement en fonction du triaxialité

Cette campagne d'essais mécaniques nous a aidé à mieux connaître les propriétés de la nuance X52 des pipelines. Elle nous a permis aussi de prendre connaissance des paramètres matériaux à tenir en compte lors de la modélisation. On a mis en évidence l'absence du gradient de propriétés mécanique dans l'épaisseur. On montre aussi que le matériau est isotrope en contrainte et anisotrope en déformation. Des coefficients de Lankford ont été déterminés pour le sens de laminage (0°) et le sens transverse (90°). Une comparaison entre des strictions à la rupture finales en fonction du niveau de triaxialité a été établie pour les deux sens de l'étude.

3.5 Fractographies des éprouvettes lisses et entaillées

Afin de compléter cette partie de l'étude de l'acier X52, des observations des faciès de rupture ont été réalisées avec le MEB (Microscope Électronique à Balayage) (figure 3.12).

En respectant la convention de garder le sens S dirigé vers le haut, les plans observés sont (L,S) pour les éprouvettes prélevées selon T et (T,S) pour les éprouvettes prélevées selon L. Ces fractographies révèlent une rupture ductile conformément à ce qui avait été déduit des essais précédemment présentés. Les faciès de rupture des éprouvettes prélevées selon le sens L présentent une rupture en cup-cône plus prononcée (figure 3.12 (a) et (c)) que celle présentée par les éprouvettes dans le sens T (figure 3.12 (b) et (d)). À l'échelle macroscopique, cette forme de faciès de rupture en vague dite cup-cone est connue et elle est due à la différence de niveau de triaxialité dans l'éprouvette. On observe des cavités des différentes tailles, traduisant des germinations primaires et secondaires. Les éprouvettes chargées selon le sens T présentent des cavités alignées selon L. Ces alignements sont en fait des traces des MnS. Les cavités dans ces éprouvettes ont amorcées sur des MnS puis elles croissent en suivant les orientations des MnS. Ce genre d'inclusions peut aussi induire du dé-laminage tout le long de ces dernières. Contrairement à la direction T , les éprouvettes sollicitées dans le sens L présentent des cavités circulaires selon L.

Les figures 3.12 montrent aussi une comparaison entre les deux niveaux de triaxialités extrêmes testées dans cette étude. Ces niveaux extrêmes correspondent aux éprouvettes de type ST où le niveau de triaxialité est le plus bas et aux éprouvettes NT2 où le niveau de triaxialité est le plus élevé. On remarque que, tout comme les éprouvettes ST, le sens L présente une rupture en cup-cone plus prononcée que le sens T (pour les NT4 et NT10 voir annexe G).

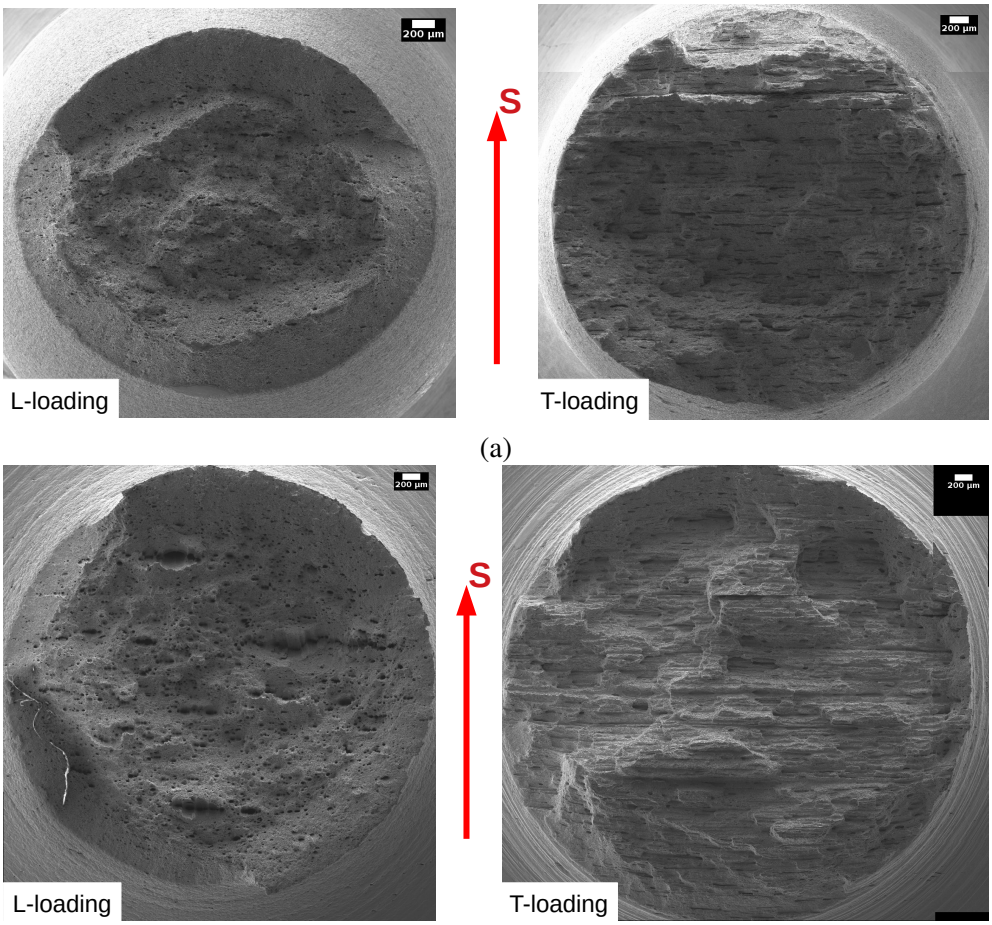


FIGURE 3.12 – Comparaison de faciès de rupture pour des éprouvettes ST (a) et des éprouvettes NT2 (b)

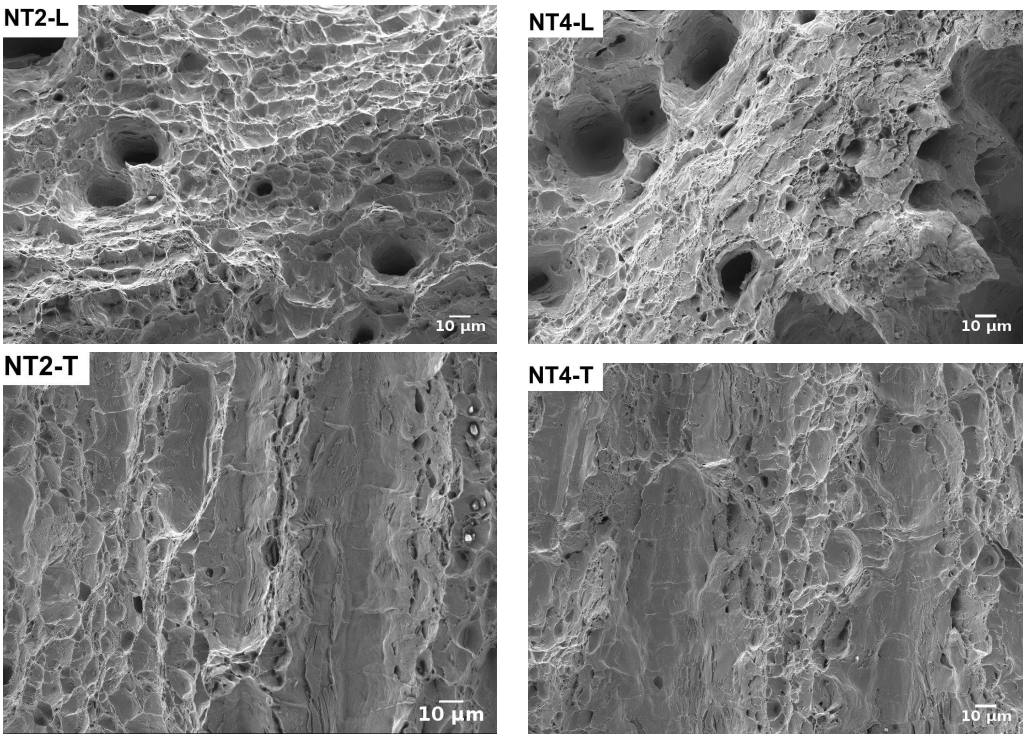


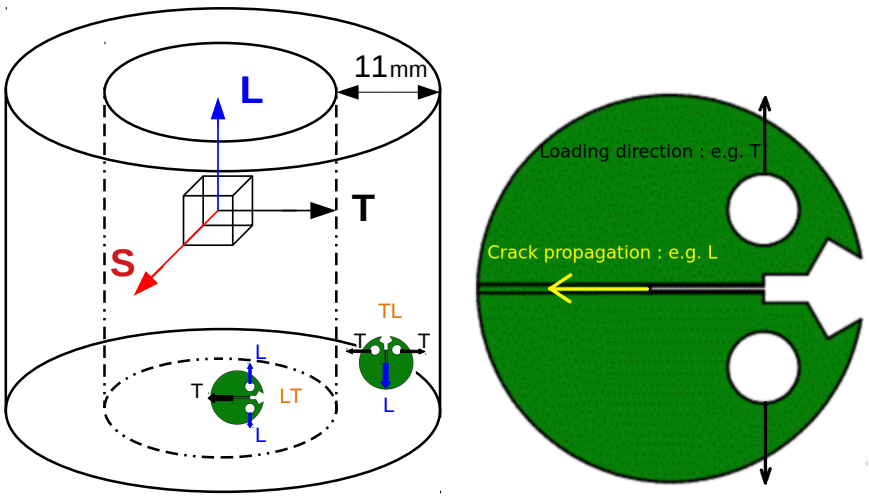
FIGURE 3.13 – Vue à fort grossissement (SE) des faciès de rupture des éprouvettes NT4 et NT2 testées dans les sens L et T.

La figure 3.13 montre des faciès de rupture à fort grossissement. On voit des cupules de différentes tailles ce qui traduit une germination primaire et secondaire. En outre, au fond de ces cupules, on voit des inclusions à l'origine de ces dernières. Pour les éprouvettes prélevées selon le sens T, on note l'existence de grandes cupules allongées selon la direction L. Ces cupules ont été créées autour des particules de MnS.

3.6 Essais sur des éprouvettes fissurées

Nomenclature des éprouvettes de fissuration

Par convention, la nomenclature des éprouvettes de fissuration portera en premier le type d'éprouvette (CT, SENT, mDCT, mSENT) puis la direction. Dans ce cas la direction sera composée de deux lettres en premier on indiquera le sens de sollicitation et en second la direction correspondant à celle du sens de propagation de la fissure (figure 3.14). Par exemple, si on prend le sens LT, le sens L est le sens de prélèvement et T est le sens de propagation de fissure.



(a) (b)

FIGURE 3.14 – Schéma explicatif des sens de prélèvement

3.6.1 Essais sur CT

Les éprouvettes CT (Compact Tension) sont développées par la norme ASTM E1820 [39] pour étudier la ténacité des matériaux métalliques en se basant sur les paramètres J, K et le CTOD (δ) (Crack Tip Opening Displacement). La ténacité pour une fissure en Mode I est alors mesurée à partir de la courbe J—Δa. La norme propose aussi des rapports de dimensions pour concevoir une éprouvette représentative de la structure. La figure 3.15 montre une éprouvette CT avec les dimensions qui respectent la norme. Les dimensions sont des multiples de la distance W (longueur de l'éprouvette) selon a norme ASTM E1820 [39]. En particulier on a généralement $B = W/2$ mais la norme autorise d'autres rapports de sorte que $2 \leq W/B \leq 4$. Dans cette étude on se basera sur les courbes $J - \Delta a$ pour étudier la ténacité.

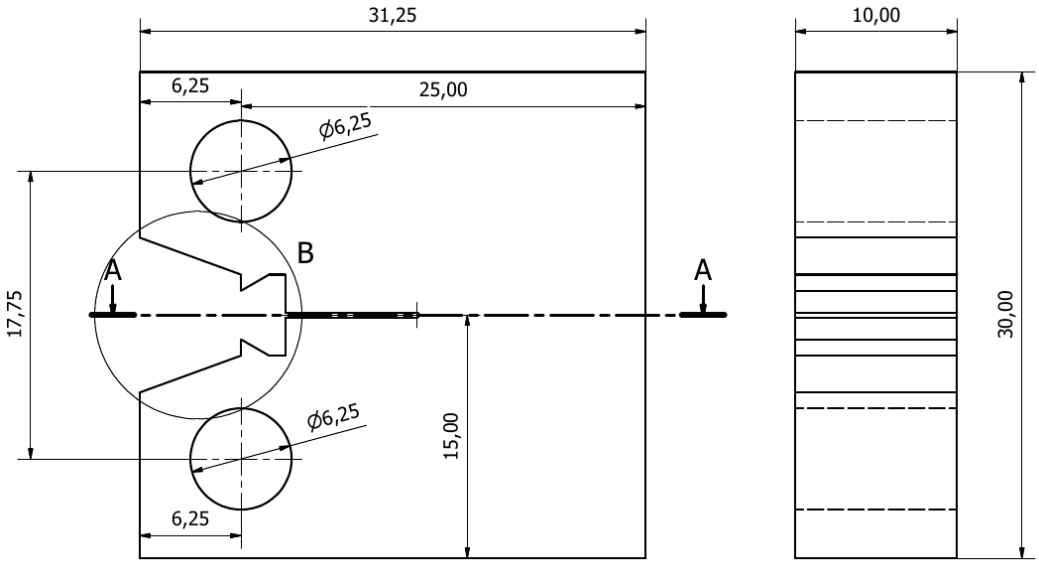


FIGURE 3.15 – Plan d'une CT 10

L'essai est fait sur machine MTS (Materials Test Systems), muni d'une cellule de 250 kN. L'éprouvette a été instrumentée avec un extensomètre comme le montre la figure 3.17. L'essai est conduit en quasi-statique à une vitesse moyenne de déplacement 0.01 mm.s^{-1}. Les éprouvettes sont goupillées comme l'indique la norme. Cinq éprouvettes sont testées dans cette campagne d'essai. Chacune de ces dernières est arrêtée à un niveau d'avancée de fissure différents. Dans ces essais on combine la méthode "multi-specimen" en multipliant les essais et la méthode de "single-specimen" en appliquant la méthode de la charge-décharge pour la détermination de la complaisance. L'essai est piloté en déplacement extensomètre. Il consiste en une série de chargements cycliques avec maintien. Chaque cycle est composé de trois phases (figure 3.16) : (i) Phase de chargement ; (ii) Phase de maintien en déplacement extensomètre (avec une relaxation en fin de cette phase), cette phase dure 60 s et (iii) une phase de déchargement.

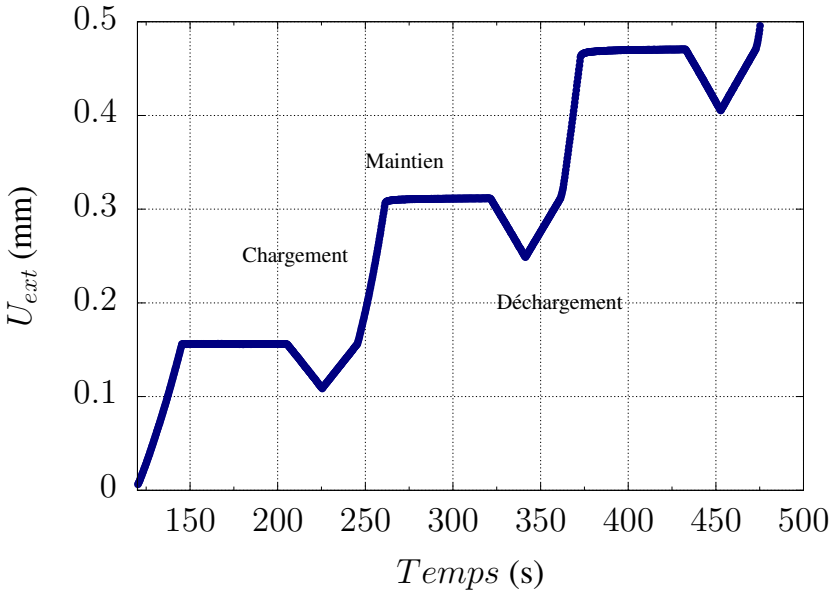
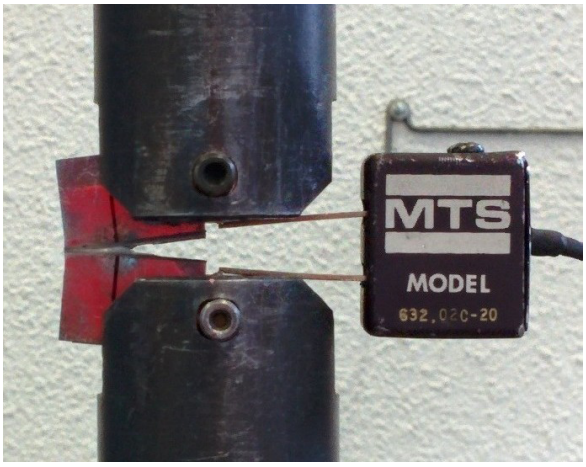
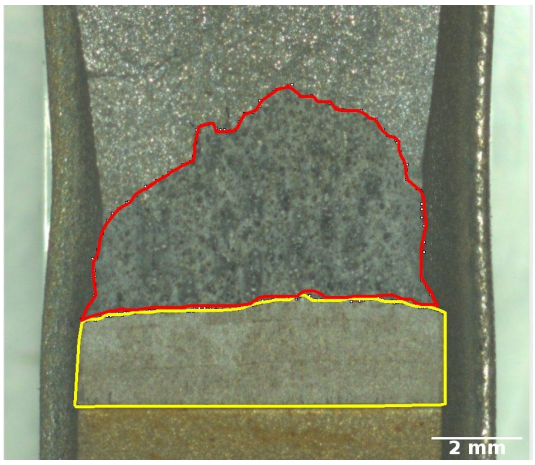


FIGURE 3.16 – Courbe déplacement extensomètre en fonction du temps montrant la méthode d'essai implémentée dans la machine MTS

Par la suite, les éprouvettes ont été cassées à l'azote liquide comme le montre la figure 3.17. On distingue trois zones : la zone délimitée en jaune représente la pré-fissuration en fatigue ; quant à la zone délimitée en rouge, elle représente l'avancée de fissure ductile et finalement zone brillante qui la suit est le ligament qui a été rompu à l'azote liquide.



(a) Montage de l'essai sur la machine de traction



(b) Faciès de rupture obtenu par microscopie optique

FIGURE 3.17 – Essai sur les CT

Résultats

Les résultats des essais établis sur les CT sont présentés sur la figure 3.18. Les courbes J—Δa montrent que les essais sont répétables et que les courbes ont la même tendance. L'éprouvette E075 (correspondant à la courbe verte) semble être plus tenace que les autres. Toutefois, cette dispersion semble disparaitre quand on regarde la courbe (Load-LLOD) où on

remarque que les courbes correspondantes à l'éprouvette E074 et E075 ont presque la même tendance. La différence de la contrainte maximale entre les essais peut être une conséquence directe du fait de dispersion en terme des longueurs des fissures initiales a_0. Pour ces essais, on a procédé de la même manière que pour les SENT. En effet, on a combiné deux méthodes : la méthode dite «single specimen» pour les charges-décharges et la méthode dite «multi specimen» pour les différentes fissures finales. Si on applique la formule donnée par la norme pour J_{max} dans notre cas, on trouve que J_{max} = 482.6 kJ/mm^2. D'après les courbes, on dépasse largement cette valeur maximale imposée par la norme. En appliquant la norme d'une façon inverse, on se fixe un J_{max} = 640 kJ/mm^2. On peut calculer l'épaisseur nécessaire pour être conforme à la norme grâce à la formule 3.5. Finalement, B devrait être égale à 13.5 mm.

$$B = \frac{10 \times J}{\sigma_Y} \tag{3.5}$$

Cette épaisseur est impossible à avoir avec notre pipe parce que son épaisseur est de 11 mm. Les éprouvettes de ténacité de type CT ont été conçues en respectant les conditions géométriques et les rapports dimensionnels mentionnés dans la norme ASTM E1820 [39]. Néanmoins, respecter ces conditions ne garantit pas la validation par la norme. Hormis le fait que les essais ne sont pas valides à l'égard de la norme au delà d'une certaine avancée de fissure, les résultats restent exploitables.

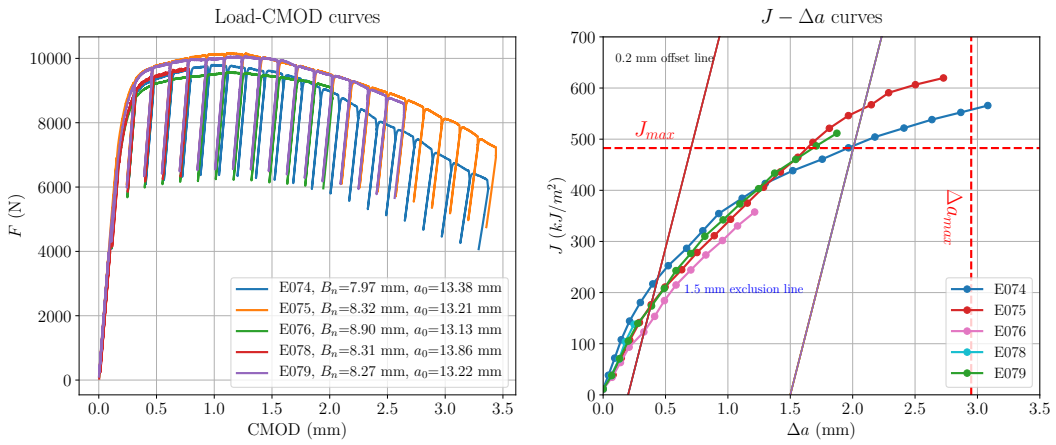


FIGURE 3.18 – Résultats des essais sur CT

3.6.2 Essais sur SENT

Les éprouvettes SENT (figure 3.19) sont des barreaux à section carrée 10 × 10 mm^2 et de longueur 220 mm. Cette géométrie, du fait de la géométrie du tube, impose que la matière ne peut être testée que dans la configuration L–T : traction selon L et avancée de la fissure selon T. Dans la littérature, on fait parfois usiner une entaille qu'on considère comme un défaut initial pour concentrer les contraintes et faire propager une fissure [47]. Dans cette étude, on amorcera une vraie fissure avant de tester les éprouvettes. En effet, on se servira de l'entaille usinée pour faire amorcer une fissure par fatigue. Cette pré-fissure sera considérée comme défaut initial. C'est sa longueur qu'on prendra en compte dans le dépouillement.

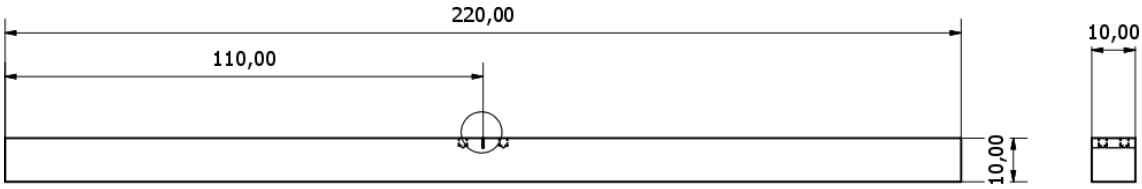
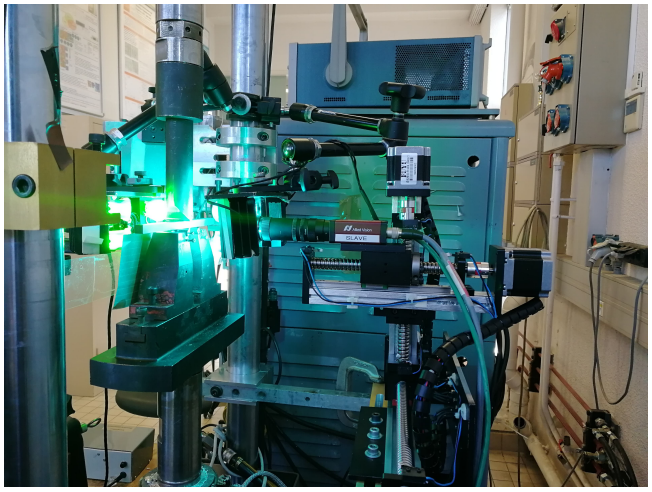


FIGURE 3.19 – Plan d'une SENT standard

La pré-fissuration a été faite en fatigue en flexion trois points. Le protocole a été fait en respectant la norme ASTM-1820 [39]. L'essai a été suivi par deux caméras de corrélation d'image. L'objectif de cette instrumentation est de raffiner la mesure de la pré-fissuration. La figure 3.20 (a) montre la machine de pré-fissuration ainsi que le montage. Après pré-fissuration, on a usiné des entailles latérales de part et d'autre de la pré-fissuration. Ces entailles latérales servent à canaliser la propagation de la fissure dans le plan en augmentant le niveau de triaxialité lié à la présence d'entailles. En pratique, le front de fissure n'est jamais plat. Cette forme courbée de front de fissure peut provoquer une bifurcation si la fissure rencontre des obstacles sur son chemin. Pour éviter des ruptures en travers, les entailles latérales permettent d'enlever les bouts de la fissure et de corriger la courbure en conséquence. Ensuite, les éprouvettes ont été testées. Les éprouvettes ont été encastrées dans des mors hydrauliques. Elles subissent ensuite les cycles de charge-décharge (figure 3.20 (b)). La méthode de charge-décharge permet de déterminer l'intégrale J par la méthode de la complaisance. L'essai de ténacité était instrumenté par deux extensomètres. Cette instrumentation s'appelle la méthode «double-clip». En effet, avoir deux extensomètres placés à deux distances différentes de la pré-fissure permet de mesurer le CMOD et le CTOD en même temps.



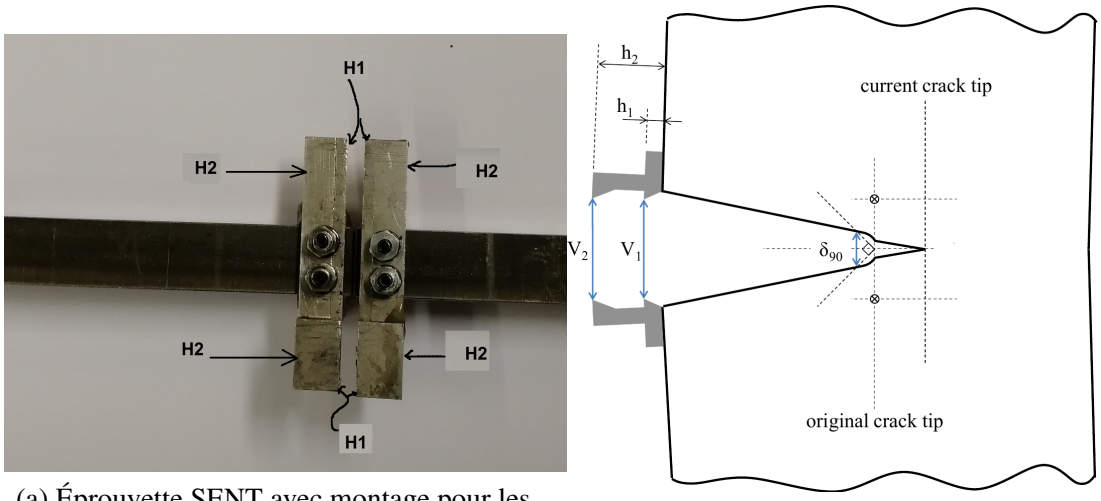
(a) Pré-fissuration en fatigue des SENT

(b) Essai de ténacité des SENT

FIGURE 3.20 – Étude des SENT

La méthode de double-clip a été introduite dans le rapport technique [61]. Cette méthode permet de mesurer le CTOD (Crack Tip Opening Displacement) et le CMOD (Crack Mouth Opening displacement). La procédure consiste à placer les extensomètres à deux hauteurs

différentes qu'on appellera H_1 (niveau bas) et H_2 (niveau haut) comme l'illustre la figure 3.21.



(a) Éprouvette SENT avec montage pour les extensomètres

(b) Schématisation du montage pour la méthode de double-clip

FIGURE 3.21 – Emplacement des extensomètres

La formule donnée par le rapport technique [61] pour le calcul de CTOD est donnée par la relation suivante 3.6 :

$$CTOD = \frac{\left(1-\nu^2\right)\times K_I^2}{2\times\sigma_Y\times E} + V_{1,p} - \frac{a_0+h_1}{H_2-H_1}\times\left(V_{2,p}-V_{1,p}\right) \tag{3.6}$$

Avec K_I le facteur de concentration de contrainte, $V_{1,p}$ et $V_{2,p}$ les parties plastiques du déplacement mesuré par les extensomètres placés en H1 et H2.

Une décomposition du CTOD en partie partie élastique et autre plastique est possible. On écrit donc CTOD = $CTOD_e$+ $CTOD_p$ avec :

$$CTOD_e = \frac{\left(1-\nu^2\right)\times K_I^2}{2\times\sigma_Y\times E} \tag{3.7}$$

$$CTOD_p = V_{1,p} - \frac{a_0+H_1}{H_2-H_1}\times\left(V_{2,p}-V_{1,p}\right) \tag{3.8}$$

La partie plastique du CTOD est déterminée géométriquement en partant du principe que la fissure initiale (longueur a_0) ne se déforme pas. Cependant, la formule donnée pour la partie élastique du CTOD a été développée pour les spécimens du type SENB (Single Edge Notch Bending). Par conséquent, cette formule peut ne pas être pertinente dans ce cas. ExxonMobil a introduit une procédure pour calculer le CTOD en se basant sur les éprouvettes SENT (voir [62]). La procédure propose d'utiliser la méthode de double-clip mais sans la décomposition en partie élastique et partie plastique du CTOD. En effet, cette méthode propose une autre formulation pour le CTOD voir 3.9

$$CTOD = V_1 - \frac{H_1+a_0}{H_2-H_1}\times(V_2-V1) \tag{3.9}$$

Avec V_1 et V_2 les COD mesurés à H_1 et H_2. En outre, le CMOD est donné par la relation suivante :

$$CMOD = V_1 - \frac{H_1}{H_2 - H1}(V_2 - V_1) \tag{3.10}$$

Une autre formulation a été développée pour les calculs de CMOD et CTOD avec la méthode de doule-clip (voir [63]) :

$$CTOD = 2 \times \frac{V_2 \times (a_0 + H_1) - V_1(a_0 + H_2)}{(V_2 - V_1) - 2(H_2 - H_1)} \tag{3.11}$$

Avec V_1 et V_2 les COD mesurés à H_1 et H_2. Le CMOD est donné par la relation suivante 3.12 :

$$CMOD = \frac{V_1 \times H_2 - V_2 \times H_1}{H_2 - H_2} = V_1 - \frac{H_1}{H_2 - H_1} \times (V_2 - V_1) \tag{3.12}$$

La méthode de double-clip est fondée sur des hypothèses géométriques et trigonométriques. Les équations 3.6 et 3.12 sont valides si et seulement si les hypothèses suivantes sont vérifiées :

— L'ouverture de la fissure est symétrique par rapport au plan de la fissure
— La fissure initiale ne change pas de forme

Résultats

Les résultats de ces essais sont présentés dans la figure 3.22. Les essais sont arrêtés à des instants différents. Dans cette étude, on cible la comparaison entre des différentes éprouvettes mais aussi entre des différentes méthodes. On va combiner deux méthodes : (i) la méthode de l'éprouvette unique (single specimen) où l'on applique des charges-décharges pour déterminer J avec la complaisance et (ii) la méthode de plusieurs éprouvettes (multiple specimen) pour déterminer l'avancée finale de la fissure pour chaque éprouvette arrêtée. On remarque d'après ces courbes 3.22 que les essais sont répétables et que la dispersion est très faible. Cette dispersion peut être due à la différence des longueurs initiales des pré-fissurations. On constate aussi à partir de la courbe à droite (sans les charges-décharges) que les essais ont tous la même tendance. On précise aussi que le J_{max} calculé pour les essais sur ces SENT est de 271 kJ/mm^2.

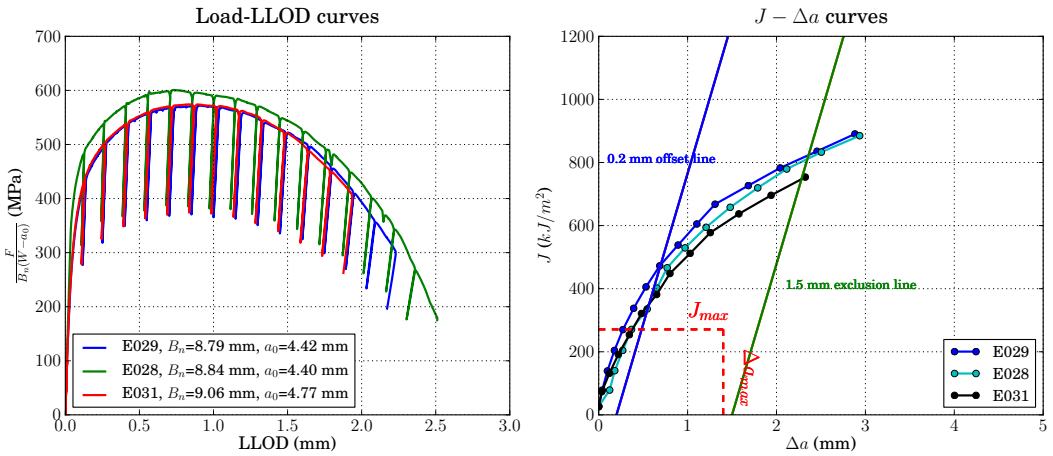


FIGURE 3.22 – Résultats des essais sur des SENT

Les faciès de rupture des SENT on été observées avec le MEB. La figure 3.23 présente un exemple de ces faciès. La fractographie montre les différentes zones : entaille par usinage,

pré-fissuration (Zone délimitée en vert), zone de rupture ductile (zone délimité en rouge) et zone de rupture fragile (Zone délimité en cyan, cassée à l'azote liquide). Dans la zone ductile, on observe de grosses fissures alignées selon le sens T. Ces alignements ne ressemblent pas à ceux observés dans les éprouvettes de traction simple et entaillées dans l'étude précédente. Celles-ci ont plus la forme d'un délaminage dû à la décohésion entre les MnS et la matrice.

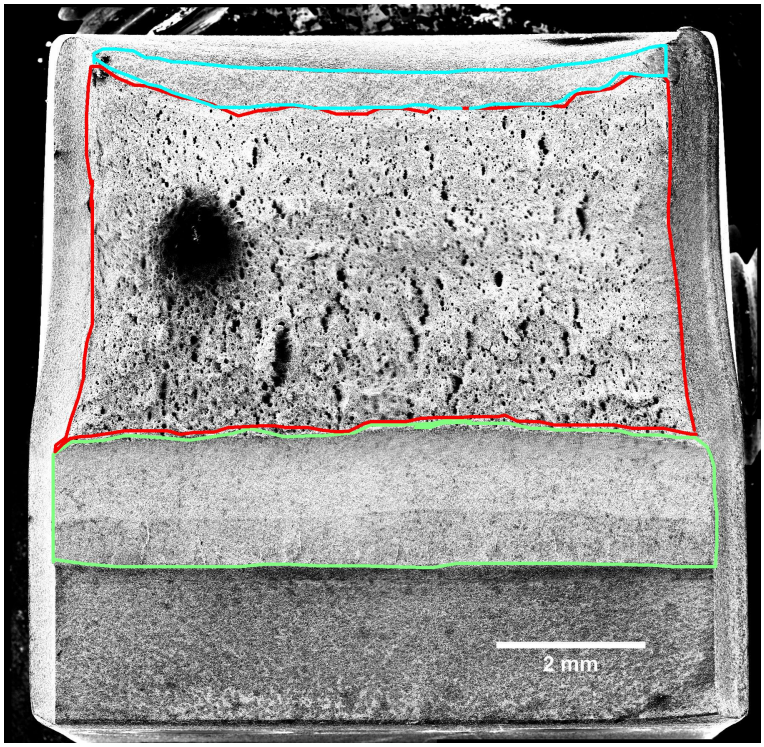


FIGURE 3.23 – Faciès de rupture d'une éprouvette macro SENT

Une comparaison entre les SENT et les CT est présentée par le biais des courbes dans la figure 3.24. Dans ce graphe, on voit que les résultats sur des SENT est au dessus des résultats des CT. Cette différence est due à l'état de confinement dans les SENT qui s'avère plus proche de celui dans les pipelines. En fait, les éprouvettes standards de fissuration (CT) proposées par les normes, présentent un état de confinement plus élevé que celui présent dans les structures de pipeline. Ces résultats montrent que les CT sous-estiment la ténacité de l'acier.

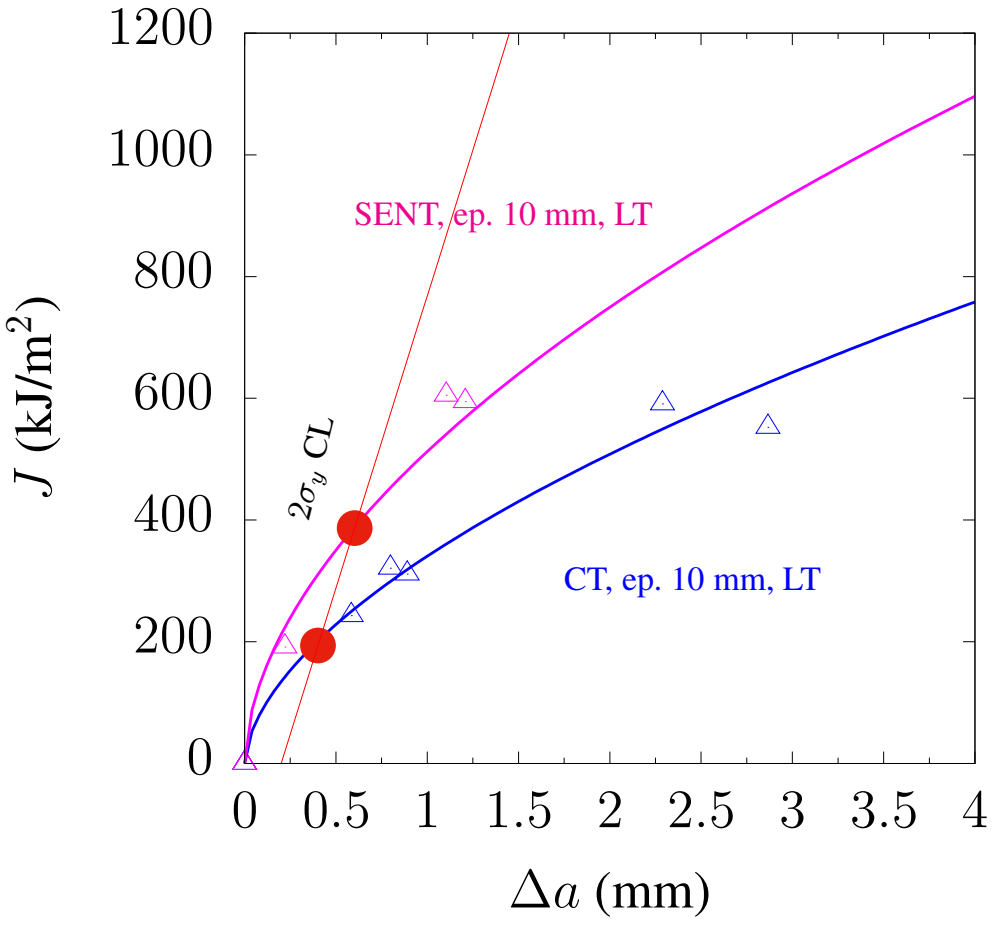


FIGURE 3.24 – Comparaison entre les SENT et les CT

3.7 Essais sur des éprouvettes Charpy

Afin d'étudier la rupture, des essais de résilience de type Charpy ont été conduits sur le X52. C'est un essai de choc à vitesse de déformation élevée. L'essai est réalisé sur un mouton pendule. L'énergie consommée par l'impact est évaluée à partir de l'angle initial de lâcher du pendule et de l'angle maximal de remontée. En effet, en l'absence d'éprouvette à rompre, le pendule remonterait à une position symétrique de sa position de départ. Pour la plupart des pendules, la vitesse d'impact est voisine de 5 m/s.

FIGURE 3.25 – Le mouton pendule de Charpy-Zwick 50J (Institute of Physics of Materials, Academy of Sciences of the Czech, Brno)

Il est possible de réaliser des essais instrumentés par des jauges de déformation collées sur les faces opposées du couteau, formant un pont de Wheatstone avec deux jauges de compensation. La chaîne de mesure doit avoir une réponse d'au moins 100 kHz étant donné la rapidité de l'expérience. Ces systèmes permettent d'obtenir une précision sur les résultats en force enregistrée de l'ordre de 1 à 2%. Le déplacement $s(t)$ peut être mesuré par intégration des résultats en force $F(t)$, puis en vitesse $v(t)$:

$$v(t) = v_0 - \frac{1}{m}\int_{t_0}^{t} F(t)\,\mathrm{d}t \tag{3.13}$$

et

$$s(t) = \int_{t_0}^{t} v(t)\,\mathrm{d}t \tag{3.14}$$

où m est la masse du couteau, v_0 la vitesse initiale d'impact, t_0 le temps au début de la déformation et t le temps ($t > t_0$). Ces mesures permettent d'estimer la cristallinité de la rupture en évaluant la proportion de propagation stable (ductile) et de propagation instable (fragile) sur la courbe force déplacement. Si la rupture est entièrement instable, le matériau est fragile, si la rupture n'est jamais instable, la cristallinité sera de 0 % et le matériau parfaitement ductile. L'essai instrumenté apporte une interprétation beaucoup plus riche que celle fondée uniquement sur l'énergie. En effet, deux matériaux avec des comportements en traction très différents peuvent donner la même énergie. L'étude des courbes F—δ permettra de distinguer les deux matériaux. De plus, lorsque l'on souhaite étudier le vieillissement d'un matériau, les courbes instrumentées permettront de distinguer si c'est la partie de l'amorçage ou de la propagation de la fissure qui est affectée par ce vieillissement alors que le distinguer n'est pas possible à partir de la seule énergie.

Préparation de l'essai

Les éprouvettes des essais Charpy standards sont des barreaux prismatiques de section 10×10 mm^2 et de longueur 55 mm entaillées en leur milieu (figure 3.26). Il existe deux types d'éprouvettes : les éprouvettes KUC et KCV, selon que l'entaille a une forme de U ou de V. Les différences essentielles entre ces types d'éprouvettes sont la surface de matière testée (respectivement 0,5 et 0,8 cm^2) et le rayon de courbure de l'entaille et donc la triaxialité des contraintes. Les éprouvettes KCU ne sont pratiquement plus utilisées et ne servent plus qu'à des comparaisons avec des résultats anciens (suivi de vieillissements thermiques, notamment).

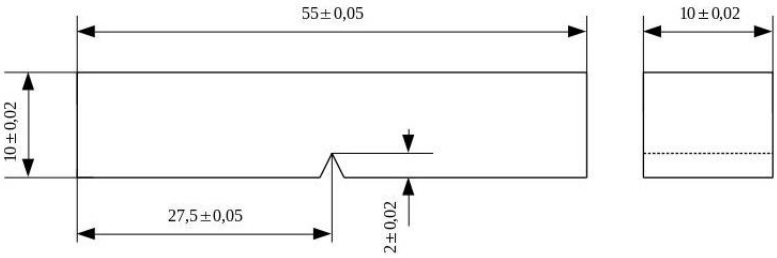


FIGURE 3.26 – Plan des éprouvettes Charpy standards KCV

Elles sont positionnées sur deux appuis et frappées par le pendule dans leur plan de symétrie, au dos de l'entaille.

Ces essais nécessitent peu de matière et peu d'usinage et préparation. L'essai de résilience ou essai Charpy est défini par les normes DIN 50115 et 51222 en Allemagne, ASTM E23 aux États-Unis, AFNOR A03-161, A03-156 et A03-508 en France, BS131 part 1 à 5 en Grande-Bretagne, ISO R148, R83, R84 et R442, Euronormes 45-63 et 7-55. Pour dimensionner ces éprouvettes, la norme ASTM E23 a été appliquée. La norme recommande une éprouvette de longueur de 55 mm et de section carré de 10×10 mm^2. L'entaille usinée est de profondeur 2 mm et d'ouverture 45°. Son rayon est de 0.2 mm.

Résultats

Les résultats des essais Charpy sur des éprouvettes standards sont présentés à la figure 3.27. Pour les macros Charpy, seul le sens L a été testé. Ce choix est dû à une contrainte d'usinage. Étant donnée que les éprouvettes ont été prélevées d'un morceau de pipe, il s'avère impossible de prélever des éprouvettes standards dans le sens T du fait de la courbure (comme dans le cas des SENT). On remarque qu'il n'y a pas de dispersion et que les essais sont répétables. Le tableau 3.7 récapitule des résultats obtenus lors des essais de résilience.

KCV	F_{max} (kN)	E_a (J)	σ_{max} (MPa)	E_a (kJ/m^2)
LT	18.73	120.17	224.30	1505.17

TABLE 3.2 – Tableau récapitulatif des résultats des essais macroscopiques de résilience

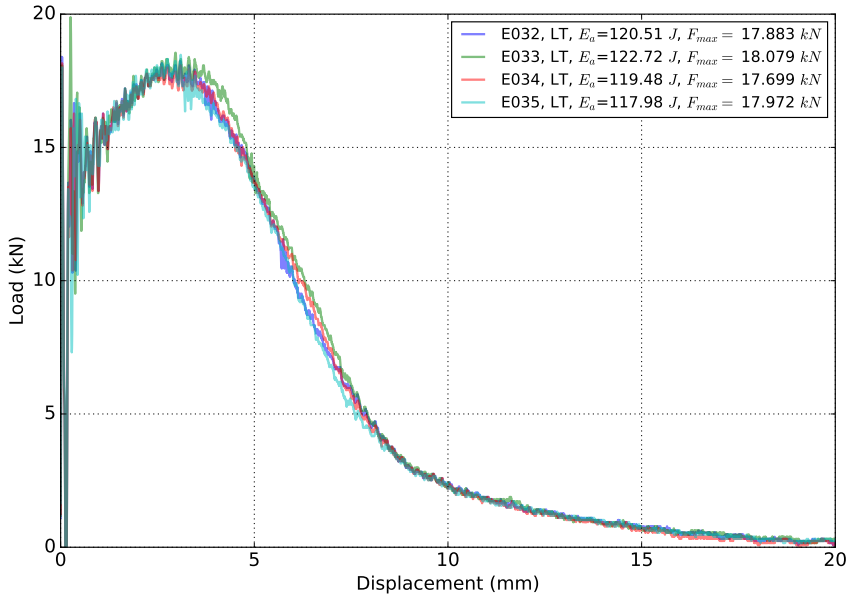


FIGURE 3.27 – Courbes force-déplacement des essais Charpy sur des éprouvettes standards prélevées dans le sens L

Les figures suivantes (3.28) montrent des différentes zones du faciès de rupture. On remarque l'existence de différentes tailles des cupules. On peut voir aussi qu'il y a des cupules qui coalescent pour donner une fissure plus grande. On peut observer aussi un délaminage dû aux MnS.

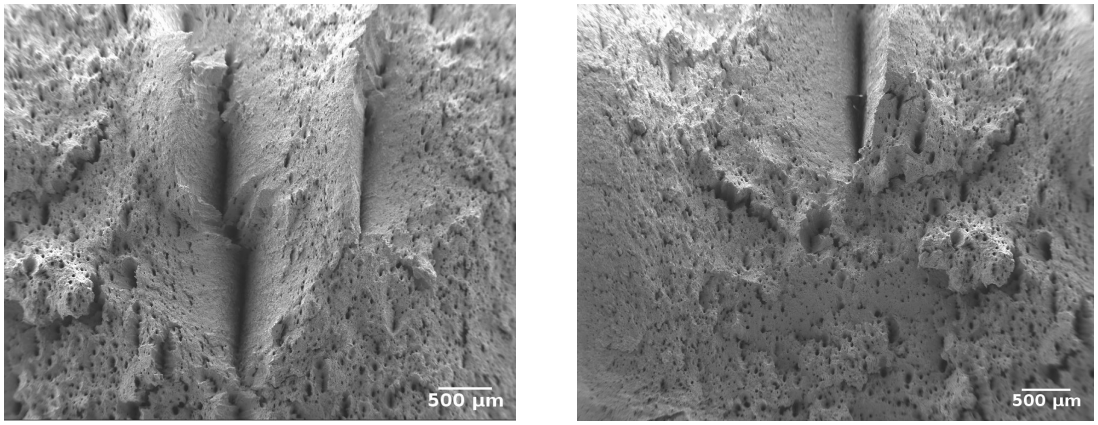


FIGURE 3.28 – Observation du faciès de rupture d'une Charpy standard à un agrandissement de $\times$ 20

3.8 Conclusion

Cette partie consacrée aux essais mécaniques macroscopiques nous a permis de caractériser les propriétés mécaniques du matériau de l'étude. Elle nous permettra de construire une base de données matériau solide pour l'acier de la nuance X52. En effet, l'étude inclusionnaire nous a permis de comprendre les morphologies observées sur les faciès de rupture. On sait maintenant que les alignements observés sur les faciès sont du fait de la germination des cavités à l'interface entre les MnS et la matrice.

La comparaison entre les essais sur des éprouvettes prélevées en pleine épaisseur du type SST (Square Simple Tension) et les éprouvettes prélevées à cœur du type ST (Simple Tension) confirme l'absence d'un gradient de propriétés mécaniques dans l'épaisseur. Une constatation déjà faite grâce à l'étude de la microdureté dans le plan (ST) et (SL). L'application de la méthode de suivi de contour nous a permis de détecter l'anisotropie de déformation dans les différents sens de l'étude (S, T, L). On en déduit que le matériau se déforme plus dans le sens S que dans les autres sens perpendiculaires. En outre, le sens L se déforme plus que le sens T.

Ces résultats sont conformes à ceux présentés pour les éprouvettes SST (figure 3.4) pour confirmer qu'on est face à un matériau qui est isotrope en contrainte mais qui est anisotrope en déformation. Cette conclusion est très importante pour le choix du critère d'anisotropie pour la modélisation de la loi de comportement. On peut déjà éliminer quelques critères comme par exemple le critère Hill qui lie fortement anisotropie en contrainte et anisotropie en déformation. Un modèle du type Bron-Besson sera, *a priori*, plus adéquat pour cette nuance. Les essais sur des éprouvettes fissurées de type SENT et CT nous ont permis de mettre en évidence les propriétés à la rupture du X52. On remarque, à partir de ces essais, que les courbes J—Δa obtenues pour les CT sont en dessous de celles obtenues pour les SENT. Ce décalage est dû au fait que la plasticité dans les CT est plus confinée que dans les SENT elles-même très proches du cas des pipelines.

Chapitre 4

Formulaires pour le dépouillement des mini–éprouvettes

Dans cette étude, nous utiliserons des éprouvettes dont les géométries ne sont pas décrites par les normes. Il devient donc nécessaire, dans la mesure où nous souhaitons suivre les grandes lignes des normes, de déterminer l'ensemble des fonctions nécessaires au dépouillement des essais. Il s'agit donc des fonctions $f_K(a/W)$ permettant de calculer le facteur d'intensité des contraintes K_I, de la fonction $P_a(u)$ liant le paramètre u (équation 1.31) à la longueur de fissure et éventuellement de la fonction $P_c(a/W)$ permettant de calculer la souplesse de l'éprouvette en fonction de a/W. Il est bien sûr également nécessaire de déterminer la fonction $\eta_{pl}(a/W)$ permettant le calcul de J_p.

Le changement le plus important introduit sur ces éprouvettes est de déporter l'extensomètre. En effet, dû à l'encombrement de l'essai qui est amplifié par la réduction de la taille des éprouvettes, l'extensomètre a dû être déplacé de sa position préconisée par la norme ASTM E1820 dans le cas des éprouvettes DCT. Il n'est donc plus sur la ligne de charge comme le montre la figure 4.1.

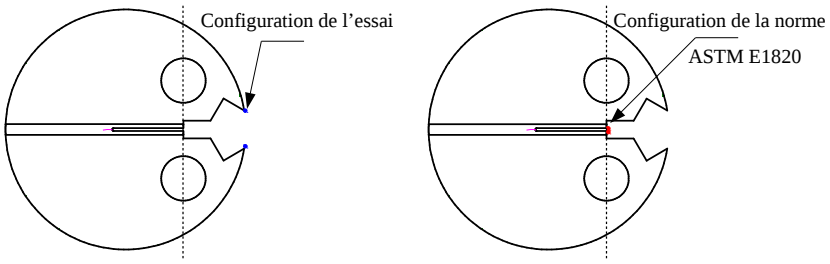


FIGURE 4.1 – La configuration propre de l'essai sur mDCT en comparaison avec la configuration indiquée par la norme ASTM E1820 [39]

Dans notre étude, on utilise également des éprouvettes SENT miniaturisées avec une géométrie différente que celle proposée par Cravero *et al.* [40]. Nos éprouvettes ont une section utile de 1.5×1.5 mm^2. La géométrie ne permet pas d'insérer un extensomètre dans l'entaille (points rouges sur l'éprouvette à droite de la figure 4.2). C'est pourquoi on décale la position pour une mesure déporté de 5 mm de part et d'autre de l'entaille (points bleus sur l'éprouvette à gauche de la figure 4.2). Notre objectif pour ces éprouvettes sera, alors, de déterminer le facteur plastique η_{pl} permettant de calculer J à partir de la mesure déportée de l'ouverture de la fissure par un extensomètre mécanique et de la force.

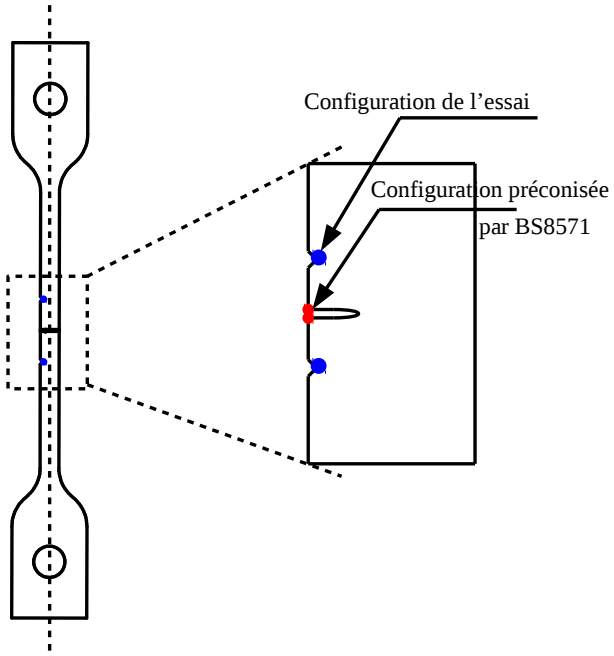


FIGURE 4.2 – La configuration propre de l'essai sur mSENT en comparaison avec la configuration indiquée par la norme BS8571 [64]

4.1 Approche numérique pour déterminer les différentes fonctions

Afin de déterminer les différentes fonctions nécessaires au dépouillement d'un essai, on réalise deux séries de calculs. Pour chaque série, on fait varier la rapport a/W dans le domaine d'intérêt. Dans un premier temps, on réalise des calculs en élasticité linéaire afin de déterminer la relation entre u et a/W et la fonction $f_K(a/W)$. On évalue ainsi la valeur de l'intégrale J pour déterminer $J = J_e$. La formule d'Irwin est ensuite employée pour calculer K_I.

On réalise ensuite des calculs non–linéaires en petites déformations pour calculer η_{pl}. Au lieu d'employer une loi élasto–plastique, on utilise une loi élastique non–linéaire donnant la même réponse en traction simple. Cela permet de s'affranchir d'une éventuelle dépendance au contour qui est observée dans le cas élasto–plastique [42]. On utilise une loi de comportement à écrouissage isotrope (contrainte d'écoulement $\sigma_F(p)$) avec une loi de plasticité de von Mises et une loi d'élasticité isotrope (E : module d'Young, ν : coefficient de Poisson). Le tenseur des contraintes est donné par :

$$\boldsymbol{\sigma} = \boldsymbol{\Lambda} : \left(\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}_p\right) \tag{4.1}$$

avec $\boldsymbol{\Lambda}$ le tenseur d'élasticité, $\boldsymbol{\varepsilon}$ le tenseur de déformation et $\boldsymbol{\varepsilon}_p$ le tenseur de «déformation plastique». Celui–ci n'est plus donné de manière incrémentale mais de manière directe par :

$$\boldsymbol{\varepsilon}_p = \frac{3}{2} p \frac{\boldsymbol{s}}{\sigma_{\text{eq}}} \tag{4.2}$$

où $\boldsymbol{s}$ est le déviateur de $\boldsymbol{\sigma}$ et σ_{eq} la contrainte de von Mises. p est calculé de sorte que $\sigma_F(p) = \sigma_{\text{eq}}$. Il convient donc de résoudre numériquement l'équation :

$$\boldsymbol{\sigma} = \boldsymbol{\Lambda} : \left(\boldsymbol{\varepsilon} - \frac{3}{2} \sigma_F^{-1}(\sigma_{\text{eq}}) \frac{\boldsymbol{s}}{\sigma_{\text{eq}}}\right) \tag{4.3}$$

par rapport à σ. Cette équation est résolue par un schéma de Newton classique. On notera que la valeur de p peut décroître en décharge. Enfin si $\sigma_{\text{eq}} < \sigma_F(0)$, on aura $p = 0$. On retrouve alors la loi de comportement linéaire élastique.

Pour déterminer η_{pl}, on réalise une série de calculs pour différentes valeurs de a/W. Pour chaque calcul, on évalue l'intégrale J en fonction du chargement. On calcule également le facteur d'intensité des contraintes grâce à la valeur de la charge. On en déduit J_e (formule d'Irwin). J_p est alors simplement calculé comme $J - J_e$ en fonction du chargement. Par ailleurs on évalue A_{pl}. Il est recommandé d'employer la valeur calculée de la rigidité plutôt qu'une formule ajustée pour calculer la partie «élastique» de l'aire sous la courbe force—déplacement (A_{el} sur la figure 1.38). Il est alors possible de tracer J_p en fonction de $A_{pl}/B_N(W-a)$. On obtient en règle générale une droite dont la pente correspond à η_{pl} :

$$J_p = \eta_{pl} \frac{A_{pl}}{B_N(W-a)}.$$

Un exemple de calcul de η_{pl} est donné à la figure 4.3 pour une mini-DCT avec a/W. On constate bien sûr que la valeur de η_{pl} pour le déplacement mesuré par l'extensomètre déporté est plus faible que celle correspond au CMOD. Cela correspond au fait que le déplacement de l'extensomètre est plus élevé que celui du CMOD mesuré sous la ligne de charge.

On établit ainsi, point par point, la courbe donnant η_{pl} en fonction de a/W. Cette courbe peut être ajustée par un polynôme dont on utilisera la dérivée pour calculer γ_{pl} en employant la formule 1.41. Il est conseillé de tester plusieurs polynômes de degrés différents. On pourra, dans un second temps, ajuster un polynôme simple pour exprimer γ_{pl} en fonction de a/W.

Dans ce travail, l'intégrale J est calculée avec le code Zset en employant la méthode G—Θ [65] implantée par Chiaruttini *et al.* [66]. Cette méthode n'est implantée qu'en 3D. Ainsi pour réaliser des calculs en déformations planes, on construit un maillage plan extrudé de deux éléments dans l'épaisseur. On fixe ensuite tous les déplacements selon la troisième direction. Tous les calculs sont alors effectués en employant des éléments 3D quadratiques réduits (`c3d20r`).

Dans le cas des calculs 3D, la valeur de J est calculée en chaque point du front de fissure. On constate que cette valeur n'est pas constante comme indiqué sur la figure 4.4. Il est alors possible de calculer la valeur moyenne de J le long du front de fissure :

$$\langle J \rangle = \frac{\int_{\text{front}} J\, ds}{\int_{\text{front}} ds} \tag{4.4}$$

où s représente l'abscisse curviligne du front. Dans la suite, on utilisera uniquement cette valeur moyenne.

4.2 Calcul de $P_a(u)$, $f_K(a/W)$ et du facteur η_{pl} pour les mDCT

On crée en premier lieux les maillages des éprouvettes. La figure 4.5 montre un maillage pour un calcul en déformations planes. La figure 4.6 présente le maillage 3D dans lequel on a maillé l'entaille latérale. On ne simule que le quart des éprouvettes du fait des symétries du problème.

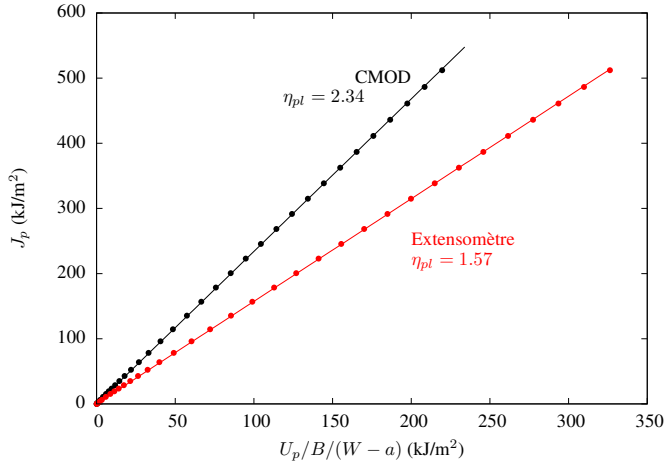


FIGURE 4.3 – Calcul des paramètres η_{pl} pour une mini–DCT avec $a/W = 0.5$.

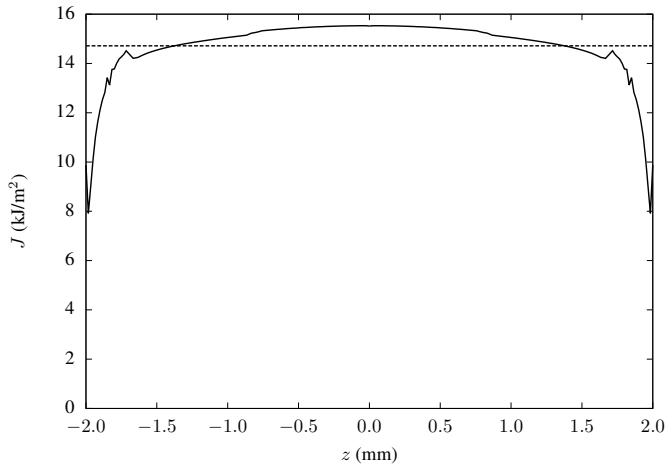


FIGURE 4.4 – Profil de J le long du front de fissure pour une éprouvette mini–DCT $B = 5$ mm, $a/W = 0.63$. La courbe en pointillés représente la valeur moyenne.

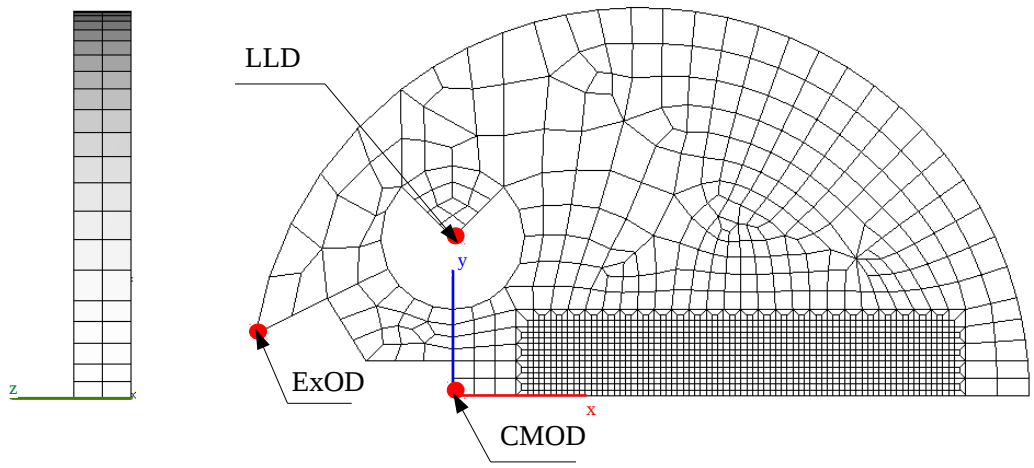


FIGURE 4.5 – Maillage des mini–DCT (déformations planes)

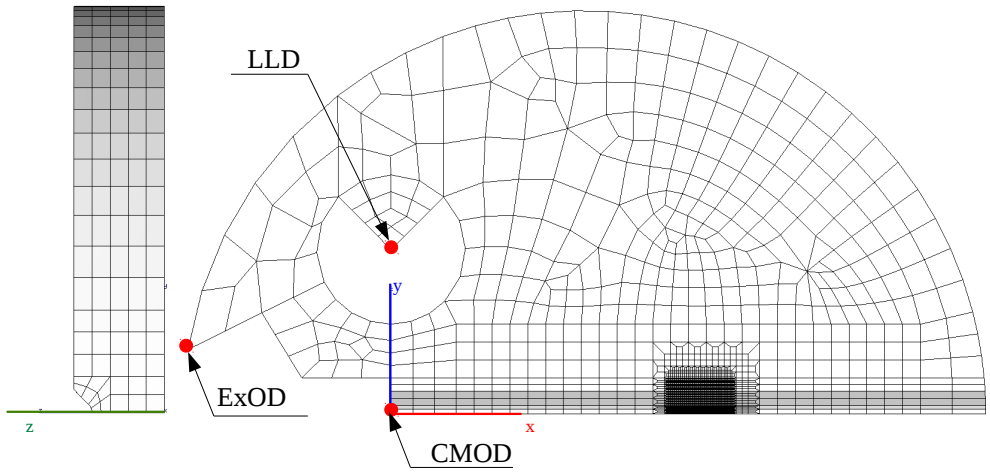


FIGURE 4.6 – Maillage des mini-DCT en 3D.

La charge est appliquée sur un nœud noté LLD (Load Line Displacement). Ce point représente le sommet d'un triangle qui fait partie d'un élément auquel on associe un matériau élastique. Ce triangle représente de façon simplifiée la goupille qui permet le chargement de l'éprouvette. Le contact entre la goupille et l'éprouvette n'est alors pas modélisé. La goupille reste élastique au cours de l'essai. Son comportement est alors modélisé comme étant élastique avec les mêmes module d'Young et coefficient de Poisson que l'acier de l'éprouvette. Les mesures de l'ouverture de la fissure se font à deux endroits. Le premier est un nœud qui est placé en dessous de la ligne de charge. C'est l'emplacement théorique de la mesure préconisé par la norme ASTM E1820. Cette ouverture correspond au CMOD (voir figures 4.5 et 4.6). La seconde mesure est réalisée à l'emplacement expérimental de l'extensomètre déporté. On notera ExOD (Extensometer Opening Displacement) ce déplacement. Les calculs sont paramétrisés avec des maillages générés pour différentes valeurs de a/W allant de 0.3 jusqu'à 0.80 avec un pas de 0.05.

Fonction $P_a(u)$: Une première comparaison est faite afin de vérifier la fiabilité des calculs. On compare les relations a/W — u pour un déplacement correspondant au CMOD. La

figure 4.7 (a) montre le résultat du calcul FEM (méthode des éléments finis) en comparaison avec la norme ASTM E1820. On remarque que les résultats sont cohérents avec cette dernière. Un fit de la fonction $P_a(u)$ a été réalisé ; il donne les résultats suivants :

$$\frac{a}{W} = 0.999377 - 3.90691u + 0.575094u^2 + 18.346u^3 - 43.3196u^4 + 52.4678u^5 \tag{4.5}$$

Cependant, les coefficients résultant de notre fit ne correspondent pas aux coefficients de la norme qui donne :

$$\frac{a}{W} = 0.998193 - 3.88087u + 0.187106u^2 + 20.3714u^3 - 45.2125u^4 + 44.5270u^5. \tag{4.6}$$

Ce résultat s'explique sans doute par des méthodes d'ajustement différentes (dans cette étude l'ajustement a été réalisé grâce à la fonction `fit` de `gnuplot`) et un nombre différent de points pour ajuster la fonction. Les différences entre les deux ajustements restent toutefois très faibles. La fonction $P_a(u)$ doit également être ajustée pour le déplacement mesuré par l'extensomètre. On réalise, ici encore, un ajustement par un polynôme de degré 5 qui conduit à la formule suivante :

$$\frac{a}{W} = 1.00059 - 4.60539u + 1.6076u^2 - 5.12411u^3 + 153.94u^4 - 440.952u^5. \tag{4.7}$$

Cette équation est comparée avec la norme ASTM à la figure 4.7. Bien sûr ces résultats ne peuvent concorder avec la norme. On constate toutefois une plus forte variation de a/W pour une même variation de u. La mesure de a/W sera donc légèrement moins précise en employant l'extensomètre.

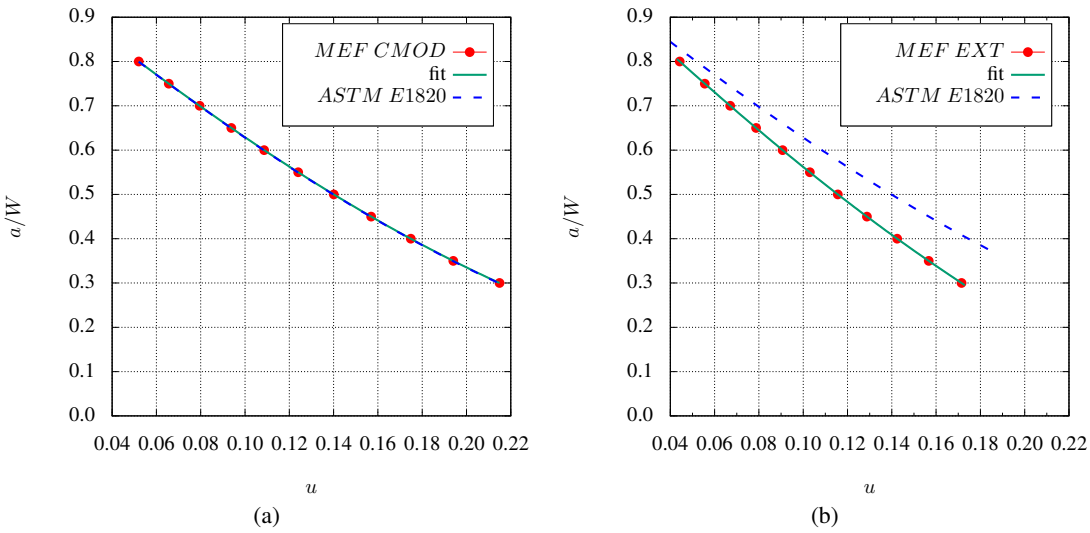


FIGURE 4.7 – Comparaison entre l'évolution de a/W en fonction de u déformations planes (DP) ; (a) comparaison entre des mesures via le CMOD en FEM et la norme ASTM ; (b) comparaison entre les mesures via l'extensomètre et la norme ASTM

La validité de la fonction $P_a(u)$ a également été vérifiée dans le cas des calculs 3D pour $B = 3$ mm et $B = 5$ mm. Dans les deux cas les entailles latérales représentent 20% de l'épaisseur ($B_n = 0.8B$). On constate également un très bon accord comme montré sur la figure 4.8.

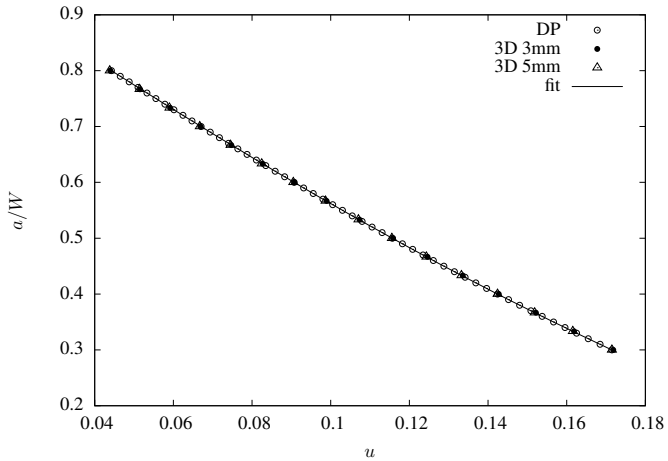


FIGURE 4.8 – Comparaison de la fonction $P_a(u)$ (équation 4.7) ajustée sur le calcul en déformations planes (DP) et les calculs 3D.

Fonction $f_K(a/W)$: Les résultats de l'évaluation de la fonction f_K en déformations planes sont comparés à la formule de la norme (équation 1.27). On constate un accord parfait. Les valeurs de f_K en 3D sont légèrement inférieures. On peut ajuster une fonction dans ce cas en reprenant la forme de l'équation 1.27. On obtient alors :

$$f_K^{\text{3D FE}}\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{2+\frac{a}{W}}{\left(1-\frac{a}{W}\right)^{3/2}}\left[1.286+0.467\frac{a}{W}-0.300\left(\frac{a}{W}\right)^2-1.060\left(\frac{a}{W}\right)^3+0.955\left(\frac{a}{W}\right)^4\right] \tag{4.8}$$

On constate que les coefficients sont très différents de ceux de l'équation 1.27 alors que les courbes sont très proches. La différence entre cette fonction et celle de la norme est inférieure à 5%. La fonction f_K a été également ajustée en employant les calculs en déformations planes. On obtient alors :

$$f_K^{\text{2D FE}}\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{2+\frac{a}{W}}{\left(1-\frac{a}{W}\right)^{3/2}}\left[0.947+3.602\frac{a}{W}-8.963\left(\frac{a}{W}\right)^2+9.141\left(\frac{a}{W}\right)^3-3.455\left(\frac{a}{W}\right)^4\right] \tag{4.9}$$

Même dans ce cas, les coefficients sont encore très différents de ceux de l'équation 1.27 alors que la différence entre les deux formules est inférieure à 1%. Les ajustements proposés par la norme ne sont donc pas uniques.

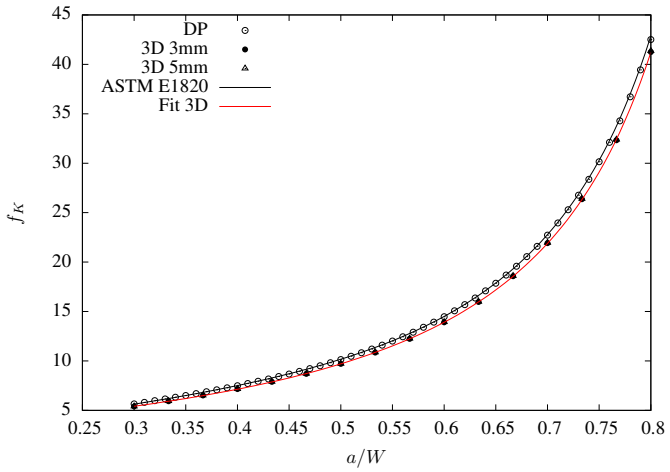


FIGURE 4.9 – Comparaison de la fonction $f_K(a/W)$ de la norme ASTM E1820 avec les résultats des calculs FE en déformations planes en en 3D pour $B = 3$ mm et $B = 5$ mm. La courbe en rouge représente l'ajustement de f_K pour le cas 3D.

Fonction $\eta_{pl}(a/W)$: Pour les valeurs de η_{pl} correspondant au CMOD, la courbe 4.10 (a) présente une comparaison du facteur η_{pl} calculé par éléments finis et la formule de la norme. On constate un bon accord dans la fenêtre de validité de la norme (zone en blanc). La figure 4.10 (b) présente les valeurs de η_{pl} en fonction de a/W pour un déplacement pris au niveau du l'extensomètre déporté. Les zone grisées des graphes sont les valeurs de a/W qui ne sont pas prises en compte par la norme.

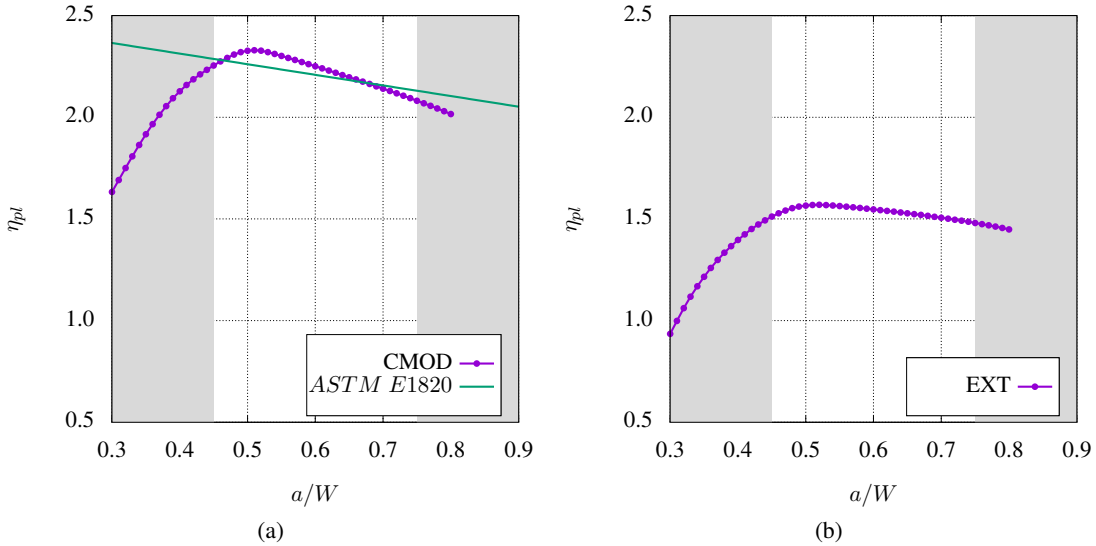


FIGURE 4.10 – Détermination de de $\eta_{pl} = f(a/W)$; (a) comparaison entre la norme ASTM et les mesures faites au niveau de CMOD ; (b) $\eta_{pl} = f(a/W)$ déterminé au niveau de l'extensomètre déporté

La courbe 4.11 montre une comparaison entre le calcul 2D (DP) et le calcul 3D. On constate que les résultats des calculs DP sont légèrement au dessus des résultats pour les calculs 3D.

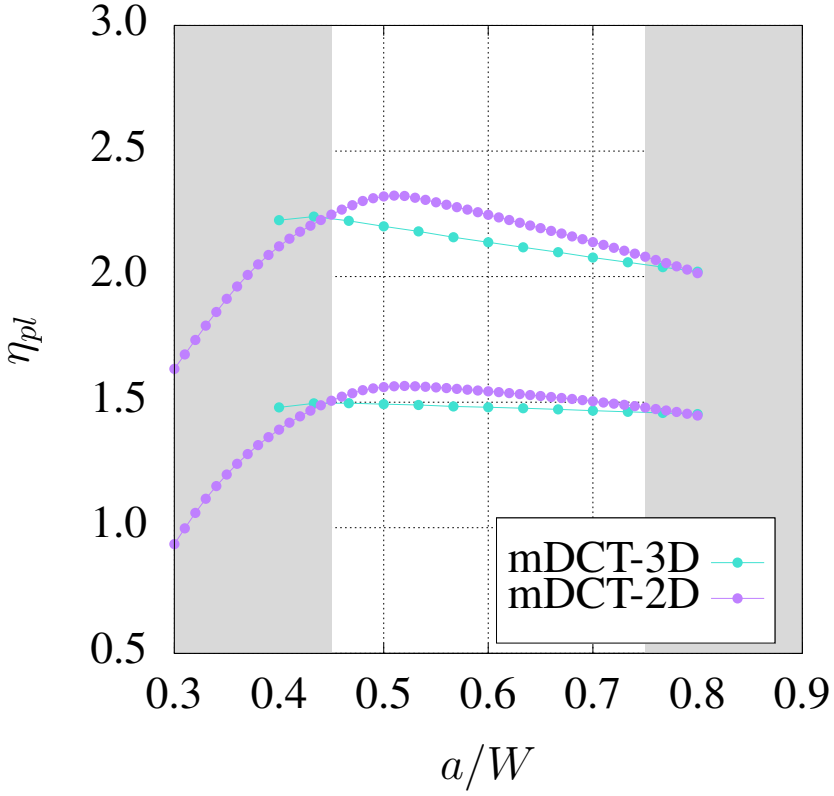


FIGURE 4.11 – Comparaison entre la mesure η_{pl} via le CMOD et via l'extensomètre (EXT) pour une mDCT en 2D et en 3D

Le fit des courbes issues du calcul 3D (sur l'intervalle [0.4,0.8]) donne les fonctions de η_{pl} en fonction de a/W pour les mesures au niveau de CMOD et ExOD suivantes :

$$\eta_{pl}^{CMOD} = -0.547 \times \frac{a}{W} + 2.7808 \tag{4.10}$$

$$\eta_{pl}^{ExOD} = -0.0416 \times \frac{a}{W} + 1.721 \tag{4.11}$$

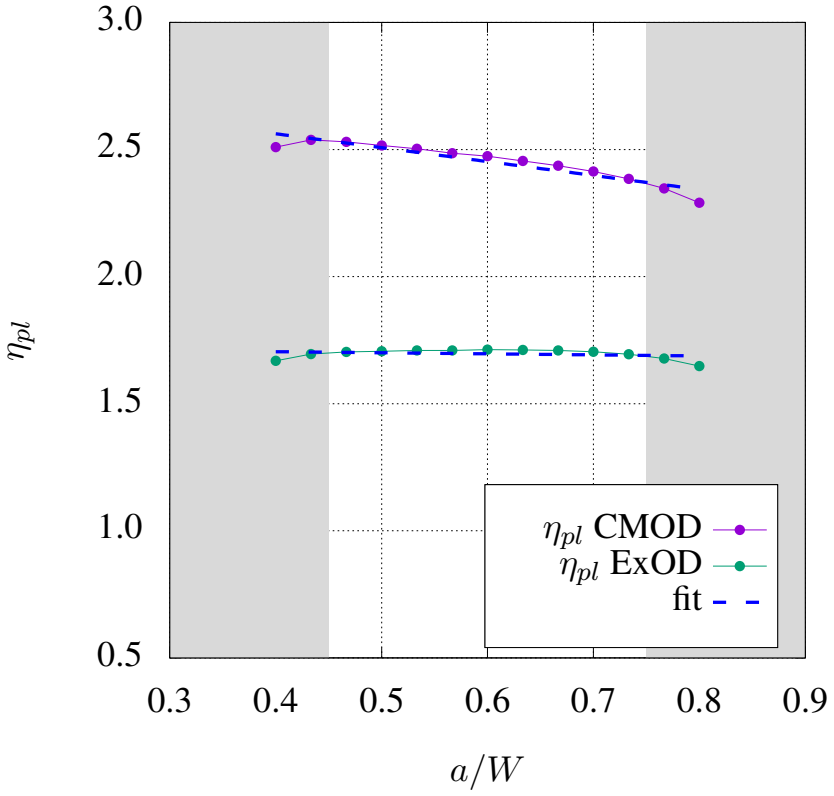


FIGURE 4.12 – Fit de η_{pl} pour les mesures via le CMOD et via l'extensomètre (ExOD) pour une mDCT en 3D

Une autre comparaison avec la norme ASTM E1820 pour les valeurs de η_{pl} déterminées au niveau du CMOD (figure 4.13) montre que la norme se situe entre le calcul 2D (DP) et le calcul 3D dans la plage des valeurs de a/W préconisée. Ces conclusions sont identiques à celles faites par C. Le Guyader dans sa thèse [67] sur des CT10 (figure 4.14).

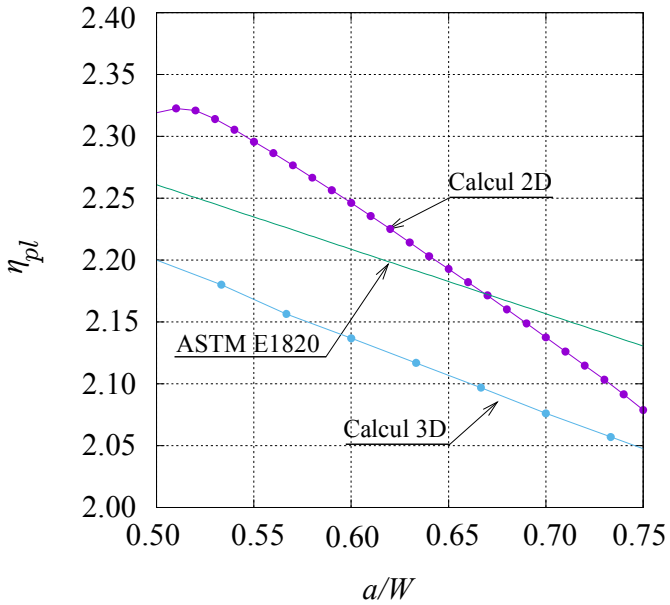
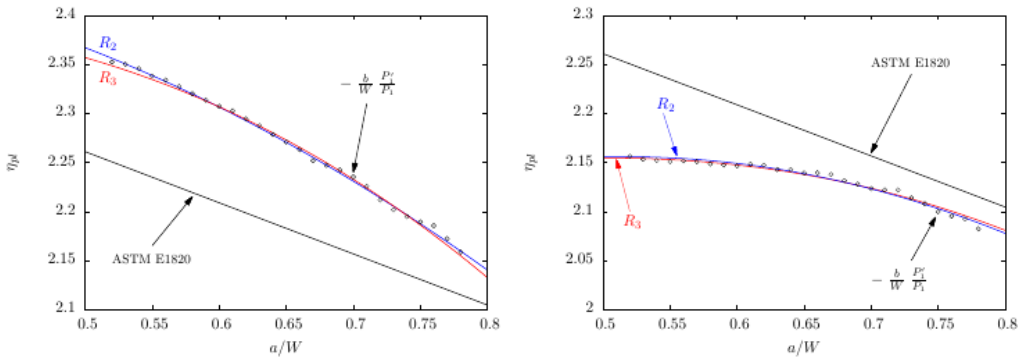


FIGURE 4.13 – Comparaison entre les valeurs de η_{pl} (CMOD) pour le calcul 2D/DP, le calcul 3D et la norme ASTM E1820



(a) Calcul 2D (DP) (b) Calcul 3D

FIGURE 4.14 – Comparaison entre les valeurs de η_{pl} (CMOD) en DP et en 3D [67]

Une comparaison entre des mDCT d'épaisseur 3 mm et des mDCT d'épaisseur 5 mm en 3D est faite à la figure 4.15. Les deux résultats sont très proches.

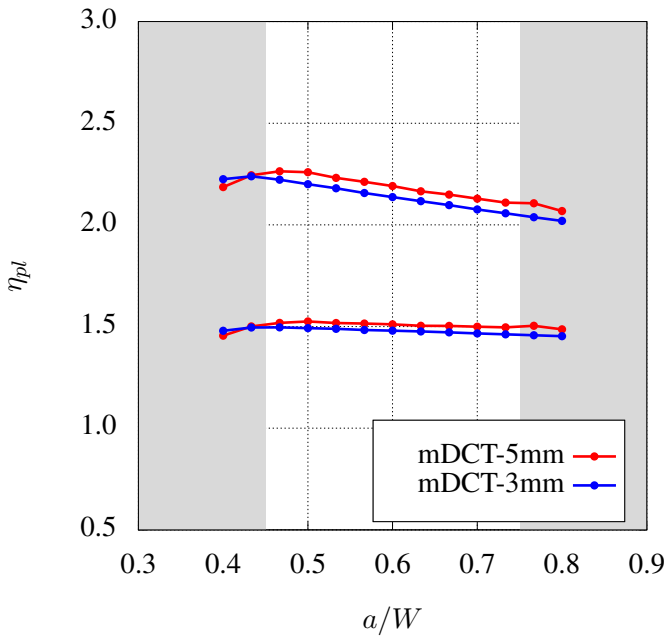


FIGURE 4.15 – Comparaison entre les valeurs η_{pl} pour le CMOD et l'extensomètre déporté pour les mini–DCT 3 mm et les mini–DCT 5 mm

Correction de rotation :

Pour la correction de rotation portant sur l'ouverture mesurée, on reprend la démarche de Cravero et Ruggieri pour les éprouvettes SENT [40] (voir 1.3.7).

Pour ce qui est du facteur de correction sur la charge, on exprime l'égalité des moments par rapport au point de rotation :

$$P_c R_c = P_m \cos(\theta + \phi') \sqrt{R_c^2 + H^2}$$

où ϕ' est l'angle entre l'horizontale et la ligne reliant le point de charge initial (P) et le centre de rotation Ω. On a bien sûr :

$$\tan(\phi') = H/R_c.$$

On a donc :

$$\begin{aligned}\frac{P_c}{P_m} = \chi_p &= \left[\cos(\theta)\cos(\phi') - \sin(\theta)\cos(\phi')\right]\frac{\sqrt{R_c^2+H^2}}{R_c} \\ &= \left[\cos(\theta)\cos(\phi') - \sin(\theta)\sin(\phi')\right]\frac{1}{\cos(\phi')} \\ &= \cos(\theta) - \sin(\theta)\tan(\phi')\end{aligned}$$

On retrouve alors la formule de la norme ASTM E1820.

On a finalement :

$$C_c = \frac{v_c}{P_c} = \frac{v_m}{\chi_v}\frac{1}{\chi_p P_m} = \frac{\chi_v}{\chi_p}C_m \tag{4.12}$$

4.3 Calcul de $P_a(u)$, $f_K(a/W)$ et du facteur η_{pl} pour les mSENT

Cette partie consiste à déterminer η_{pl} pour les mSENT en suivant les mêmes démarches que pour les mDCT. On commence par créer les maillages adéquats en prenant en compte les dimensions réelles de l'éprouvette. on ne simule que le quart de l'éprouvette du fait du symétrie.

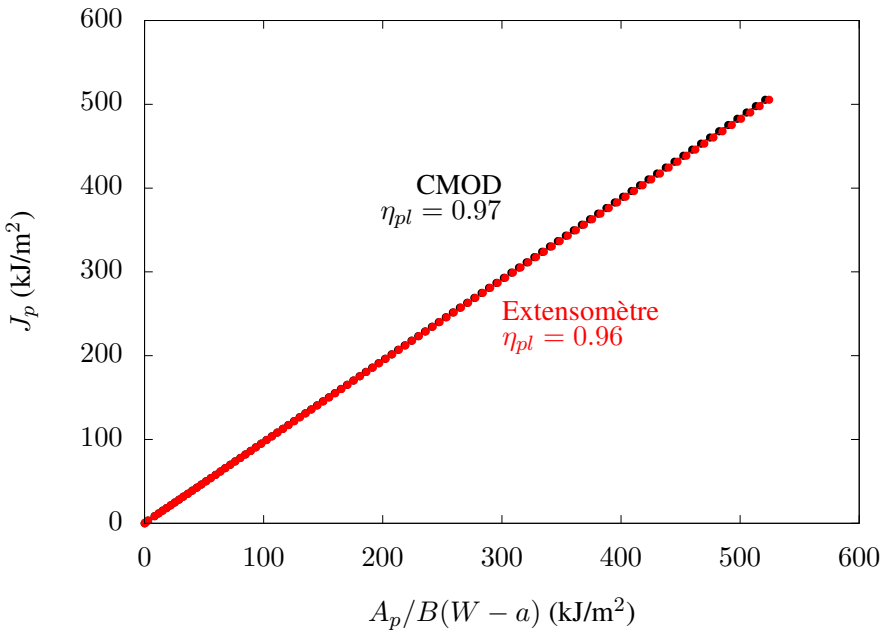


FIGURE 4.16 – calcul des paramètres η_{pl} pour une mini–SENT avec a/W = 0.5

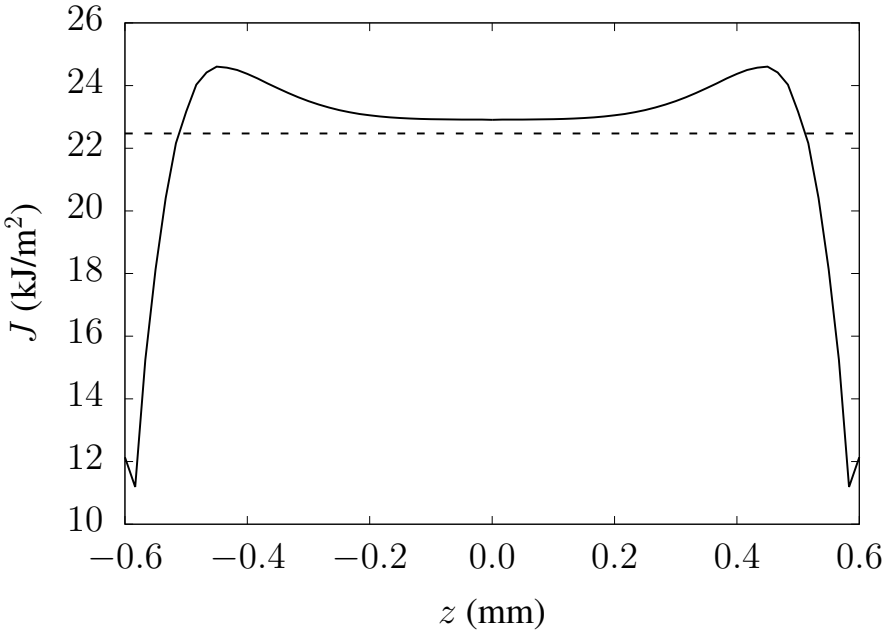


FIGURE 4.17 – Profil de J le long du front de fissure pour une éprouvette mini–SENT, a/W=0.65. La courbe en pointillé représente la valeur moyenne.

La figure 4.18 et la figure 4.19 montrent les maillages des mSENT en 2D et 3D respectivement. Pour ces maillages aussi on utilise des éléments quadratiques réduites `c3d20r`. Les maillages 2D sont en réalité 3D avec seulement deux éléments dans l'épaisseur. Le déplacement selon z est bloqué ce qui ramène à une configuration de déformation plane.

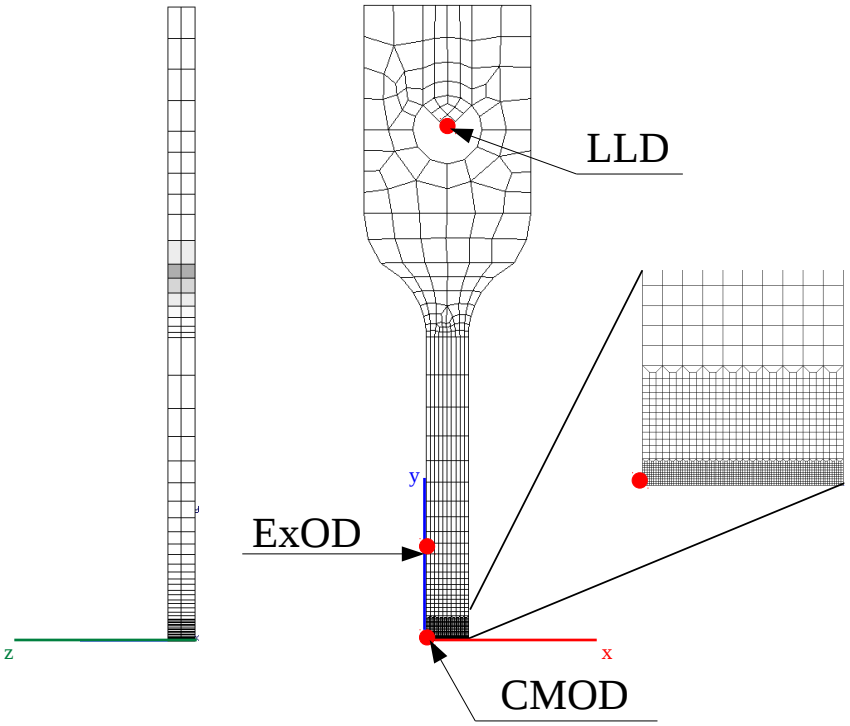


FIGURE 4.18 – Maillage des mSENT 2D (DP)

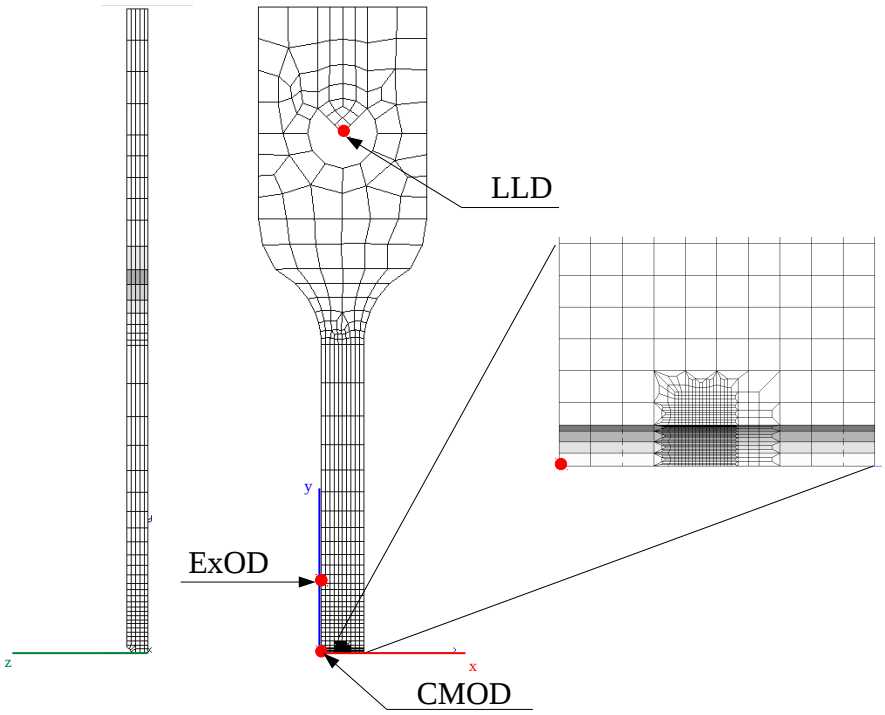


FIGURE 4.19 – Maillage des mSENT 3D

Pour ces calculs les valeurs de a/W qui permettent de générer le maillage varie de 0.1 jusqu'à 0.8 avec un pas de 0.01. Tout comme pour les mDCT, on applique le chargement sur le nœud appelé LLD et on récupère deux réponses : une au niveau du CMOD (position réelle préconisé par la norme) et une autre au niveau de l'extensomètre déporté ExOD.

Fonction $P_a(u)$: Une première comparaison est faite par rapport à a/w qui est une fonction de u. La figure 4.22 (a) montre une comparaison entre les mesures au niveau du CMOD et les résultats de Cravero *et al.*. Le résultat du fit donne :

$$\frac{a}{W} = 1.0003 - 2.7685u + 4.6057u^2 - 9.6300u^3 + 11.6027u^4 - 4.4163u^5 \tag{4.13}$$

Malgré qu'on retrouve parfaitement la courbe tracée avec les donnée de Cravero *et al.*, on ne retrouve pas les mêmes coefficients qui sont donnée par l'équation 4.14.

$$\frac{a}{W} = 1.0056 - 2.8744u + 5.4420u^2 - 12.510u^3 + 16.102u^4 - 7.0642u^5 \tag{4.14}$$

Tout comme dans le cas des mDCT, cette différence s'explique par des méthodes d'ajustement différentes. Cette équation est comparée avec le fit des résultats issus des mesures au niveau de ExOD. La comparaison diverge à partir de a/W de 0.55 environ (voir figure 4.22 (b)). Le fit de ces mesures donne les coefficients suivants :

$$\frac{a}{W} = 1.1963 - 9.2934u + 85.8465u^2 - 488.703u^3 + 1343.14u^4 - 1439.79u^5 \tag{4.15}$$

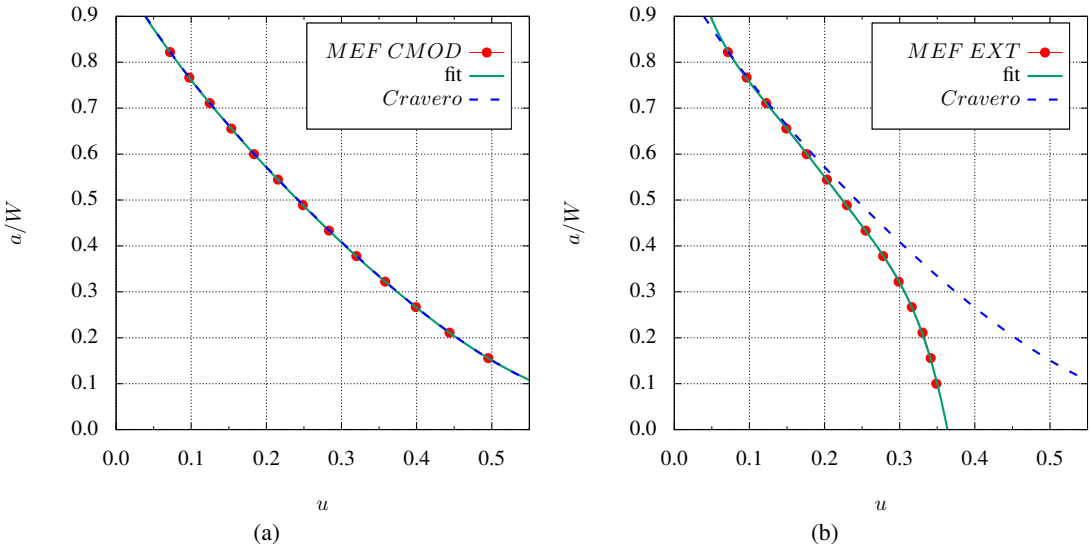


FIGURE 4.20 – Comparaison entre l'évolution de a/W en fonction de u en 2D (DP) ; (a) comparaison entre des mesures via le CMOD en FEM et Cravero ; (b) comparaison entre les mesures via l'extensomètre et Cravero

Fonction $f_K(a/W)$: Les résultats de l'évaluation de la fonction f_k en 2D et en 3D sont donnés par les équations suivantes respectivement 4.16 et 4.17 :

$$f_k^{2D\ FE}(a/W) = -2.983 + 64.128\left(\frac{a}{W}\right) - 396.912\left(\frac{a}{W}\right)^2 + 1187.07\left(\frac{a}{W}\right)^3 - 1624.47\left(\frac{a}{W}\right)^4 + 861.258\left(\frac{a}{W}\right)^5 \tag{4.16}$$

$$f_k(a/W)^{3D\ EF} = -3.037 + 64.555\left(\frac{a}{W}\right) - 400.304\left(\frac{a}{W}\right)^2 + 1196.98\left(\frac{a}{W}\right)^3 - 1638.52\left(\frac{a}{W}\right)^4 + 868.547\left(\frac{a}{W}\right)^5 \tag{4.17}$$

On constate que ces coefficients sont différents de ceux donnés par Cravero *et al.* [40] présentés par l'équation suivante :

$$f_k^{Cravero} = -0.0720 + 11.6294\left(\frac{a}{W}\right) - 61.6928\left(\frac{a}{W}\right)^2 + 223.4007\left(\frac{a}{W}\right)^3 - 355.5166\left(\frac{a}{W}\right)^4 + 239.3969\left(\frac{a}{W}\right)^5 \tag{4.18}$$

Ces coefficients différent même si les courbes se superposent, c'est sans doute dû à la différences des méthodes de fit.

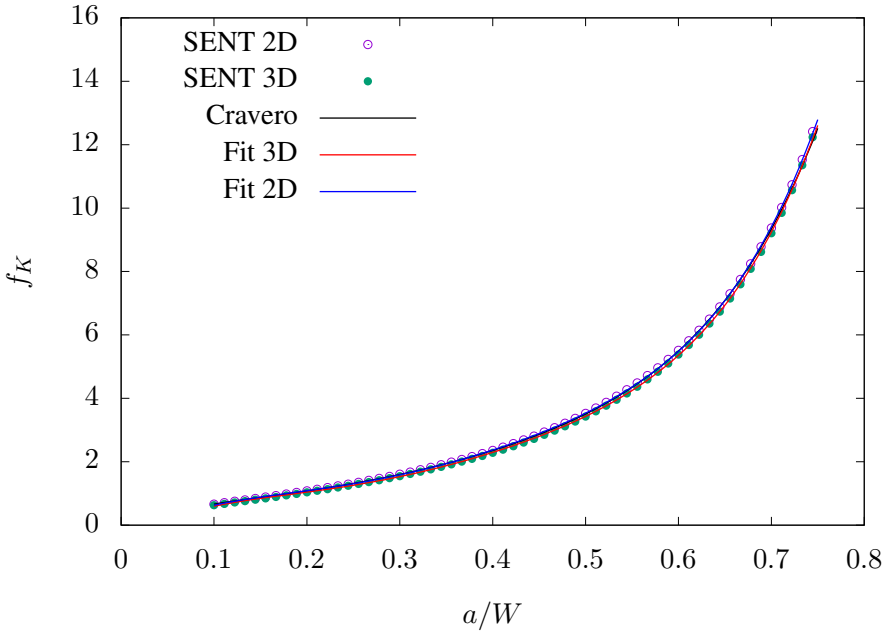


FIGURE 4.21 – Comparaison de la fonction $f_K(a/W)$ de Cravero *et al.* avec les résultats des calculs FE en déformations planes en 3D. La courbe en rouge représente l'ajustement de f_K pour le cas 3D.

Fonction $\eta_{pl}(a/W)$: Les simulations montrent que le facteur η_{pl} présente une légère dépendance linéaire à a/W pour les mesures au niveau de CMOD et celles au niveau de l'extensomètre (ExOD dans la figure 4.19). D'après la figure 4.22, on constate aussi que la fonction $\eta_{pl}(a/W)$ pour le CMOD et celle pour l'extensomètre sont superposées à partir de a/W=0.5. Ainsi, l'allure de la courbe correspondante aux mesures aux niveau de l'extensomètre correspond à celle trouvée par Cravero *et al.* en prenant les mesures au niveau du LLD (figure 4.19). Toutefois, ces mesures au niveau du LLD et au CMOD ne collent jamais quelque soit le a/W. Cette observation montre que pour un certain intervalle des valeurs de a/W, les mesures au niveau de l'extensomètre déporté sont valides contrairement aux mesures prises au niveau du LLD. On remarque à partir de la figure 4.23 que les résultats des calculs 3D donnent des résultats proches que celle de Cravero *et. al*. Ce résultat est cohérent avec celui de Cravero et on peut affirmer que les calculs 2D sont suffisants pour déterminer η_{pl}.

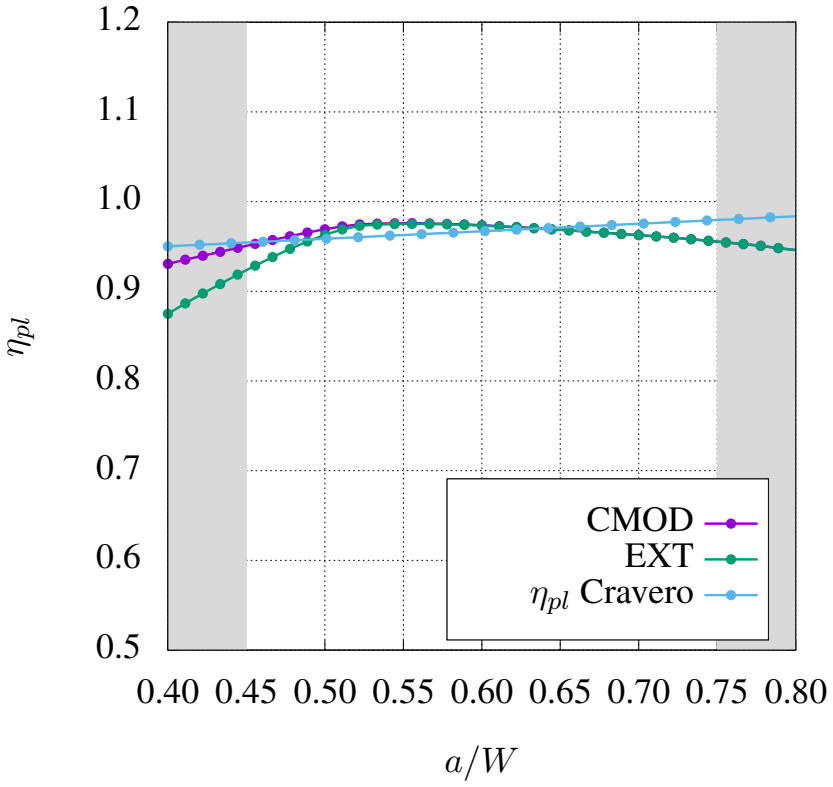


FIGURE 4.22 – Comparaison entre la mesure η_{pl} via le CMOD, l'extensomètre et η_{pl} Cravero *et. al* [40]

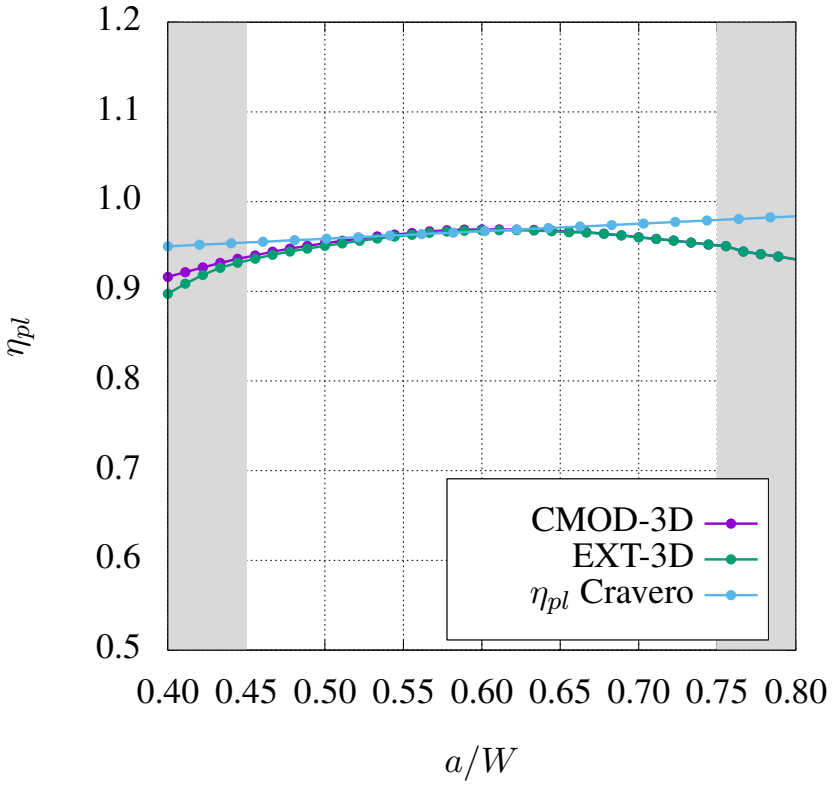


FIGURE 4.23 – Comparaison entre la mesure η_{pl} via le CMOD, l'extensomètre et η_{pl} Cravero *et. al* [40]

On détermine, à partir de ces courbes, la relation qui lie η_{pl} à a/W pour les mesures au niveau du CMOD notée η_{pl}^{CMOD} et le ExOD noté η_{pl}^{ExOD}.

$$\eta_{pl}^{CMOD} = -0.0897 \times \frac{a}{W} + 1.0243 \tag{4.19}$$

$$\eta_{pl}^{ExOD} = -0.0798 \times \frac{a}{W} + 1.017 \tag{4.20}$$

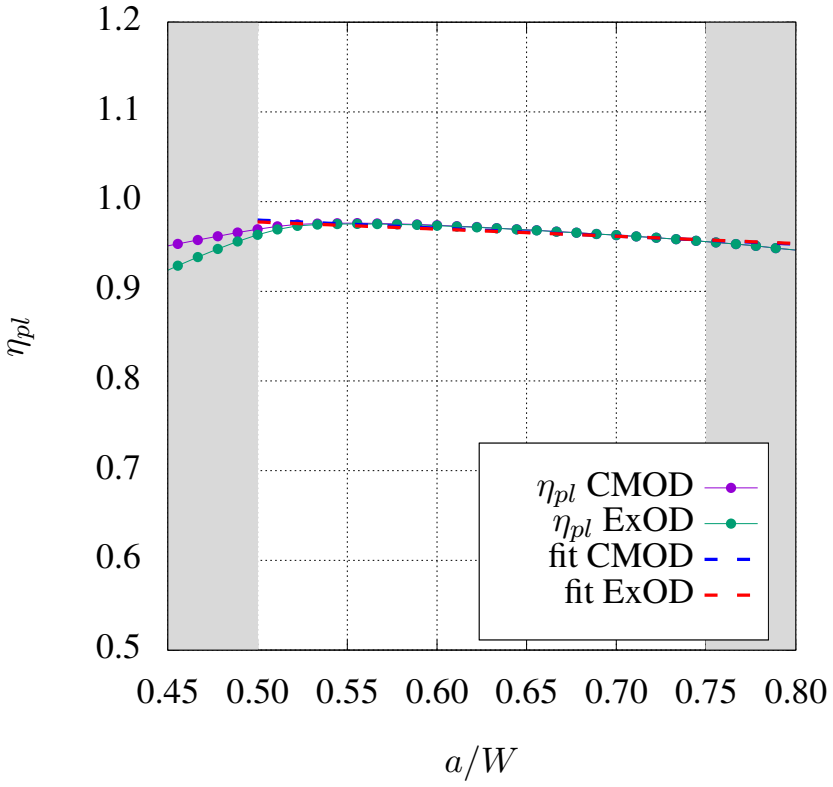


FIGURE 4.24 – Fit de η_{pl} pour les mesures via le CMOD et via l'extensomètre (ExOD) pour une mDCT en 3D

4.4 Conclusion

L'objectif de ce chapitre est d'établir une relation entre η_{pl} et a/W avec les géométries des éprouvettes adoptées pour l'étude de la ténacité sur des mini–éprouvettes. On constate que pour les mDCT, les mesures au niveau du CMOD sont complètement différentes que celles prises au niveau de l'extensomètre déporté. La nouvelle formule de η_{pl} issue du fit de la courbe 4.10 a été implémenté dans un ensemble de codes de dépouillement appelé DATMECHA. Les résultats sur les mSENT sont proches de celle de Cravero, surtout dans la gamme de a/W qui nous intéressent, les mesures CMOD et les mesures extensomètre sont confondus. Par conséquent, on implémente les relations décrites par Cravero *et al.*[40].

Chapitre 5

Caractérisation mécanique de l'acier X52 : essais sur mini-éprouvettes

Ce chapitre est dédié à la caractérisation des propriétés mécaniques sur mini-éprouvettes et sur éprouvettes à échelle intermédiaire. Les mini-éprouvettes de traction simple et entaillée ont été prélevées selon le sens T, le sens L et pour les tractions lisses selon S également. Les éprouvettes intermédiaires de traction simple et entaillée ont été prélevées selon le sens L, T et D (45° par rapport au sens de laminage dans le plan (LT). Les mini-éprouvettes fissurées de type mini-DCT sont prélevées dans le plan (LT). Les mini-éprouvettes SENT, plus difficile à mettre en oeuvre, sont étudiées dans le chapitre qui suit dédié à la tomographie. Nous présentons enfin les essais sur les mini-éprouvettes de résilience prélevées dans le plan (LT).

5.1 Essais sur des mini-éprouvettes de traction

L'objectif de cette campagne est tout d'abord de reproduire à une plus petite échelle les essais mécaniques réalisés sur les éprouvettes standardes. Les dimensions ont été réduites par un facteur de 5 (voir plans en Annexe E). La figure 5.1 présente la définition des dimensions Φ_0 et r_0 mesurées ainsi que la longueur utile L_0 utilisée pour l'évaluation de la vitesse de déformation. Dans le cas des éprouvettes de type NT, l'objectif est de respecter le facteur ξ qui est défini par la formule suivante :

$$\xi = 10 \times \frac{r_0}{\Phi_0} \tag{5.1}$$

Ce facteur vaut 10 pour une NT10, 4 pour une NT4 et 2 pour une NT2. Il règle en particulier le niveau de triaxialité des contraintes au sein des éprouvettes. L'usinage des éprouvettes devra être le plus précis possible afin de garder le rapport ξ constant afin d'éviter d'induire un effet de géométrie et de pouvoir étudier uniquement les éventuels effets de taille.

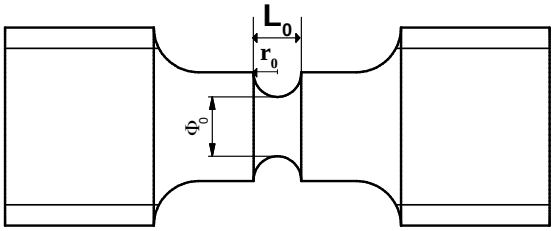
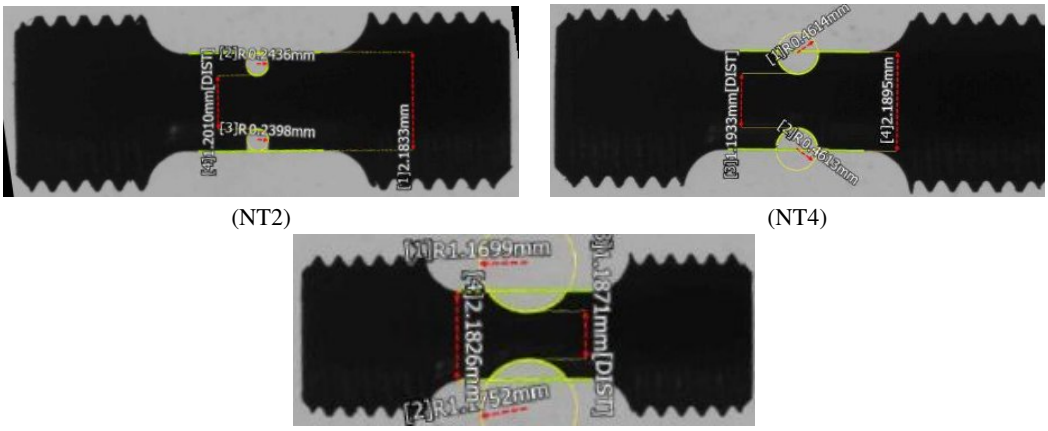


FIGURE 5.1 – Métrologie des mini-éprouvettes mNT : définition des dimensions Φ_0 et r_0 mesurées ainsi que la longueur utile L_0 utilisée pour l'évaluation de la vitesse de déformation.

5.1.1 Métrologie des éprouvettes

Les éprouvettes utilisées dans cette partie de l'étude sont présentées dans l'annexe E. Les dimensions requises pour ces éprouvettes posent certains problèmes d'usinage. En effet, la précision sur le diamètre de la zone utile n'est pas bonne du fait que le rayon de l'entaille est du même ordre de grandeur que le bec de l'outil de coupe ce qui fait que la précision de côte n'est pas bonne parce qu'elle dépend du moment de l'engagement de l'outil avec le matériau. En outre, la longueur des éprouvettes est 11 mm ce qui rend le montage de l'éprouvette dans le mandrin assez compliqué. Les éprouvettes ont subi un contrôle métrologique avant d'être testées afin de prendre en compte les dimensions exactes pendant la phase post-traitement des essais (figure 5.2). Les directions du tube sont repérées lors de l'extraction des éprouvettes. Un marquage au laser a été fait pour repérer le sens S.

Le tableau 5.1 récapitule les dimensions des éprouvettes testées. Φ_0 et L_0 sont les cotes comme le montre la figure suivante 5.1. Ces dimensions restent toujours dans l'intervalle de tolérance demandé ($\sim 10\,\mu$m).



(NT2) (NT4)

(NT10)

FIGURE 5.2 – Métrologie des mini-éprouvettes NT

TABLE 5.1 – Métrologie des éprouvettes mNT

Identifiant	ϕ_0 (mm)	r_0 (mm)	Écart au plan ϕ_0 (mm)	Écart au plan r_0 (mm)	ξ réel
mNT2_T_E080	1.274	0.2422	0.074	0.002	1.90
mNT2_T_E081	1.2106	0.2273	0.011	-0.013	1.88
mNT2_T_E082	1.2037	0.2397	0.004	0.000	1.99
mNT2_L_E083	1.2466	0.2327	0.047	-0.007	1.87
mNT2_L_E084	1.2376	0.2326	0.038	-0.007	1.88
mNT2_L_E085	1.2479	0.2453	0.048	0.005	1.97
Écart-type			0.026	0.007	0.052
mNT4_T_E089	1.1939	0.4476	-0.006	-0.032	3.75
mNT4_T_E090	1.1916	0.4512	-0.008	-0.029	3.79
mNT4_T_E091	1.194	0.456	-0.006	-0.024	3.82
mNT4_T_E086	1.235	0.4559	0.035	-0.024	3.69
mNT4_T_E087	1.2455	0.4578	0.046	-0.022	3.68
mNT4_T_E088	1.2465	0.4578	0.047	-0.022	3.67
Écart-type			0.027	0.004	0.062
mNT10_T_E096	1.1989	1.1737	-0.001	-0.026	9.79
mNT10_T_E097	1.1863	1.1596	-0.014	-0.040	9.77
mNT10_L_E093	1.2131	1.202	0.013	0.002	9.91
Écart-type			0.017	0.017	0.115

TABLE 5.2 – Métrologie des éprouvettes mST

Identifiant	ϕ_0 (mm)	L_0
ST-S-E099	1.2269	1.9752
ST-S-E100	1.3048	1.8761
ST-S-E102	1.2311	1.9917
ST-S-E103	1.2141	2.0173
Écart type	0.022	0.036

5.1.2 Protocole expérimental

Afin de pouvoir tester les éprouvettes de taille réduite, le Centre des Matériaux de l'École des Mines a développé une machine d'essai dédiée (Elle est désignée sous le nom de «Bulky»).

Cette machine est schématisée sur la figure 5.3. Les éprouvettes qui peuvent être testées sur cette machine ont une section utile de quelques millimètres. La machine est conçue pour aller jusqu'à 4.4 kN maximum en terme de chargement et 15 mm maximum en terme de déplacement.

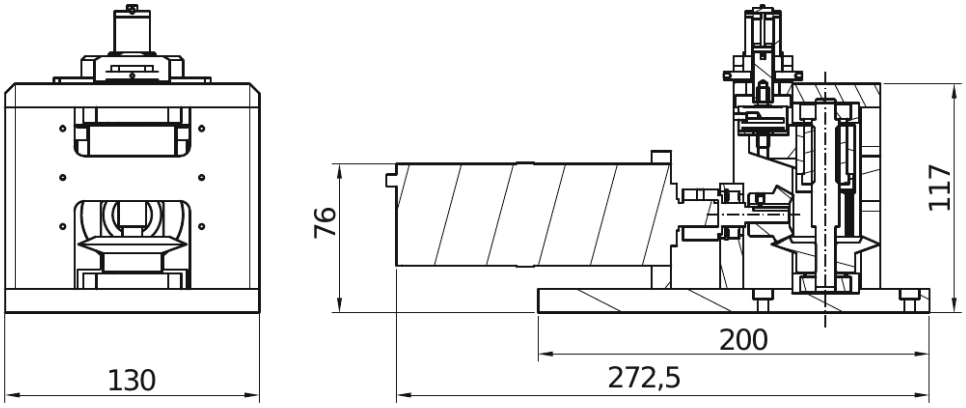


FIGURE 5.3 – vue de face et vu de droite de la machine Buky [68]

Les concepteurs de cette machine ont choisi un moteur pas à pas qui offre plus de précision. En plus de ce moteur, les concepteurs ont aussi utilisé une roue dentée qui permet de réduire la taille du pas minimal. Pelerin *et al.*[68] présentent une description détaillée de la machine Bulky. Il est important de noter que cette machine est à la fois adaptée aux tests *in-situ* en tomographie et *ex-situ* en laboratoire. Ses dimensions et sa compacité la rendent adaptée aux essais au synchrotron. Une partie des éprouvettes de traction simple et entaillée est testée en laboratoire tandis que l'autre partie est testée au synchrotron. Le montage est présenté dans la figure 5.4. En effet, les éprouvettes sont filetées sur un mors axisymétrique en forme de cône sur le bas. En haut, les éprouvettes sont filetées dans un capuchon qui appui sur une bâti creuse et cylindrique permettant le transfert des efforts. Les ouvertures permettent de mettre des caméras qui permettront le suivi des contours pour l'étude de l'anisotropie.

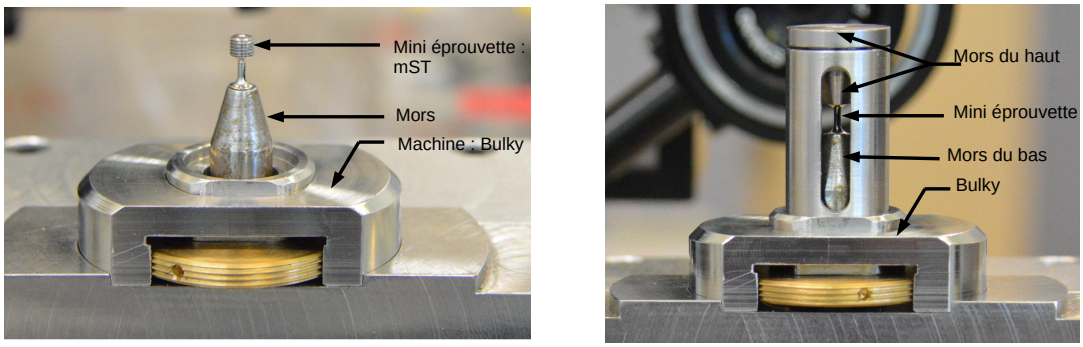


FIGURE 5.4 – Montage d'une mini éprouvette de traction sur la machine Bulky

Les essais on été suivis par une caméra afin de pouvoir appliquer la méthode de détection de contours. L'essai est piloté en déplacement avec un script python qui lance simultanément la machine et l'acquisition des images. Le montage ne permet qu'une seule caméra. Par conséquent, on n'a suivi que la striction selon le sens S. En effet, en se basant sur les résultats macroscopiques on peut supposer que le sens S se déformera plus que les sens L et T (voir

chapitre 3). La taille de cette machine ainsi que les dimensions des éprouvettes ont permit de faire quelques essais *in – situ* en tomographie au synchrotron Soleil. Ces essais qui seront présentés dans le chapitre 6 permettront de caractériser l'anisotropie selon les différents sens (L, T et S).

5.1.3 Résultats

Les résultats des essais sont récapitulés dans les graphes suivants. On présente une comparaison entre le sens L et le sens T ainsi qu'une comparaison entre les macro- et les mini-éprouvettes. Les résultats pour les éprouvettes NT2 sont donnés à la figure 5.5 et aux figures 5.6 et 5.7 pour éprouvettes NT4 et NT10 respectivement. Comme précisé plus haut, la mesure de déformation des diamètres est dans tous les cas réalisée selon le sens S. La comparaison entre les mini-NT prélevées selon le sens L et celles prélevées selon le sens T montre que les éprouvettes usinées selon le sens L sont plus ductiles que celles usinées selon le sens T. Ce résultat est conforme à ce qu'on a pu observer dans le cas des éprouvettes standards.

Pour un sens de prélèvement et un sens d'observation donnés, une comparaison entre les mini- et les macro-éprouvettes est faite. On constate que les mini-NT sont systématiquement plus ductiles que les macro-NT. On peut voir aussi qu'elles résistent souvent à des contraintes plus élevées. Le niveau des contraintes est directement contrôlé par le paramètre ξ (équation 5.1). Ce paramètre n'est pas toujours respecté dans le cas des mini–éprouvettes NT comme montré dans la partie précédente. Le niveau de triaxialité réel induit par le paramètre ξ mesuré est plus élevé. Les efforts sur les mini-NT étant en général plus élevés que sur les macro-NT, l'augmentation systématique de la ductilité ne peut toutefois pas être attribuée à une triaxialité plus faible dans les mini-NT.

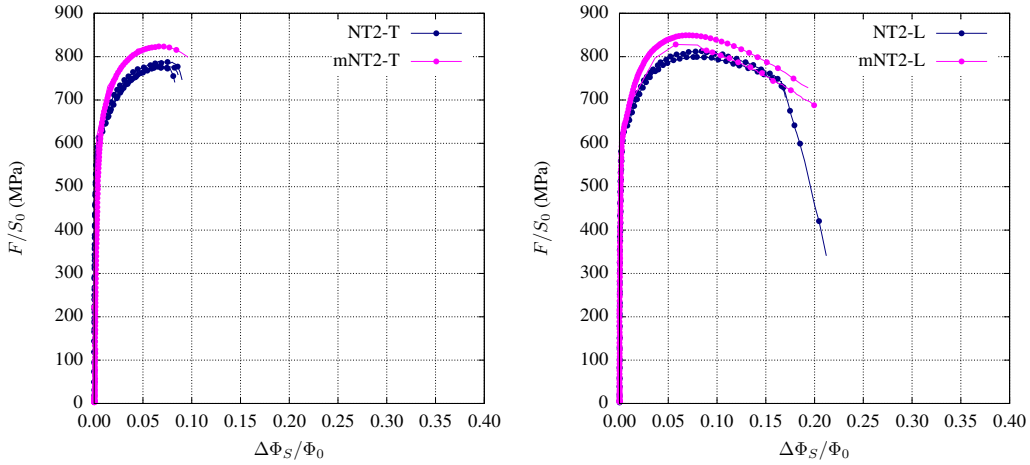


FIGURE 5.5 – Comparaison entre mini et macro éprouvettes NT2 prélevées selon L et T.

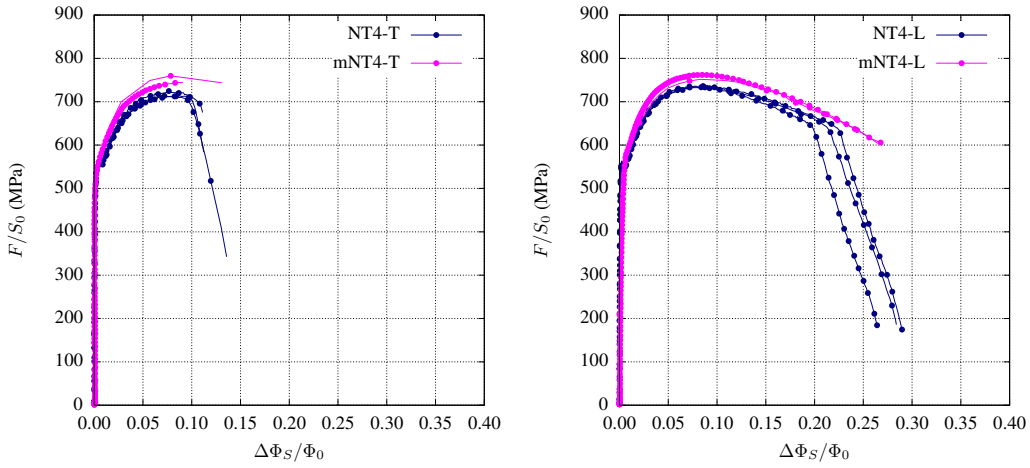


FIGURE 5.6 – Comparaison entre mini et macro éprouvettes NT4 prélevées selon L et T.

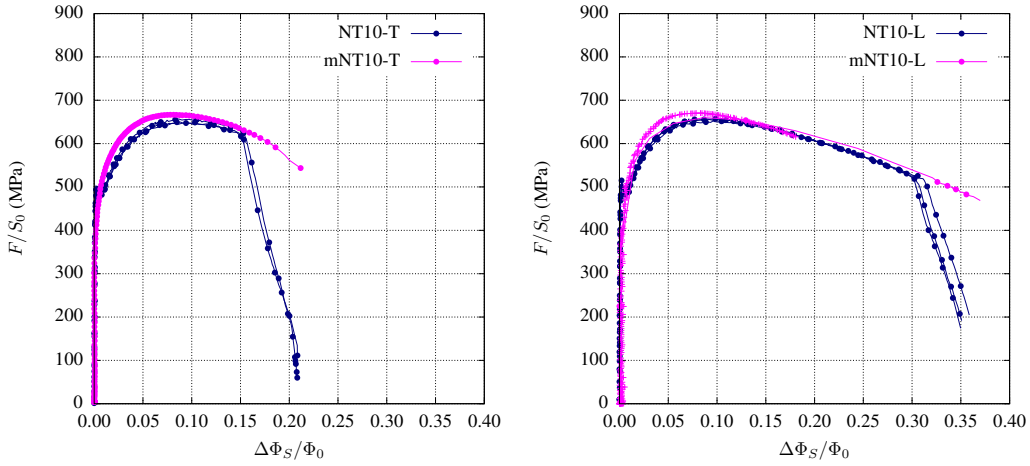


FIGURE 5.7 – Comparaison entre mini et macro éprouvettes NT10 prélevées selon L et T.

Un essai a été également réalisé en traction simple selon le sens S. Ici l'emploi de mini-éprouvettes s'impose du fait de l'épaisseur du tube. Une comparaison avec des essais de traction macroscopiques selon T et L est donnée sur la figure 5.8. On constate une rupture très rapide selon le sens S. Ce résultat est particulièrement intéressant parce que le sens S n'a pas été caractérisé dans la littérature. Le tableau suivant présente les grandeurs mécaniques du X52 issues des essais sur mST prélevées selon la direction S. La taille de ces éprouvettes ne nous permet pas d'équiper l'essai avec un extensomètre mécanique. Par conséquent, on ne peut pas avoir accès au module de Young. On utilise le déplacement plastique de la traverse pour déterminer le Rp02.

Éprouvettes	Rp02 (MPa)	Rm (MPa)	A (%)
X52_mST_S_E099	377.52	524.87	30.69
X52_mST_S_E100	337.05	518.58	27.63
X52_mST_S_E102	387.39	506.59	25.86
X52_mST_S_E103	426.05	530.21	34.19
Moyenne	382.00	520.06	29.59

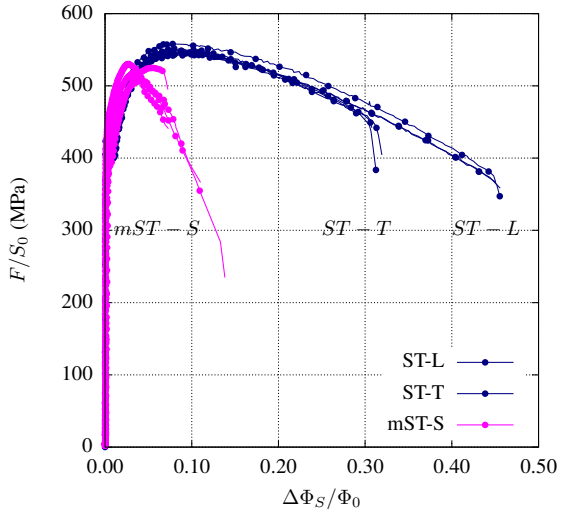


FIGURE 5.8 – Comparaison entre mini et macro éprouvettes ST prélevées selon L et T pour les macros et selon S pour les mini-éprouvettes ; On compare la déformation selon la direction S pour les macros éprouvettes et selon la direction L pour les minis éprouvettes

5.1.4 Fractographie des éprouvettes lisses et entaillées

Afin de pouvoir compléter la comparaison entre les mini–éprouvettes et les éprouvettes standards, des observations des faciès de rupture ont été réalisées au MEB (figures 5.9 et 5.10). En respectant la même convention sur les directions que pour les macro–éprouvettes, ces fractographies révèlent une rupture ductile conformément aux éprouvettes standards. On observe aussi des cupules de différentes tailles traduisant des germinations primaires et secondaires.

On constate aussi, que le «cup-cone» disparaît complètement pour les deux sens (L et T) dans le cas des mini-éprouvettes. Ce résultat est à la fois intéressant et surprenant. En effet, en l'absence de fissure, les états de contraintes dans les deux types d'éprouvette sont les mêmes. Le fait que les faciès soient différents semble indiquer un effet de taille intrinsèque au matériau. Ce type d'effet ne peut être pris en compte que dans le cadre de modèles enrichis de type «non local». Pour confirmer/infirmer l'effet il est prévu de réaliser des essais de taille intermédiaire.

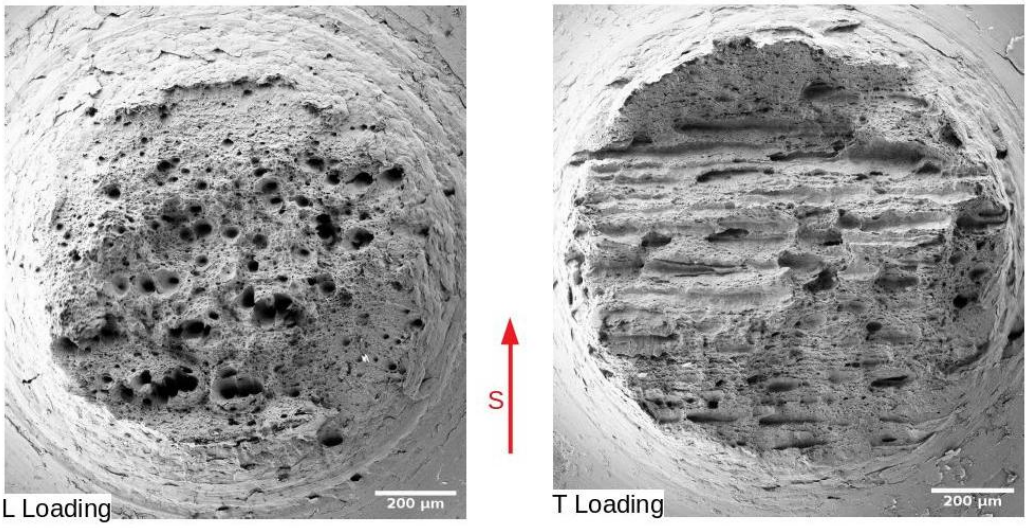


FIGURE 5.9 – Comparaison entre mini-NT2 prélevées selon L et T

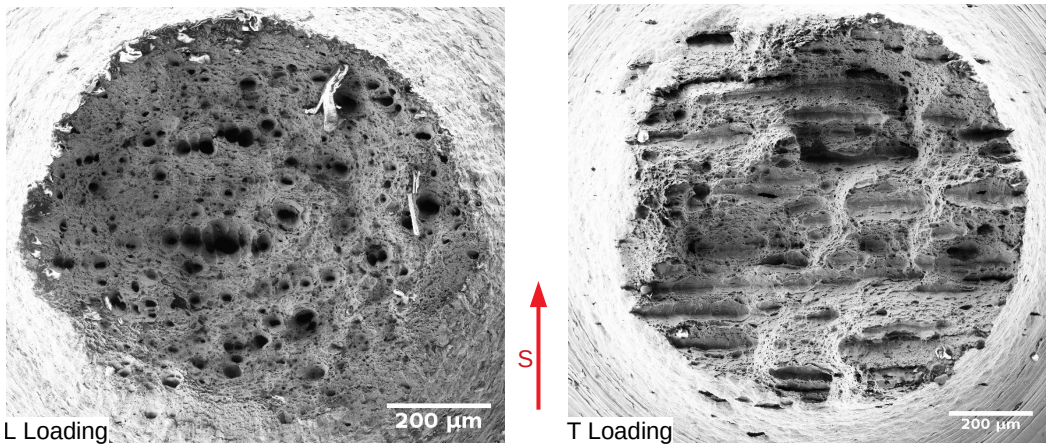
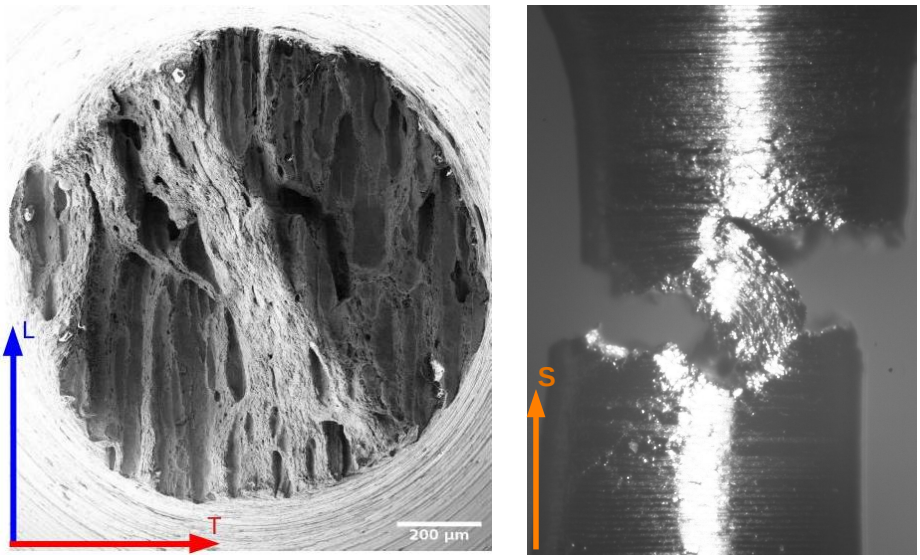


FIGURE 5.10 – Comparaison entre mini-NT4 prélevées selon L et T

Les observations des faciès de rupture des mST prélevées selon le sens S sont présentées par la figure 5.11 (a). On constate tout d'abord la présence de larges cupules allongées dans le sens de laminage L. Elles correspondent aux inclusions de type MnS qui sont, dans ce cas, chargées selon la normale à leur plus grande surface. L'endommagement est alors très rapide. On remarque également l'existence d'une bande qui fait une angle de 15 ° environ par rapport au sens L. Sur la figure 5.11 (b) on constate la présence d'un ligament non rompu. Cela indique le scénario de rupture suivant pour cette éprouvette : Deux fissures apparaissent d'abord à deux hauteurs différentes dans l'éprouvette. La bande de matière entre ses deux fissures est ensuite cisaillée afin que les fissures se rejoignent.

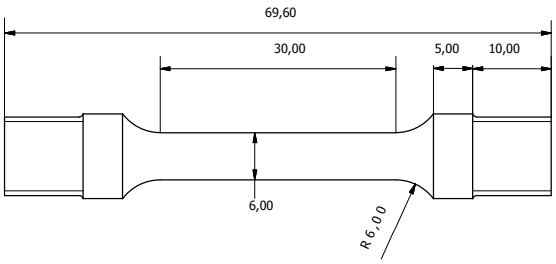


(a) (b)

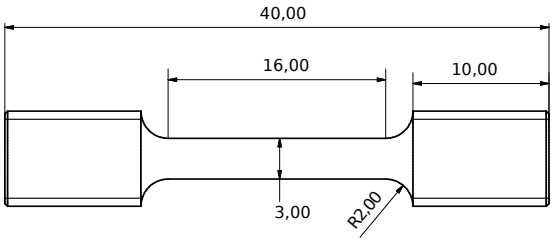
FIGURE 5.11 – Fractographie de mST prélevée selon le sens S

5.2 Essais sur des éprouvettes ST et NT à échelle intermédiaire

Dans cette partie on présente des résultats sur des essais de traction simple et entaillée sur des éprouvettes prélevées dans les directions L, T et D (à 45 ° par rapport au sens de laminage) et dont les dimensions sont à échelle intermédiaire entre les éprouvettes standards et les mini–éprouvettes. Les essais ont été réalisés avec le même protocole expérimental que les macro–éprouvettes. Le diamètre de la zone utile des éprouvettes intermédiaires est deux fois plus petites que celle des macro–éprouvettes comme présenté sur la figure 5.12 (Φ_{macro}=2 $\times\Phi_{interm}$) et 2.5 fois plus grandes que les mini–éprouvettes. Le tableau suivant 5.3 présente une récapitulation des dimensions initiales des éprouvettes intermédiaires. r_0 est me rayon de l'entaille, L_0 étant la longueur de la zone utile et Φ_0 est son diamètre (figure 5.1).



(a)



(b)

FIGURE 5.12 – (a) ST macro ; (b) ST intermédiaire

Éprouvette	r_0	Φ_0 (mm)	L_0 (mm)	ξ réel
X52_ST_L_E132	-	2.998	16.08	-
X52_ST_L_E133	-	3.004	16.03	-
X52_ST_L_E134	-	3.006	16.13	-
X52_ST_T_E141	-	2.985	16.07	-
X52_ST_T_E140	-	2.998	16.02	-
X52_NT2_L_E137	0.581	2.9903	1.161	1.942
X52_NT2_L_E138	0.5421	2.9834	1.084	1.817
X52_NT2_T_E146	0.5769	2.9871	1.154	1.931
X52_NT2_T_E147	0.5803	3.0009	1.161	1.934
X52_NT4_L_E139	1.1962	2.9866	2.393	4.005
X52_NT4_L_E150	1.1939	3.0666	2.388	3.893
X52_NT4_T_E148	1.2023	3.0197	2.405	3.982
X52_NT4_T_E149	1.1932	2.9766	2.387	4.009
X52_NT10_L_E135	3.0029	2.9989	5.689	10.013
X52_NT10_L_E136	2.9973	3.0413	5.745	9.855
X52_NT10_T_E144	3.0094	3.0257	5.741	9.946
X52_NT10_T_E145	3.0043	2.9965	5.716	10.026

TABLE 5.3 – Tableau récapitulatif des dimensions initiales des éprouvettes intermédiaires testées

Pour ces essais on n'a pas utilisé d'extensomètre. Certains éprouvettes ont été arrêtés avant la rupture afin de pouvoir estimer l'erreur sur les mesures avec la méthode-R. Le tableau 5.4 présente une comparaison entre les mesures des diamètres en post-mortem. L'erreur estimée sur les mesures effectuées avec le traitement d'image est faible. La figure 5.13 montre les mesure post-mortem des diamètres des éprouvettes arrêtées en fonction des mesures issues de l'analyse d'images pour les deux sens d'observation (S et le sens perpendiculaire). En comparant ces points par rapport à la première bissectrice on remarque que l'erreur est très faible mais n'est pas systématique.

Éprouvette	$\Delta\Phi_S/\Phi_0$ Shadow	$\Delta\Phi_{perp}/\Phi_0$ Shadow	$\Delta\Phi_S/\Phi_0$ profilomètre	$\Delta\Phi_{perp}/\Phi_0$ profilomètre
X52_NT2_T_E147	0.2030	0.1774	0.2038	0.1799
X52_NT2_L_E138	0.1040	0.1032	0.1141	0.1038
X52_NT4_T_E149	0.1509	0.1332	0.1401	0.1330
X52_NT4_L_E150	0.3194	0.2726	0.3106	0.2734
X52_NT10_T_E144	0.2417	0.2143	0.2392	0.2196
X52_NT10_L_E135	0.3968	0.3271	0.3945	0.3242
X52_ST_T_E141	0.2715	0.2363	0.2737	0.2383
X52_ST_L_E133	0.3866	0.3395	0.3906	0.3281

TABLE 5.4 – Tableau comparatif des diamètres des éprouvettes mesurées par analyse d'image et par un profilomètre

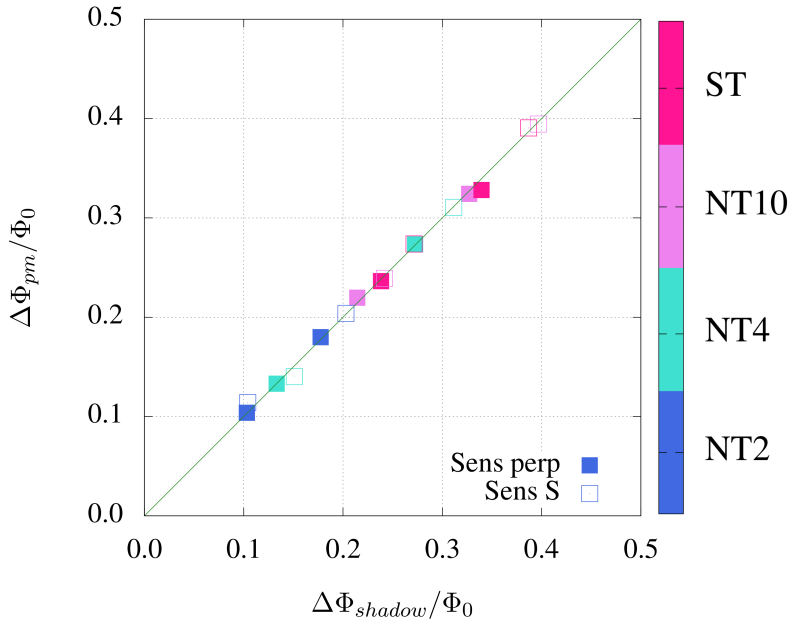


FIGURE 5.13 – Courbe $\Delta\Phi_{pm}/\Phi_0$ mesuré par le profilomètre en fonction de $\Delta\Phi_{shadow}/\Phi_0$ mesuré par suivi de contour

5.2.1 Résultats

L'application de la méthode de suivi de contour avec le système de double caméra permet d'étudier l'anisotropie à cette échelle. Tout comme les essais sur des macro–éprouvettes, on compare le sens S et le sens perpendiculaire à S pour des éprouvettes prélevées selon la direction L et T. La figure 5.14 montre une comparaison de la striction diamétrale dans la direction S des éprouvettes chargées selon L en fonction de la triaxialité. On constate que plus la triaxialité augmente plus la ductilité baisse.

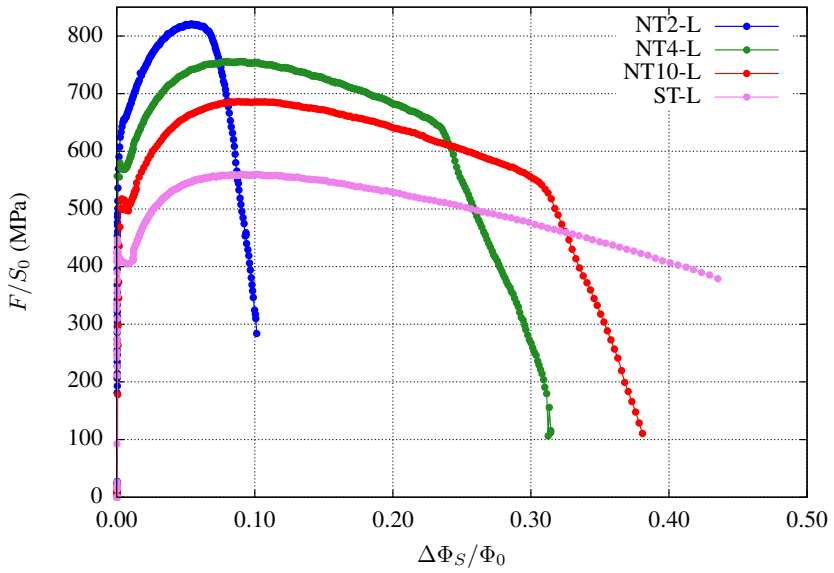


FIGURE 5.14 – Courbe contrainte—striction diamétrale selon S pour un chargement selon L en fonction de la triaxialité

La figure 5.15 montre une comparaison de la striction diamétrale entre le sens S et le sens perpendiculaire à S pour des éprouvettes chargées selon L. Tout comme les éprouvettes macros, on constate que la direction S est plus ductile que les directions perpendiculaires (L et T).

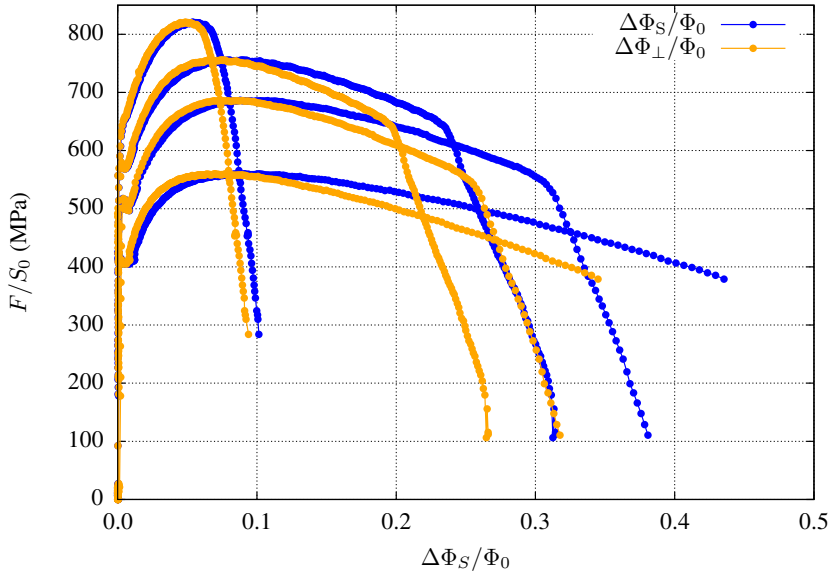


FIGURE 5.15 – Courbe contrainte-striction diamétrale selon S et T pour un chargement selon L en fonction de la triaxialité

La figure 5.16 présente une comparaison entre les éprouvettes macros et les éprouvettes intermédiaires pour un chargement selon L. On constate que pour les éprouvettes ST, NT10 et NT4 la ductilité est très proche. Néanmoins, pour la NT2, l'éprouvette intérmédiaire présente une ductilité inférieur.

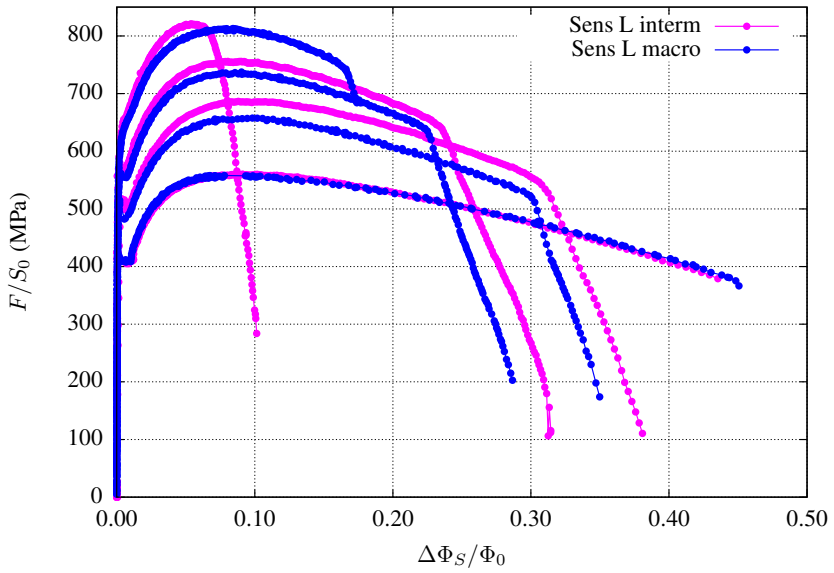


FIGURE 5.16 – Courbe contrainte-striction diamétrale selon S pour un chargement selon L sur des éprouvette macros et des éprouvettes intermédiaire en fonction de la triaxialité

Dans les graphes ci-dessus, on observe le plateau de Luders au début de l'écoulement plastique. Après avoir atteint la contrainte maximale, la contrainte descend d'une façon stable.

Cette partie de la courbe, qu'on ne voit pas dans les essais sur les éprouvette standards dans le chapitre 3.5, est dû au fait que pour ces essais on a réussi à piloter en extensomètre. Ce mode de pilotage donne accès à une descente plus stable comme celle qu'on observe pour quasiment tous les essais.

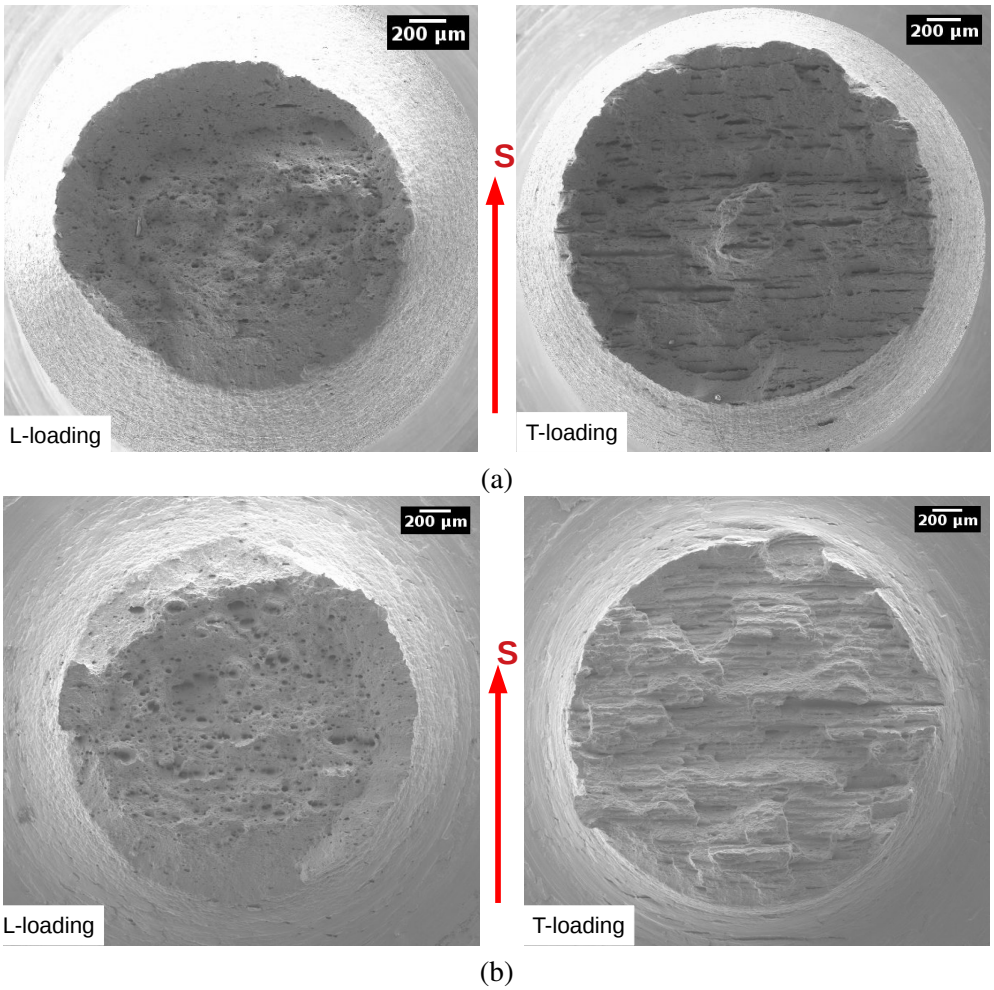


FIGURE 5.17 – Comparaison de faciès de rupture pour des éprouvettes ST (a) et des éprouvettes NT2 (b)

5.2.2 Fractographies des éprouvettes lisses et entaillées

Ces fractographies montrent que les éprouvettes de traction simple et entaillée à l'échelle intermédiaire sont ductiles. Cependant on remarque que les cup-cone sont plus prononcés sur les faciès de rupture des éprouvettes intermédiaires par rapport aux mini–éprouvettes mais moins prononcés que celles des éprouvettes standards. Néanmoins, on remarque toujours les faciès en cup-cones sont plus marqués sur les éprouvettes prélevées dans le sens L que celles prélevées dans le sens T.

Les figures suivantes 5.18 montrent une comparaison entre les faciès de ruptures des éprouvettes de traction entaillées (NT10, NT4 et NT2) chargées selon la direction L (pour le sens T voir annexe G). On remarque que les cup-cones disparaissent en allant des éprouvettes standards (à droite) aux mini–éprouvettes (à gauche). Les faciès de rupture des éprouvettes intermédiaires sont au milieu.

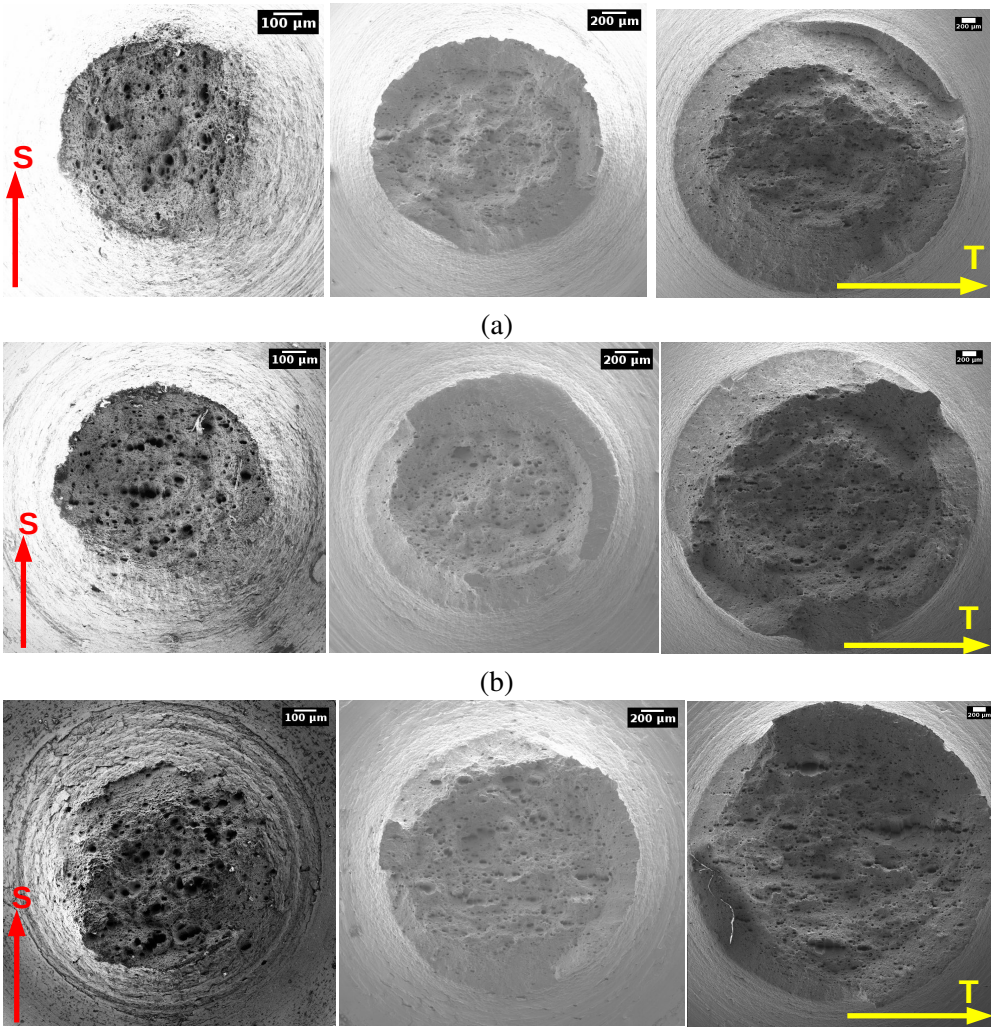


FIGURE 5.18 – Comparaison de faciès de rupture pour des éprouvettes NT10-L (a), des éprouvettes NT4-L (b) et des éprouvettes NT2-L (c)

5.3 Essais sur des éprouvettes fissurées : mini-DCT

5.3.1 Préparation des éprouvettes

Les mDCT sont des éprouvettes de fissuration inspirées des éprouvettes de fissuration CT standards qui ont une forme carrée. La conception de l'éprouvette est donnée par la figure 5.19. Ces éprouvettes contiennent une entaille initiale faite par électo-érosion avec un fil de diamètre de 0.1 mm. Le fil trace un parcours en partant de la première encoche, puis l'entaille et finit par la découpe de deuxième encoche et le pourtour de l'éprouvette. Cette procédure permet d'avoir une entaille initiale de diamètre 0.16 mm (l'aller-retour dans l'entaille agrandit celle-ci). Comme dans le cas des macros éprouvettes (voir chapitre 3.8), cette entaille servira comme zone de concentration de contrainte pour amorcer une fissure réelle.

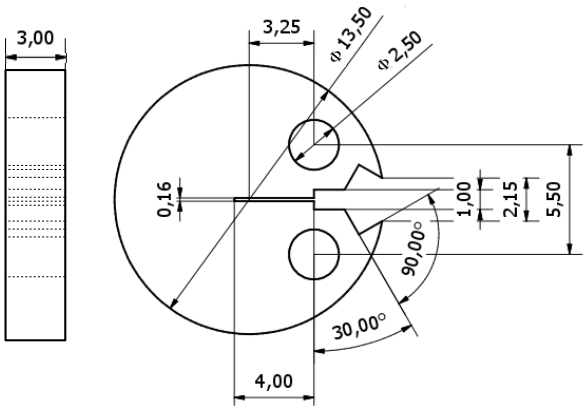


FIGURE 5.19 – Dessin de définition d'une mini-DCT (mDCT)

Ces éprouvettes ont été pré-fissurées sur une machine servo-hydraulique de type MTS, bâti 250kN. Du fait de la taille des éprouvettes et des faibles charges, une cellule de charge de capacité maximale 2 kN a été connectée à la machine. Elle permet de piloter cette dernière avec précision. Un extensomètre «clip» usuel est employé pour mesurer le CMOD. Du fait de l'encombrement de l'essai, la mesure de l'ouverture en cours d'essai est déportée sur l'extérieur comme montré à la figure 4.1.

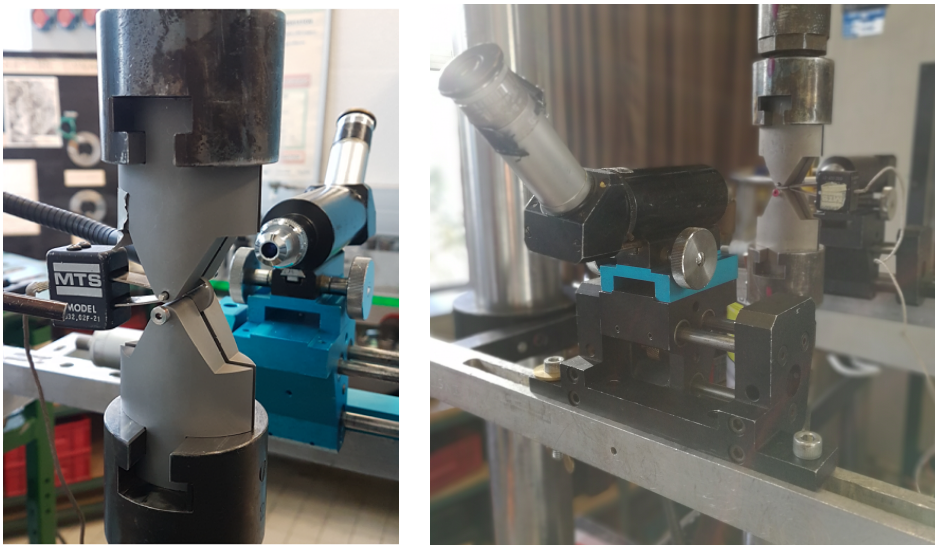


FIGURE 5.20 – Dispositif de la pré-fissuration des mini-DCT.

Des lunettes de visée permettent de suivre la fissure en temps réel. Avant la pré–fissuration, les éprouvettes sont polies «miroir». À partir du front de l'entaille, on trace des traits verticaux, appelés traits de trusquin, tout les 0.5 mm. Ces traits permettent de mesurer la fissure en temps réel. Plus la fissure avance, plus le niveau de charge doit être abaissé afin de garder un niveau de ΔK constant. Le calcul de l'amplitude maximal du chargement au cours de la pré–fissuration est basé sur la norme ASTM-E1820 [39]. Le protocole est récapitulé dans le tableau 5.5.

TABLE 5.5 – Protocole expérimental de pré-fissuration des mini-DCT

Δ_a (mm)	F_m (N)	F_a (N)	K (MPa$\sqrt{m}$)	Nbr de cycles
0.0	330	270	7.30	20000—27000
0.2	311	270	7,20	20000—27000
0.5	284	232	7,20	20000—27000
0.8	259	212	7,20	20000—27000
1.0	244.5	199	7,20	20000—27000
1.2	227	186	7,20	20000—27000

Les courbes charge-déplacement montrent souvent que l'amorçage de la fissure est très brutal. Cela se traduit par une augmentation rapide de l'ouverture de l'extensomètre. Après cette phase initiale, un régime de propagation régulier est en général observé. Les fissures de fatigue se propagent souvent d'une façon asymétrique. En effet, du fait d'un léger désalignement de la machine, la fissure se propage plus rapidement sur une face que sur l'autre. Ce phénomène nécessite l'arrêt de l'essai et l'inversion de l'éprouvette pour permettre de rattraper les écarts de longueurs de fissure. Avant d'être testées, des entailles latérales sont usinées de part et d'autre de l'éprouvette comme dans le cas des macro–CT. Toutefois, l'opération est beaucoup plus délicate. L'usinage est réalisé par électro-érosion (diamètre de fil de 100 μm). Il convient de s'assurer du bon re-positionnement de l'éprouvette afin que les entailles soient bien usinées sur la ligne de pré–fissuration. On teste en raison de trois à quatre éprouvettes pour chaque condition de prélèvement.

5.3.2 Résultats

Les essais sur des mini-éprouvettes DCT ont été effectués sur deux épaisseurs différentes. On a testé des éprouvettes de 3 mm et des autres de 2 mm. La figure 5.21 présente une comparaison entre la direction LT et la direction TL pour les éprouvettes d'épaisseur 3 mm (figure 5.21 (a)) et pour les éprouvettes d'épaisseur 2 mm (figure 5.21 (b)).

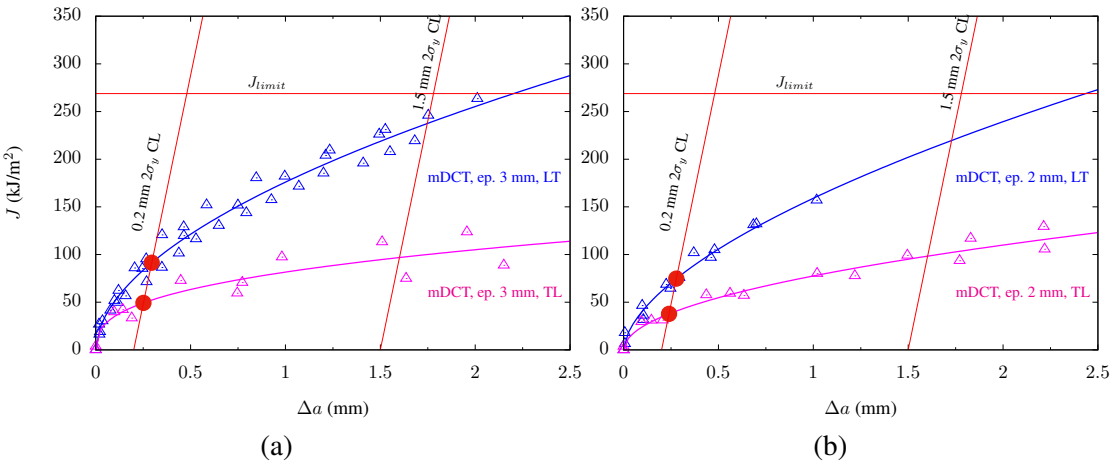


FIGURE 5.21 – Courbe J–Δa avec la ligne de construction à 0.2 ; (a) pour des mDCT d'épaisseur 3 mm ; (b) pour des mDCT d'épaisseur 2 mm

Les mDCT à épaisseur 2 mm présentent une énergie légèrement inférieure que celle des mDCT à épaisseur 3 mm. Néanmoins la différence de ténacité entre la direction LT et TL est évidente. Cette différence est due à l'anisotropie de rupture dans les deux directions indiquées. Cette dernière est due à l'existence de MnS orientés selon la direction de laminage notée L. Quand l'éprouvette est sollicitée selon la direction T la fissure se propage selon la direction L

et son trajet est facilité par la dé-cohésion des inclusions de la matrice. On voit sur les faciès de rupture du chapitre 3.5 une orientation claire des cupules dans la direction L.

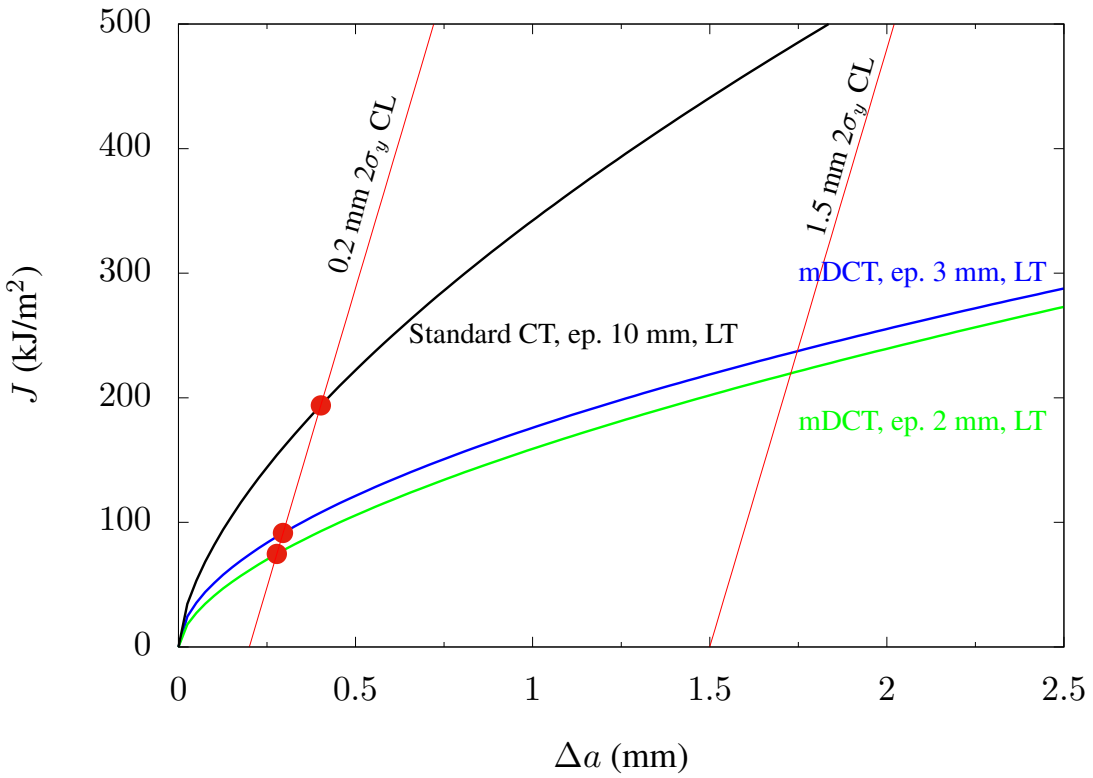


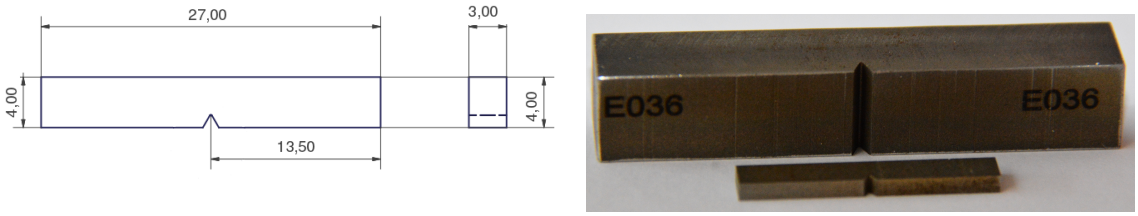
FIGURE 5.22 – Courbe J–Δa avec la ligne de construction à 0.2 ; (a) pour la direction LT ; (b) pour la direction TL

La figure 5.22 présente des fit des courbes $J - \Delta a$ des éprouvettes CT standards, les mDCT de 3 mm et les mDCT de 2 mm. La comparaison entre les mini–éprouvettes montre des valeurs très proches. En effet, la différence entre les deux mDCT est d'environ 5%. Cependant la différence entre les éprouvettes standards et les mDCT de 3 mm est d'environ 26%.

5.4 Essais de résilience sur des mini-Charpy

5.4.1 Mini-Charpy d'épaisseur 3 mm

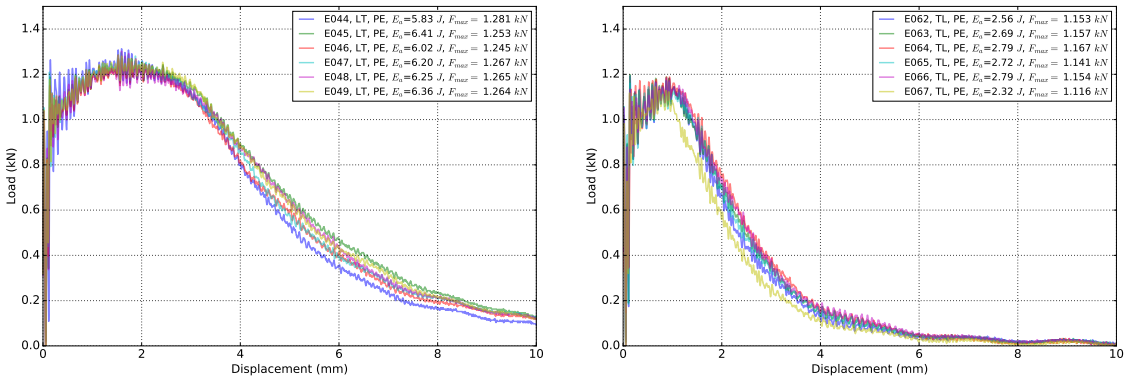
Le chapitre 3.8 présente les essais de résilience sur des éprouvettes Charpy standards qui ont été mené à l'Institute of Physics of Materials, Academy of Sciences of the Czech Republic à Brno. On présente ici les essais sur des éprouvettes de taille réduite (figure 5.23). Les essais sur des mini–éprouvettes Charpy de 27 mm de long sont normalisée. La distance entre appuis est de 22 mm [69]. La taille de ces éprouvettes permet facilement d'étudier le gradient de la résilience dans l'épaisseur et de comparer les directions LT et TL. Les essais ont été réalisés à température ambiante.



(a) (b)

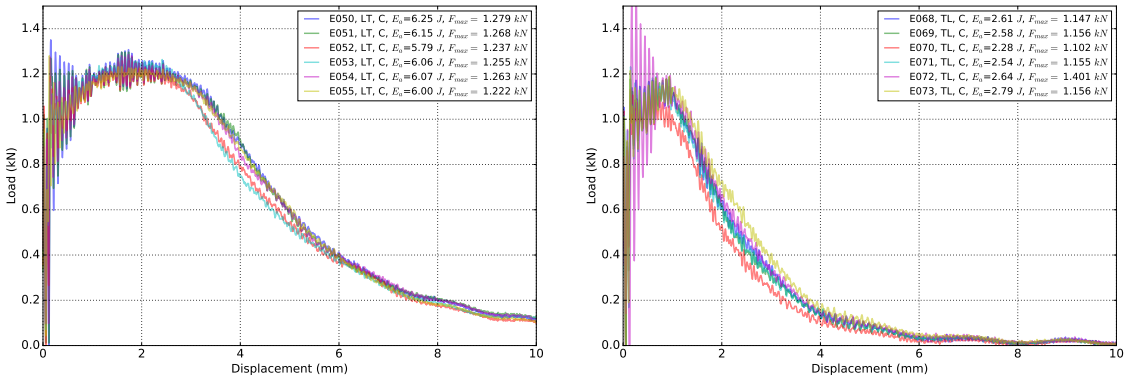
FIGURE 5.23 – (a)Dessin de définition d'une mini charpy (mKCV) ; (b) comparaison entre une mKCV et une KCV standard

Les résultats des essais sur mini–Charpy pour les prélèvements à l'extrados du pipeline sont présentés sur la figure 5.24. On trace la force en fonction du déplacement de l'éprouvette grâce à l'emploi d'un dispositif instrumenté. La figure 5.24 présente une comparaison entre les sens LT et TL prélevés à l'extrados du pipeline. On constate que le sens LT (figure 5.24 (a)) est plus résilient que le sens TL (figure 5.24) en cohérence avec l'ensemble des résultats déjà présentés. Les mêmes tendances sont constatées pour les éprouvettes prélevées à cœur (figure 5.25) et à l'intrados (figure 5.26). La comparaison des courbes obtenues pour l'extrados, le cœur et l'intrados montre aussi qu'il n'y a pas de gradient de résilience dans l'épaisseur du pipeline. En effet, on voit que les aires sous la courbe ne varient pas entre les éprouvettes prélevées à ces différentes positions.



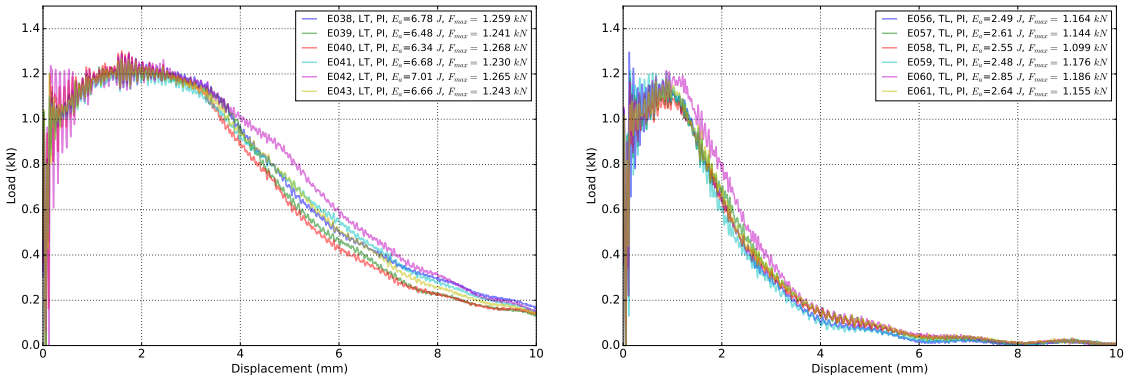
(a) (b)

FIGURE 5.24 – Comparaison de la résilience entre LT et TL pour des des éprouvettes prélevées à peau externe ; (a) mKCV selon LT ; (b) mKCV selon TL



(a) (b)

FIGURE 5.25 – Comparaison de la résilience entre LT et TL pour des des éprouvettes prélevées à cœur ; (a) mKCV selon LT ; (b) mKCV selon TL



(a) (b)

FIGURE 5.26 – Comparaison de la résilience entre LT et TL pour des des éprouvettes prélevées à peau interne ; (a) mKCV selon LT ; (b) mKCV selon TL

Les tableaux ci-dessous (tableau 5.6) récapitulent les résultats des essais charpy instrumentés sur les mini–éprouvettes prélevées selon différentes directions et différentes positions dans l'épaisseur. Ces résultats sont présentés en terme d'énergie en J et d'effort maximal en kN.

mKCV	E_a (J)		
	PI	C	PE
LT	6.66 ±0.17	6.05 ±0.11	6.18 ±0.17
TL	2.6 ±0.09	2.57 ±0.11	2.64±0.14

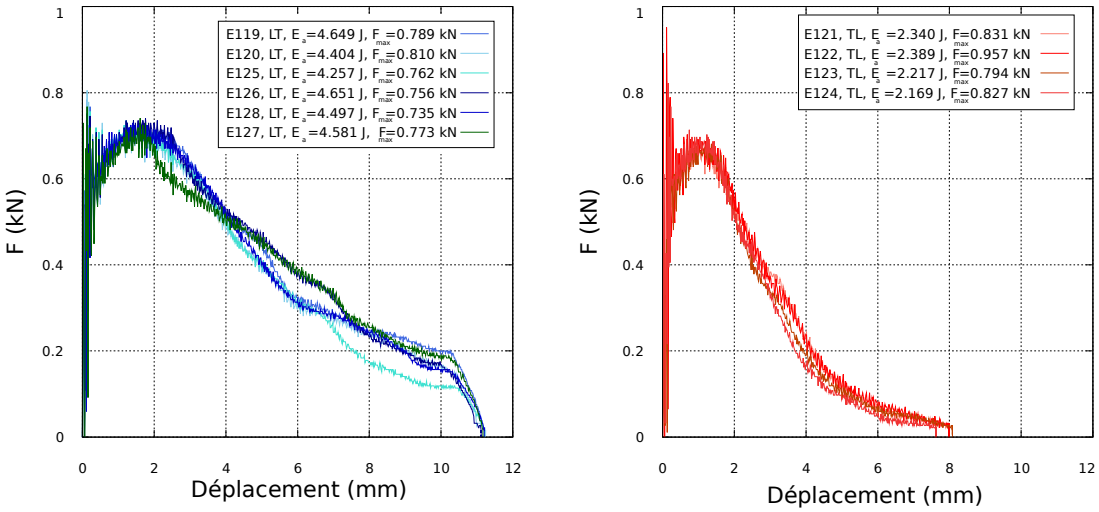
mKCV	F_{max} (kN)		
	PI	C	PE
LT	1.28 ±0.16	1.29 ±0.02	1.29 ±0.15
TL	1.21 ±0.03	1.25 ±0.1	1.18 ± 0.01

TABLE 5.6 – Tableaux récapitulatifs des résultats des essais charpy

5.4.2 Mini-Charpy d'épaisseur 2 mm

Dans le but d'étudier l'effet de la réduction de l'épaisseur sur la résilience, des éprouvettes d'épaisseur 2 mm ont été testées dans le même laboratoire en République Tchèque et avec les même conditions d'essai que celles des mini–éprouvettes d'épaisseur 3 mm. Mais cette

fois, c'est que des éprouvettes prélevées à cœur. On compare le sens LT et le sens TL avec six éprouvettes selon LT et quatre éprouvettes TL. Les essais ont été réalisés à température ambiante. On a aussi utilisé la même géométrie de marteau que celle pour les mini–éprouvettes d'épaisseur 3 mm.



(a) (b)

FIGURE 5.27 – Comparaison de la résilience entre LT et TL pour des des éprouvettes prélevées à cœur ; (a) mKCV selon LT ; (b) mKCV selon TL
(épaisseur : 2 mm)

mKCV	F_{max} (kN)	E_a (J)
LT	0.771 ±0.02	4.5± 0.12
TL	0.85 ±0.05	2.3± 0.08

TABLE 5.7 – Tableau récapitulatif des résultats des essais sur mini–charpy de 2mm

Le graphe ci-dessus montre que le sens LT est plus résilient que le sens TL. Une conclusion qui reste invariante en variant l'épaisseur de l'éprouvette. L'énergie de résilience du sens LT est environ 2 fois plus importante que celle du sens TL. On constate aussi, que l'effort enregistré avec les éprouvettes d'épaisseur 2 mm est remarquablement inférieur que celui des éprouvettes d'épaisseur 3 mm.

5.5 Conclusion

Cette partie consacrée aux essais mécaniques sur mini–éprouvettes nous a permis de caractériser les propriétés mécaniques du matériau de l'étude à une échelle de quelques millimètres. Ces éprouvettes miniaturisées nous permettent de caractériser la direction S, impossible à caractériser avec une éprouvette de taille standard. Cependant, à cette échelle, l'usinage des éprouvettes présente un défi. En effet, on a remarqué une dispersion dans les dimensions demandées. Cette dernière influence certains rapport géométrique critique comme le facteur ξ.

Les résultats d'essais de traction sur éprouvettes simples et entaillées montrent les mêmes tendances que les essais standards. En effet, les éprouvettes prélevées selon le sens L sont plus ductiles que celles prélevées selon le sens T. En comparant les mini- et les macro–éprouvettes on constate que les mini–NT sont systématiquement plus ductiles. En outre, elles résistent à des contraintes plus importantes. La direction S est comparée aux autres directions. On remarque une rupture rapide selon S.

Pour compléter cette étude, des observations des faciès de rupture ont été réalisées. On remarque, dans un premier temps, des cavités allongées selon la direction du laminage dans le plan (SL) dû au fait de la germination à l'interface entre MnS et matrice. Ces allongements deviennent des cercles dans le plan (ST). Cette observation est en accord avec les macro–éprouvettes. Néanmoins, on constate que le mode cup-cone disparait pour les mini–éprouvettes. Cette observation nous a poussés à faire des essais à une échelle intermédiaire. On remarque que les cup-cones sont plus prononcés par rapport aux mini–éprouvettes, mais moins prononcés par rapport aux macro–éprouvettes. Cependant, ces cup-cones, tout comme pour les éprouvettes standards, ils sont plus marqués sur les éprouvettes prélevées selon le sens L que celles prélevées selon le sens T.

Les essais sur les éprouvettes de fissuration de type CT mettent en évidence l'effet d'échelle. En effet, les mini–éprouvette mDCT sont moins tenaces que les éprouvettes standards. La taille des mDCT nous a permis de tester les deux directions LT et TL. On remarque une anisotropie de rupture qui est due à l'existence des MnS orientés selon la direction de laminage L. Une autre comparaison est faite entre des mDCT d'épaisseur 2 mm et des mDCT. d'épaisseur 3 mm. Elle montre que les premières présentent une énergie légèrement inférieure.

L'effet d'échelle est aussi mis en évidence avec des essais de résiliations (Charpy). Les valeurs de l'énergie de résilience entre les macro- et les mini–éprouvettes sont très différentes (un facteur d'environ 20). La taille des éprouvettes permet de tester les deux sens LT et TL. L'énergie de résilience du sens LT est 2 fois plus importante que celle du sens TL. Tout comme les mDCT, on a testé des mKCV d'épaisseur 2 et 3 mm. On constate un résilience plus importante pour les éprouvettes d'épaisseur 3 mm.

Chapitre 6

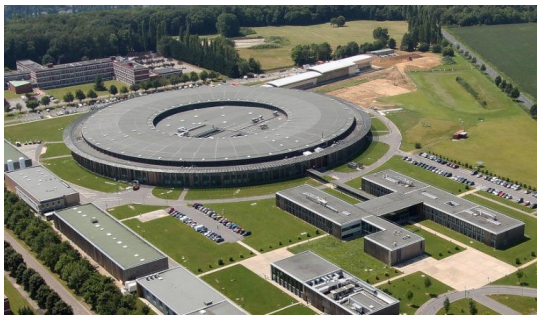
Caractérisation mécanique de l'acier X52 en Tomographie

La tomographie aux rayons X consiste à reconstruire un volume en 3D à partir d'une combinaison de nombreuses radiographies prises sous différents angles. Cette technique permet d'accéder à la distribution des phases dans l'échantillon après traitement numérique des radiographies. Elle permet de caractériser leur chimie, morphologie et topologie. Ici on s'intéressera à la répartition des cavités. Cette méthode peut être combinée avec une sollicitation mécanique (traction, compression, etc...), thermique ou autre ; on parle alors d'essais *in-situ*. Cette technique donne accès à l'évolution des paramètres d'endommagement sous l'effet de ces différentes sollicitations. Dans le cadre de la science des matériaux, la tomographie permet aussi de caractériser les transformations des phases sous l'effet de la température. En plus d'être une méthode non destructive. Elle donne une information 3D très riche permettant de répondre à des nombreuses problématiques.

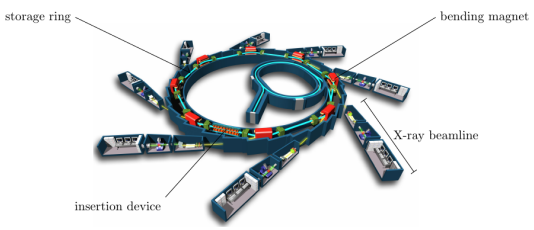
Divers types de dispositifs peuvent être mis en pratique pour la tomographie. Les parties indispensables constituant la tomographie sont : (i) une source, (ii) une platine tournante et (iii) un détecteur de rayons X. Ces trois éléments contrôlent la résolution des images obtenues. L'un des sources les plus connues c'est la source synchrotron. Cette source est connue par sa bonne résolution du fait de sa brillance et sa stabilité. La rotation de la platine doit être précise pour éviter les translations parasites qui peuvent altérer la résolution.

Les essais *in-situ* qu'on a réalisé dans le cadre de cette étude sont réalisés sur la ligne PSICHE de synchrotron, SOLEIL, à Saclay (figure 6.1). La particularité du rayonnement synchrotron par rapport aux sources classiques est que la résolution peut descendre à 100 nm. En effet, l'utilisation d'un tube de rayons X avec nano-foyer permet une résolution d'un ordre inférieur au millimètre. Cette résolution peut être poussée à 100 nm en jouant sur la trajectoire optique des rayons X avec des éléments appropriés (lentilles, etc...) [70]. Cependant, les temps d'acquisition avec un tube à rayons X sont moins importants que ceux atteints en tomographie synchrotron. Cela est dû au flux limité fourni par ces sources.

L'origine des rayons X synchrotron est complètement différente de celle des tubes classiques. Il est le produit des électrons ultra-relativistes qui tournent dans un anneau de stockage. Les rayons X sont ainsi émis dans un cône d'angle solide très faible (divergence à 100 mrad) dans une direction tangente à la trajectoire des électrons courbée par les champs magnétiques. Les sources de rayonnement synchrotron les plus récentes ont un contrôle très poussé de la trajectoire des électrons dans l'anneau de stockage. Cette dernière propriété combinée à la grande distance entre la source et l'échantillon (allant de 30 à 150 m) donne lieu à une bonne cohérence spatiale du faisceau.



(a)



(b)

FIGURE 6.1 – (a) Le site de synchrotron Soleil à saclay, (b)Vue du synchrotron SOLEIL par son artiste J.-F. Santarelli.

Pour comprendre les mécanismes de rupture et de l'endommagement des matériaux, il est

important de pouvoir observer les éprouvettes en cours d'essai. On utilise une machine d'essai adaptée à la ligne synchrotron. Dans notre étude, on a utilisé la machine Bulky qui a été conçue spécifiquement pour ce type des applications [68].

6.1 Préparation de l'essai

Les essais *in-situ* en tomographie ont été réalisés sur la ligne Psiché à SOLEIL. La préparation des essais commence par la préparation de la ligne (voir figure 6.2). La machine est située entre le faisceau du rayons X et le détecteur et elle est posée sur une platine tournante. L'encombrement de la machine, comme expliquée dans le chapitre 5, est fait de telle sorte que la machine ne bruite pas les résultats.

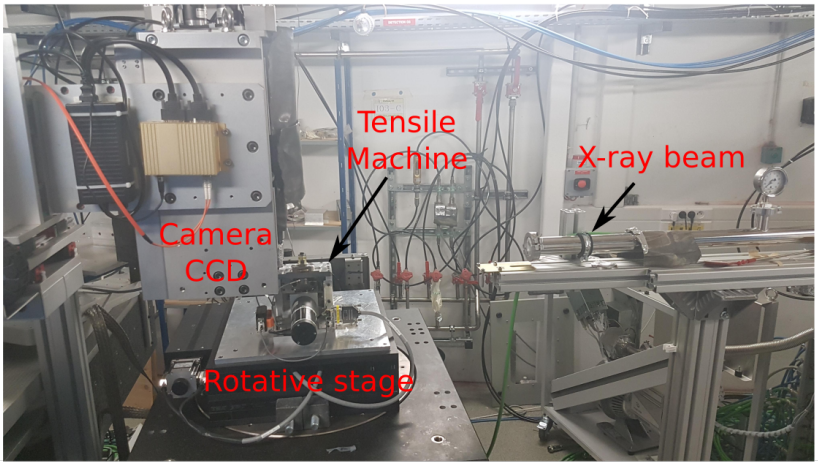
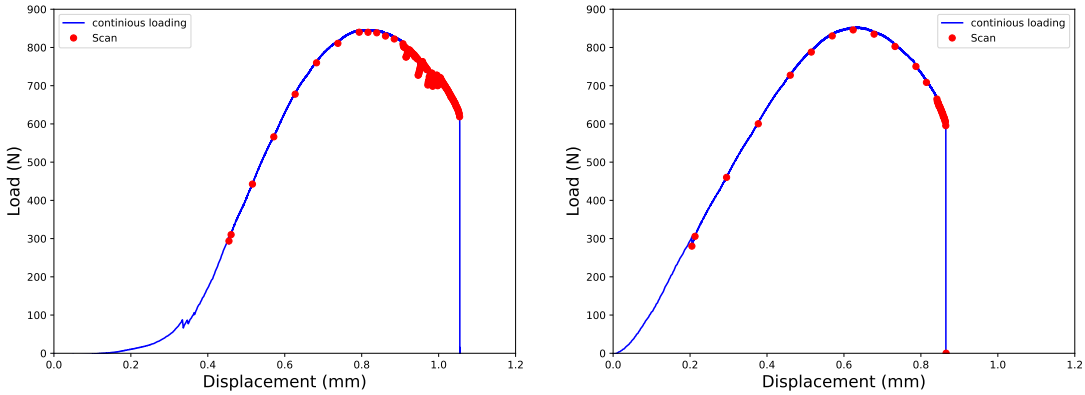


FIGURE 6.2 – Dispositif expérimentale pour les essais *in-situ*

La résolution choisie pour cette campagne d'essai est 1.2626 μm/voxel. On commence par un scan initial statique à charge nulle (état de référence). Le reste des scans a été réalisé en traction continue (sans arrêt de la machine) et à une faible vitesse qui varie entre 0.5 μm/s au début de l'essai jusqu'à 0.06 μm/s à la fin (figure 6.3). La vitesse est rentrée à la main au cours de l'essai et pris en compte dans le programme de pilotage. Le temps d'exposition est de 10 ms et le temps d'acquisition des scans est de 15 s environ pour les 1000 projections/scan. Notons que les changements dans l'échantillon restent suffisamment faibles pendant la durée de la mesure et sont corrigés lors de la reconstruction du scan.

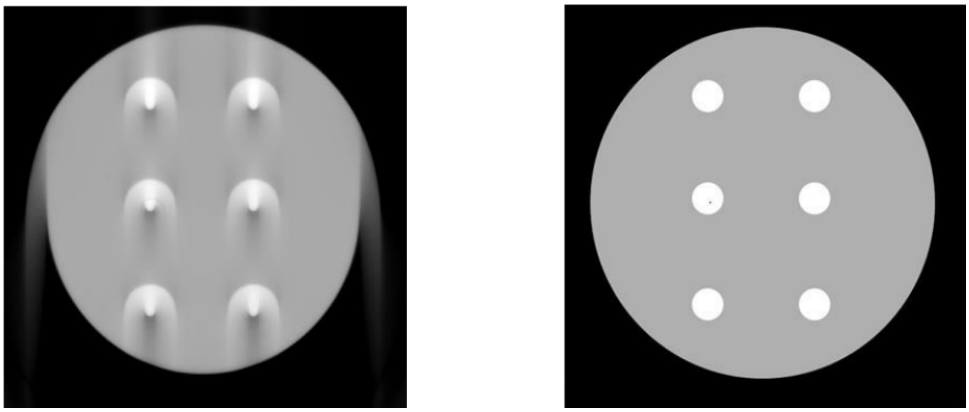


(a) (b)

FIGURE 6.3 – Exemples de courbes charge–déplacement des essais *in-situ* sur des mini-NT10 : (a) une éprouvette chargée selon T, (b) une éprouvette chargée selon L, les points rouges correspondent à l'acquisition en tomographie pendant la traction continue.

6.1.1 Traitement des données lors de reconstruction des volumes

Les données récupérées à la fin d'un essai *in-situ* sont très volumineuses (quelques To) ce qui rend ce type d'essais très coûteux en terme de mémoire. Les données brutes issues d'un essai au synchrotron sont bruitées. En effet, plusieurs artefacts peuvent être introduits lors de l'essai. Ils peuvent être liés à la source et à l'objet imagé. Une étape critique de l'exploitation de ces résultats est de quantifier l'effet de ces artefacts. Les artefacts liés à la source peuvent être réduits avant le lancement de l'essai en optimisant la distance entre l'objet et la source. Ces artefacts peuvent être également réduits en stabilisant le flux et en adaptant son intensité au grandissement choisi. Les artefacts liés à l'objet sont plutôt traités après l'essai en mettant en œuvre des techniques numériques diverses. Un des sources d'erreur sur les résultats est le rayonnement secondaire de l'objet. Il s'agit d'une interaction entre les rayons X et la matière résultant de l'irradiation de l'objet. Chaque point irradié se comportera comme un source d'émission de photons dans toutes les directions. La thèse de Wils [71] détaille les effets de ce phénomène appelé le «cupping» ainsi que les techniques de la quantification du bruit. Du fait du mouvement de l'objet, les images acquises peuvent être distordues (figure 6.4). Ces mouvements sont dûs à la vibration inévitable de la platine tournante ou encore de l'objet s'il n'est pas bien fixé.



(a) (b)

FIGURE 6.4 – Artefact induit par la déviation de l'axe de rotation : (a) axe de rotation mal aligné, (b) axe de rotation bien positionné [72].

Un autre artefact qu'on peut observer sur les acquisitions sont des cercles liés à des pixels défectueux. Ces pixels entraînent l'apparition de ce qu'on appelle «ring artefact» sur les images (figure 6.5). Il est possible de corriger cet artefact en interpolant les valeurs des pixels voisins et en les affectant à ceux qui sont défectueux.

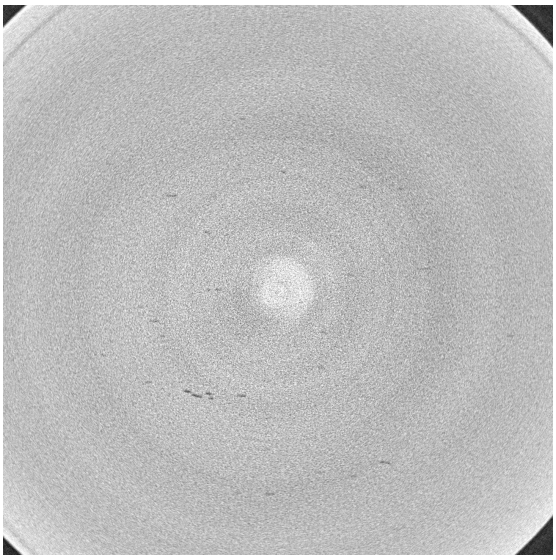


FIGURE 6.5 – Apparition des rings sur les images acquises — (X52 de cette étude)

L'application des filtres (figure 6.6) est nécessaire pour améliorer la qualité des images et augmenter la précision des résultats [73]. Toutefois les artefacts pourront engendrer des défauts dans les images qui pourraient être confondus avec les objets (particules, cavités ...) qu'on cherche à observer. Il convient donc de «vérifier» les images visuellement.

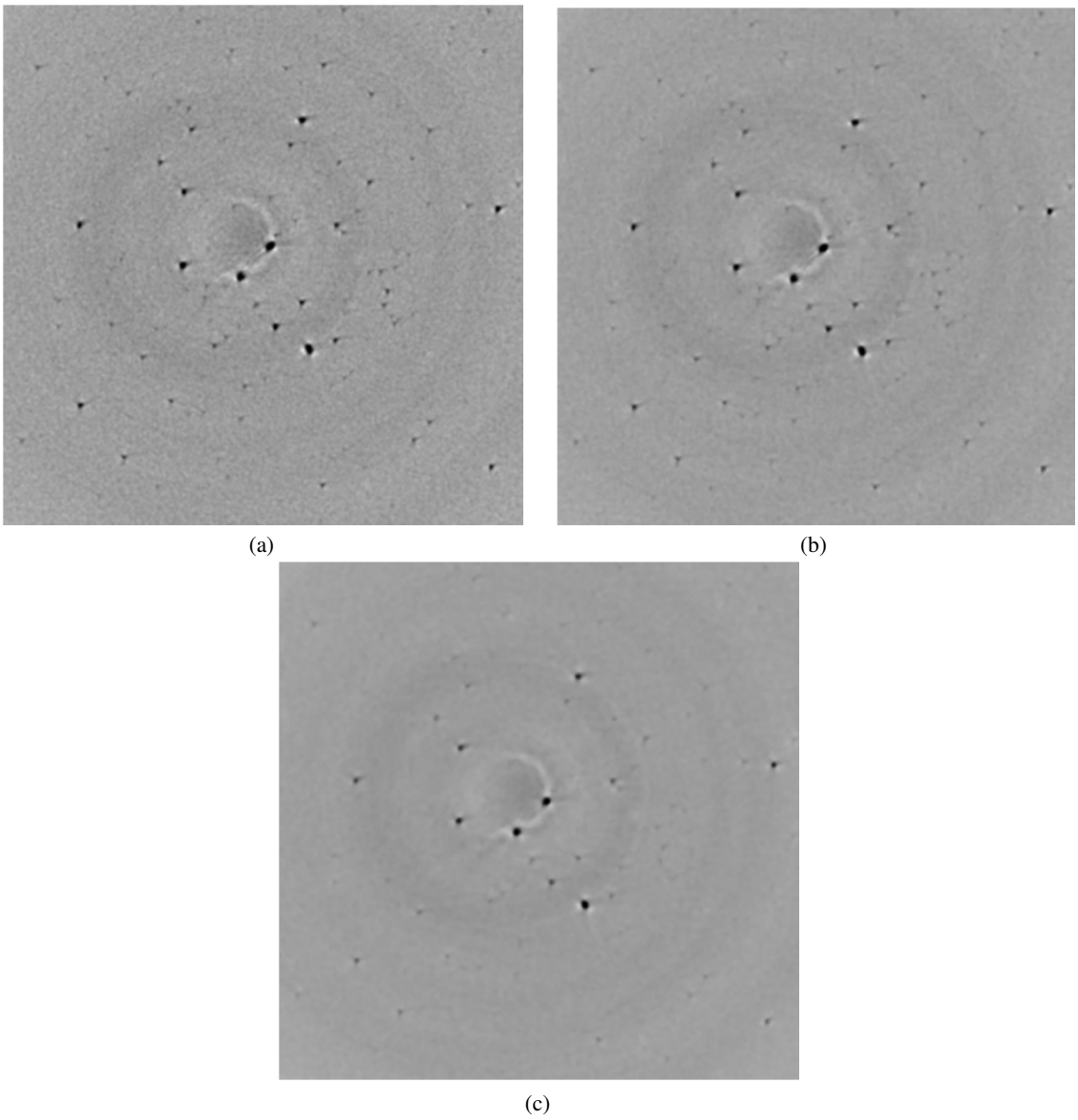


FIGURE 6.6 – Des sections zoomées dans le volume, (a) sans filtre, (b) filtre de 1 voxel, (c) filtre de 2 voxel [73] — (X52 de cette étude).

Les acquisitions brutes après filtrage sont ensuite employées pour reconstruire le volume 3D par morceaux. Ceux-ci peuvent ensuite être assemblés avec le logiciel de visualisation 3D Avizo. Ce logiciel permet également d'analyser les volumes et d'extraire les informations souhaitées.

6.2 Exploitation des données sur éprouvettes non fissurées mNT

La tomographie donne accès à l'information dans le volume. C'est pour cette raison que les essais mécaniques *in-situ* ont été de plus en plus employés ces dernières années. Dans cette étude, on exploite ces essais de deux manières :

— Extraction des données métrologiques tout au long de l'essai pour suivre la striction

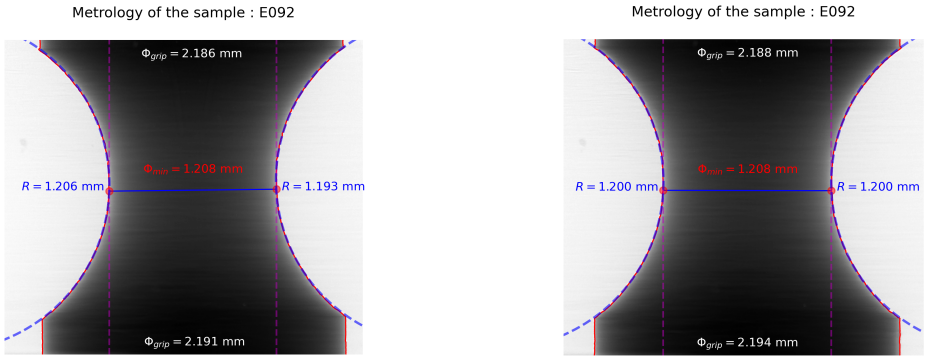
(section minimale) et analyser l'anisotropie de déformation à l'échelle des mini-éprouvettes. Pour cela, nous avons directement exploité les 1000 projections 2D en radiographie X pour détecter les extremums de déformations radiales. Puis, on a appliqué l'algorithme de détection de contours pour mesurer les contractions radiales (méthode–R du chapitre 3) ;

— Analyse quantitative pour étudier l'endommagement à partir des volumes reconstruits.

6.2.1 Suivi de contours

Métrologie initiale des éprouvettes

Grâce au seuillage des images, il est possible de détecter le contour des éprouvettes. Dans un premier temps, cette méthode nous permet de vérifier la métrologie des éprouvettes. La figure 6.7 montre un exemple de mesures effectuées sur les 2 directions principales S et T de l'éprouvette E092 tirée selon la direction L. En effet, une acquisition à vide (sans charge) permet de vérifier le profil ainsi que les dimensions de l'éprouvette. Comme mentionné dans le chapitre précédent, les dimensions de ces éprouvettes posent un problème de précision lors de l'usinage. Ces radiographies permettent le traçage du profil afin qu'on puisse étudier son influence sur les résultats. En outre, pour le traitement des données expérimentales, il est important de déterminer le diamètre minimal de chaque éprouvette.



(a) (b)

FIGURE 6.7 – Exemple de métrologie à partir des radiographies sur une érpouvette NT10 chargée selon L (E092) : (a) plan LS, (b) plan LT.

Caractérisation de l'anisotropie de déformation

Pour chaque scan tomographique, il nous faut caractériser l'anisotropie de déformation. Pour cela, on cherche à identifier sur la section minimale les directions de plus grande et de plus petite déformation. La méthodologie utilisée est la suivante :

— Une radiographie quelconque est analysée pour chaque scan en cours d'essai comme illustré sur la figure 6.8. Cette image permet d'identifier la position X de la section minimale qui correspond au maximum du profil selon X du signal integral selon Y ;

— Pour la section minimale identifiée, on exploite le sinogramme (intégrale du coefficient d'atténuation en fonction de l'angle de rotation θ) comme illustré sur la figure 6.9. Un seuillage est ensuite réalisé, ce qui permet de tracer figure 6.10-a) le profil de l'intégral du signal en fonction de l'angle θ. Ce profil est associé à l'évolution du diamètre de l'éprouvette en fonction de l'angle. Une ellipse est ensuite identifiée pour lisser au mieux le profil, ce qui permet de repérer les positions angulaires du diamètre minimal

et du diamètre maximal. On extrait alors pour chacun des angles les radiographies correspondantes pour suivre l'évolution du diamètre minimal par détection de contour comme détaillé dans le chapitre 3. La figure 6.10-b) montre que l'hypothèse elliptique de l'évolution de la section minimale de l'éprouvette est réaliste. Notons que les directions correspondant aux diamètres extremums coïncident avec la direction S pour la plus grande contraction radiale et la direction perpendiculaire à S pour la plus petite.

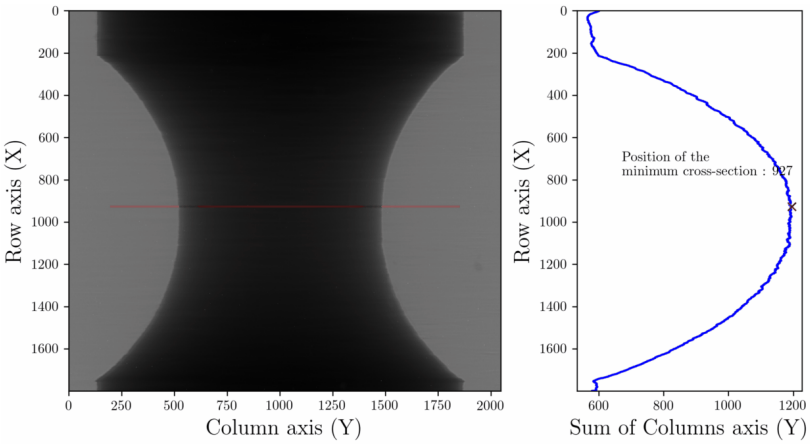


FIGURE 6.8 – Méthodologie de détection de la section minimale de l'éprouvette pour chaque scan.

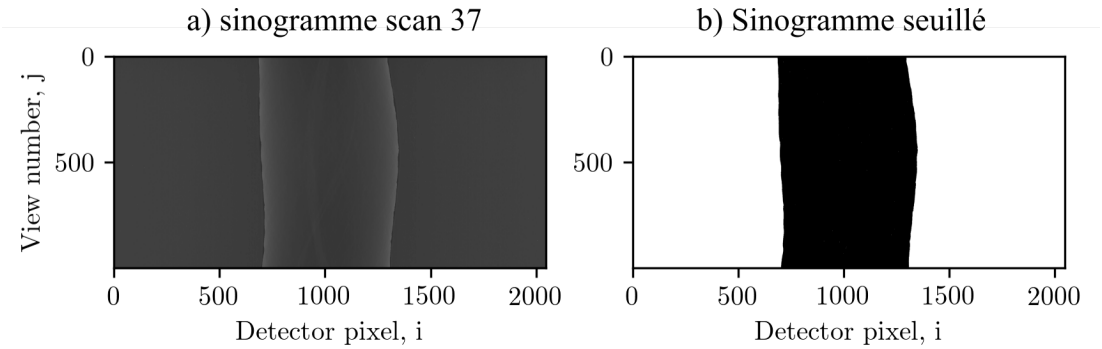
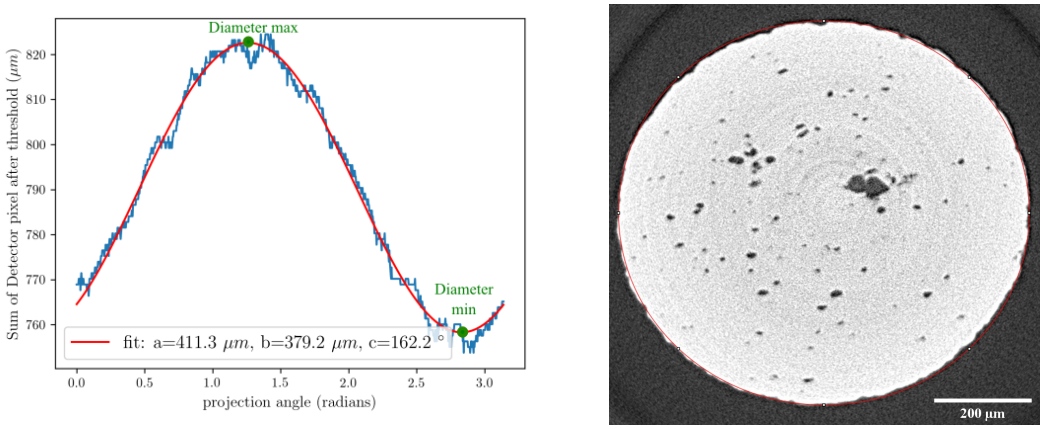


FIGURE 6.9 – Sinogramme de l'éprouvette NT10 tirée selon la direction L (E092) pour le scan final 37 : (a) sans seuillage, (b) après seuillage.



(a) (b)

FIGURE 6.10 – (a) Profil issu du sinogramme associé à l'évolution du diamètre de l'éprouvette en fonction de l'angle sur une éprouvette NT10 chargée selon L (E092), scan 37 avant rupture. (b) Section minimal correspondante sur le plan TS avec superposition de l'ellipse identifiée.

La figure 6.12 présente une comparaison de la déformation selon le sens S pour chaque type d'éprouvette. On constate que les éprouvettes NT2 sont les moins ductiles ($\Delta\Phi_S/\Phi \simeq 0.23$) mais conduisent aux charges les élevées (1000 N soit 850 MPa). L'éprouvette qui se déforme le plus ($\Delta\Phi_S/\Phi \simeq 0.37$) mais qui a la contrainte maximale la plus basse est la NT10 (≃650 MPa). On remarque que le comportement est le même que pour les macros éprouvettes (chapitre 3) et mini–éprouvettes (chapitre 5).

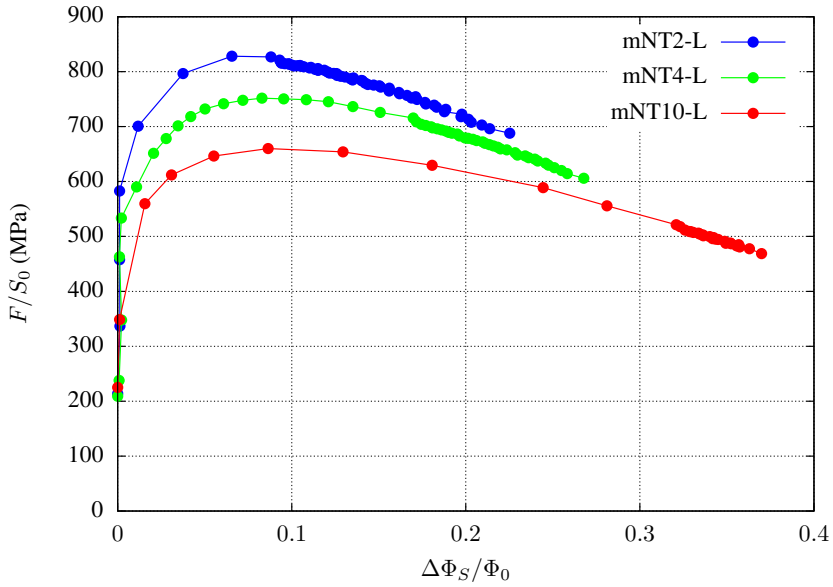


FIGURE 6.11 – Courbe contrainte—striction diamétrale selon S pour un chargement selon L pour des mini–éprouvettes NT10, NT4 et NT2.

La comparaison entre le sens S et le sens perpendiculaire pour chaque type d'éprouvette est représentée dans la figure 6.12. Tout comme les éprouvettes standards, les mini–éprouvettes NT se déforment plus selon S que selon les sens perpendiculaires. Ces résultats nous permettent donc de vérifier que le sens S se déforme plus que les autres sens dans les mini-éprouvettes. Cette observation n'avait pu être faite que pour les macro–éprouvettes (chapitre 3) puisque les

mini-éprouvettes n'avaient été observées que selon le sens S (chapitre 5).

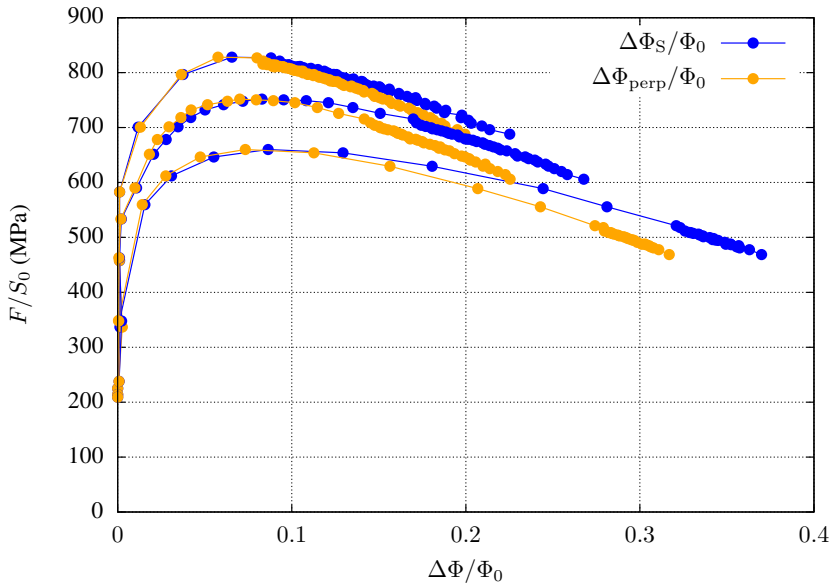


FIGURE 6.12 – Courbe contrainte-striction diamétrale selon S et T pour un chargement selon L en fonction de la triaxialité

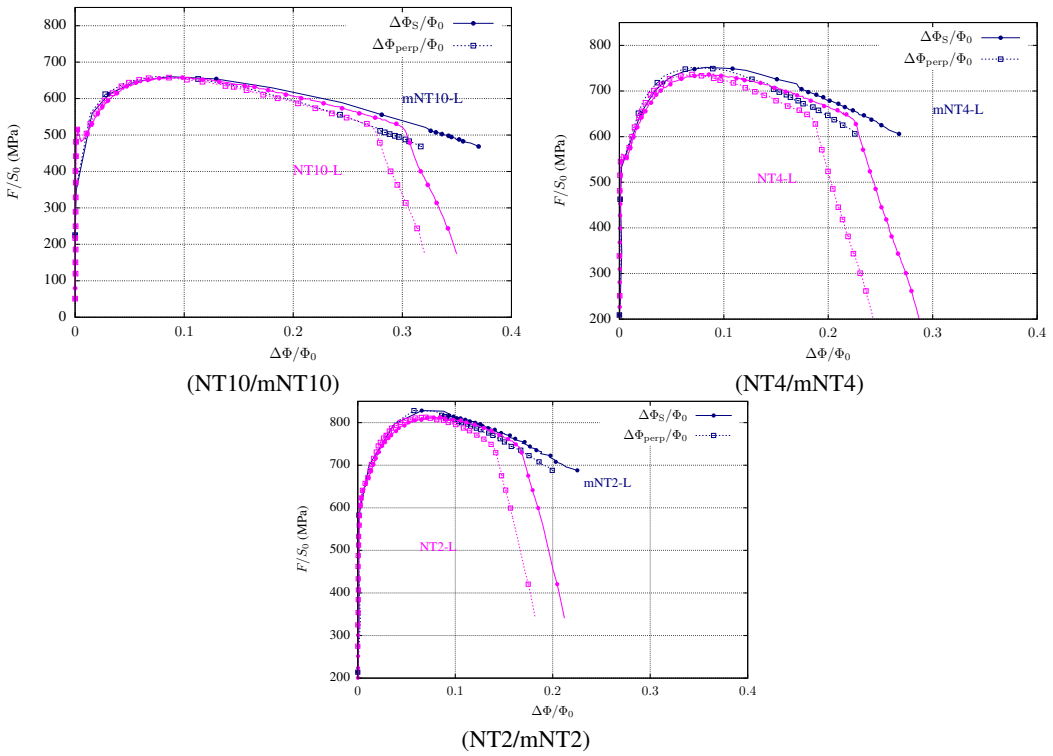


FIGURE 6.13 – Comparaison entre les mNT et les NT standrads

Les graphes dans la figure 6.13 présentent une comparaison entre les mini–éprouvettes et les éprouvettes standards pour les mêmes conditions d'essai (triaxialité, sens de prélèvement,

directions observées). Les mini–éprouvettes semblent un peu plus ductiles que les éprouvettes standards. En plus, ces comparaisons montrent que l'anisotropie des mini–éprouvettes est en accord avec celle observée sur les éprouvettes standards.

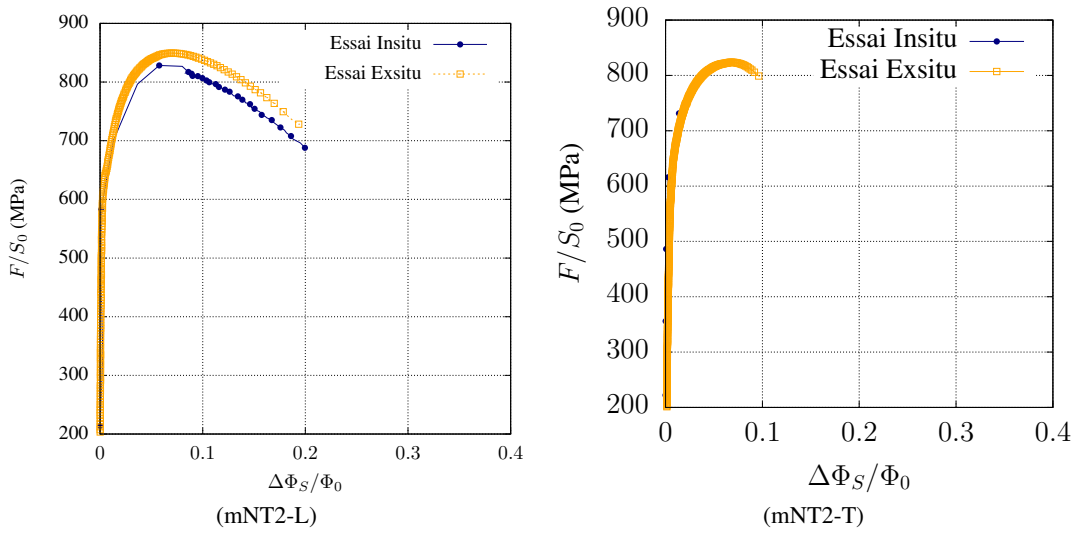


FIGURE 6.14 – Comparaison entre les mNT2 en In-situ et les mNT2 Ex-situ

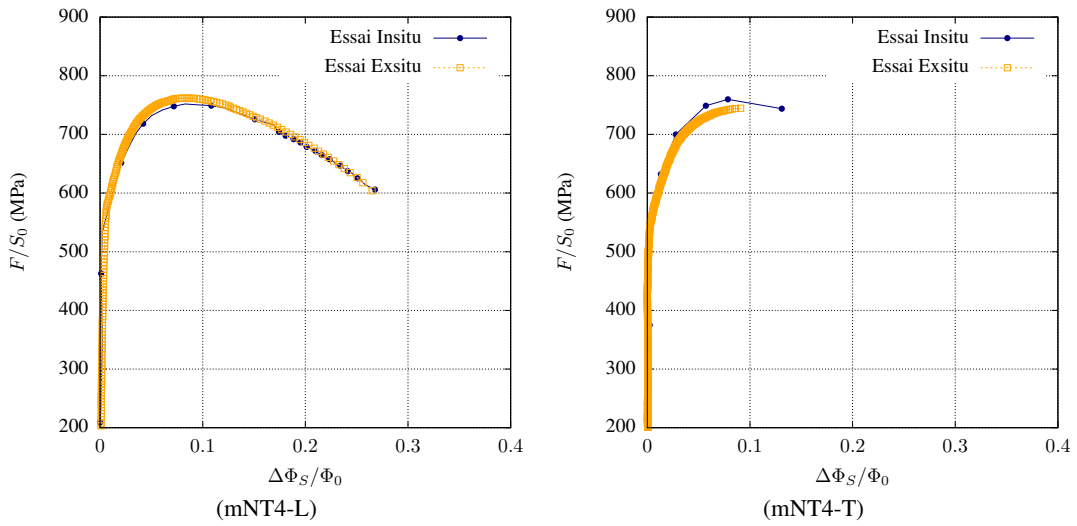


FIGURE 6.15 – Comparaison entre les mNT4 en In-situ et les mNT4 Ex-situ

On compare les essais effectués en tomographie et les essais effectués en laboratoire en terme de ductilité. On constate que la ductilité des éprouvettes prélevées dans la direction L sont identiques.

6.2.2 Étude de l'endommagement

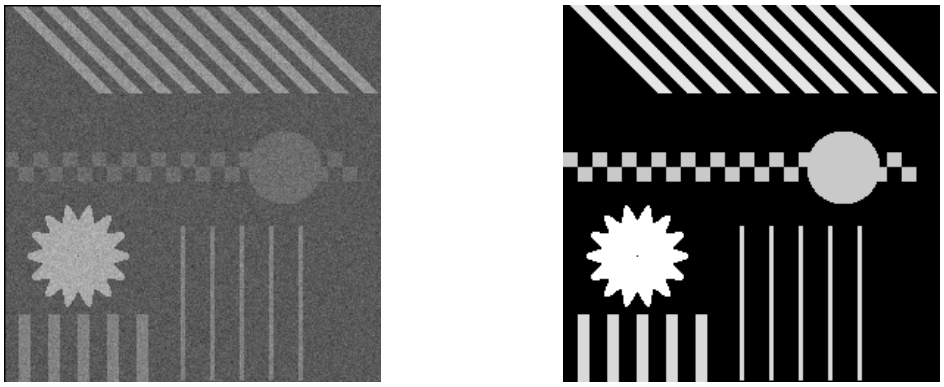
Protocole de l'analyse d'image

Les traitements appliqués sur les acquisitions lors de la reconstruction 3D sont nécessaires pour éliminer les artefacts dus à l'essai. Ce traitement s'avère toutefois être peu efficace pour améliorer la qualité de l'image. Les images sont donc ensuite traitées pendant la phase de reconstruction en 3D avec le logiciel Avizo qui offre une série de filtres. Après avoir testé quelques filtres de ce logiciel, le filtre appelé «non local mean» donne les meilleurs résultats.

Ce filtre est aussi connu sous le nom débruitage par morceaux (patches). C'est une technique de filtrage d'image basée sur un algorithme de réduction de bruit numérique. Par opposition aux autres filtres, cette méthode prend la moyenne de la totalité des valeurs des pixels dans l'image qu'il pondérera en fonction de la ressemblance du pixel ciblé. Ce filtre permet d'optimiser la perte d'information dans l'image comparée aux filtres classiques. Ce filtre, comme tous les autres filtres, génère un bruit. En comparant aux autres filtres comme le filtre de Gauss et le filtre de Wiener, le bruit produit par la méthode «non local mean» est plutôt un bruit blanc. Ce filtre, permet de réparer les pixels bruités afin qu'on puisse avoir une image de meilleure qualité.

Une étape qui suit l'application du filtre est la segmentation de l'image. Cette étape, aussi réalisée avec Avizo, est basée sur la méthode de segmentation par croissance de région. L'algorithme de segmentation par croissance de région (voir figure 6.17 ; cours Antoine Olivier et Shen Danfei, 2000 [1]) est une approche de segmentation d'image en faisant croître chaque région au voisinage d'un pixel de départ.

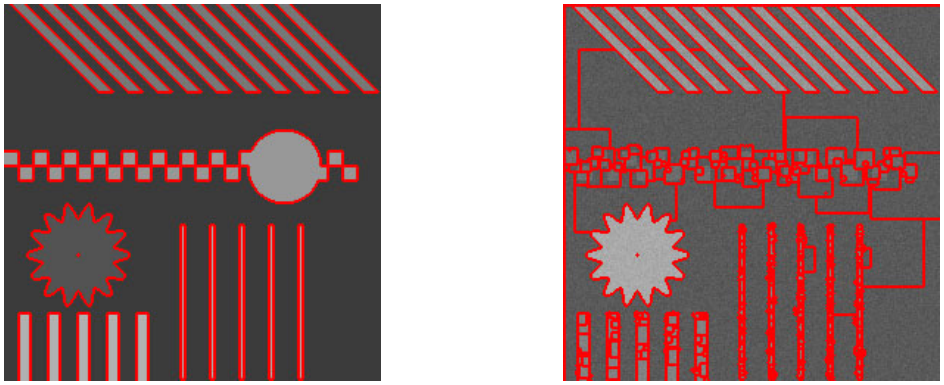
L'agglomération des pixels autour d'un pixel de départ ne doit pas être dépendante du bruit. En effet, la décision d'inclure un pixel à la région repose uniquement sur un critère d'homogénéité défini auparavant et appliqué sur la zone en croissance. Cet algorithme donne des résultats plus ou moins satisfaisants ; tout dépend des filtres appliqués avant la segmentation.



(a) (b)

FIGURE 6.16 – Exemple d'application : (a) image bruitée, (b) image non bruitée

1. http ://www.tsi.enst.fr/pages/enseignement/ressources/mti/croissance/index.html



(a) (b)

FIGURE 6.17 – Application de l'algorithme de croissance par région : (a) image obtenue avec la dynamique limitée à 20, c-à-d on continue à ajouter des pixels dans une région si la différence entre le maximum et le minimum de niveau de gris est inférieure à 20. La segmentation est satisfaisante. (b) Cette image est obtenue avec la dynamique limitée à 40. L'image possède du bruit ; la segmentation n'est plus satisfaisante

Cette méthode, nous permettra de distinguer la matière du vide. On pourra par la suite étudier une projection de dessus afin d'étudier l'avancée de la fissure en «top view». Grâce à cette méthode on a pu également évaluer la croissance des vides dans l'éprouvette au cours de l'essai afin de pouvoir étudier l'endommagement.

Résultats

L'évaluation du vide (endommagement) dans les éprouvettes est fait sur les images segmentées et projetées issues du traitement par Avizo. En effet, on obtient des images en noir et blanc comme le montre la figure 6.19. Les tâches blanches sur l'image représentent le vide. Pour estimer la fraction volumique du vide dans toute la zone utile, on balaye l'éprouvette avec une tranche d'épaisseur dz en partant du centre de l'éprouvette et en allant dans le sens de z croissante. La même démarche est faite dans le sens opposé avec une tranche qui balayera l'éprouvette dans le sens $-z$, figure 6.18 (b). En plus de ce balayage selon l'axe de l'éprouvette porté par la direction z des couronnes qui varient en rayon balayent l'éprouvette en allant du centre jusqu'à la frontière de l'éprouvette selon la direction du rayon r comme le montre la figure 6.18 (a).

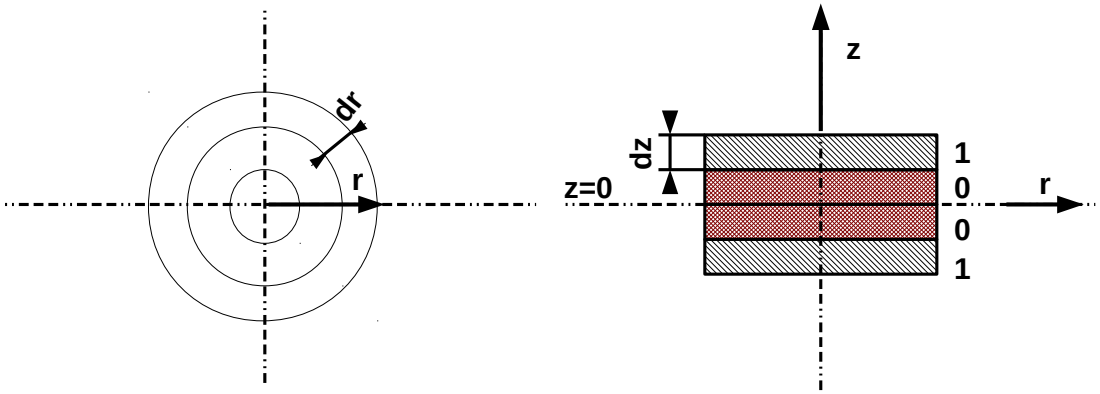
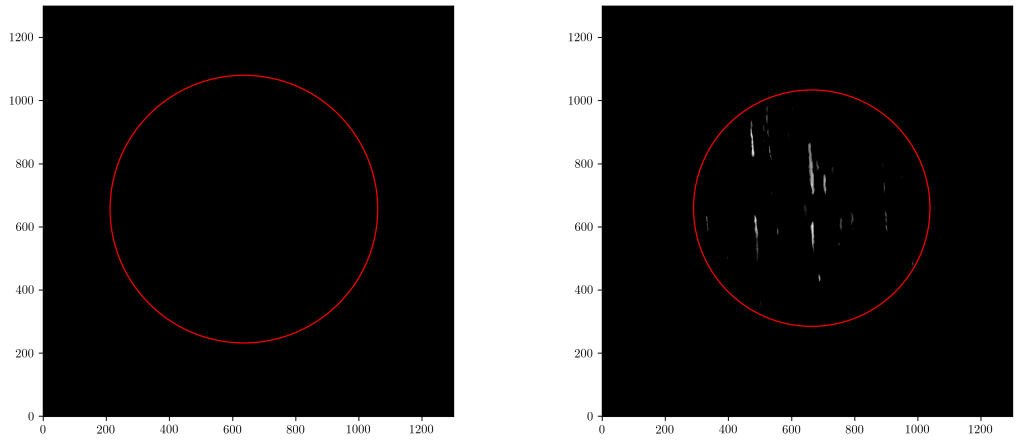


FIGURE 6.18 – Schéma de principe de traitement des reconstructions en 3D des éprouvettes testées en tomographie ; (a) vu de dessus des couronnes d'épaisseur dr qui évoluent en fonction de r ; (b) vu de face des tranches d'épaisseur dz qui évoluent selon z.

La figure 6.19 (a) présente la porosité à l'état initial (éprouvette chargée jusqu'à 200 MPa). Le cercle rouge représente la limite de la zone d'analyse (90% de section équivalente minimale). Les cavités (inclusions MnS) ne sont pas clairement visibles au début du chargement. Avec l'augmentation de la déformatio, plastique, elles deviennent visibles. Ces dernières évoluent et croissent jusqu'à former des fissures à l'intérieur des éprouvettes (figure 6.19 (b)). En effet, l'algorithme superpose, pour chaque dz, les deux tranches (en dz et $-dz$). Ce qu'on peut voir en blanc net correspond à des porosités porosités qui existent dans les deux tranches. En blanc un peu grisâtre sont les porosités qui existent dans une des tranches mais pas dans l'autre.

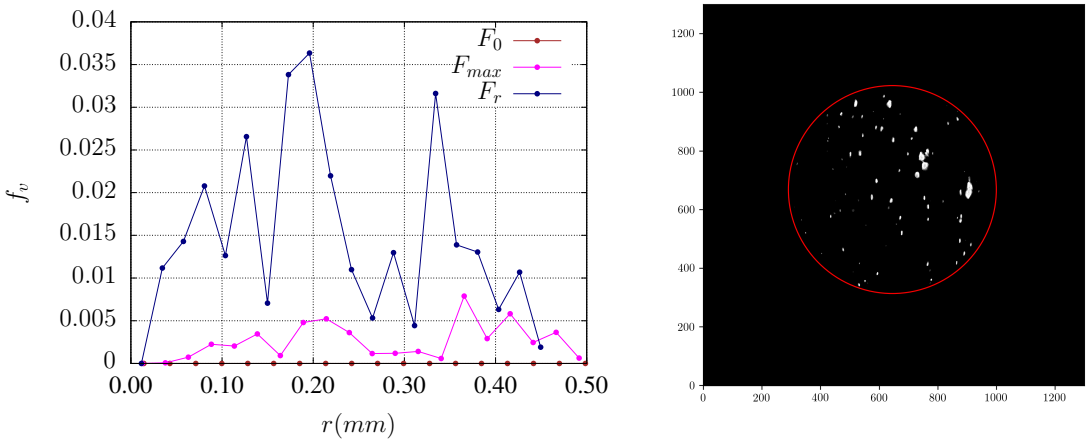


(a) (b)

FIGURE 6.19 – Exemple d'application sur une éprouvette NT4 : (a) porosité à l'état initial, (b) porosité à une étape avancée de l'essai, le cercle rouge délimite le contour cylindrique des couronnes d'analyse (90% de section équivalente minimale).

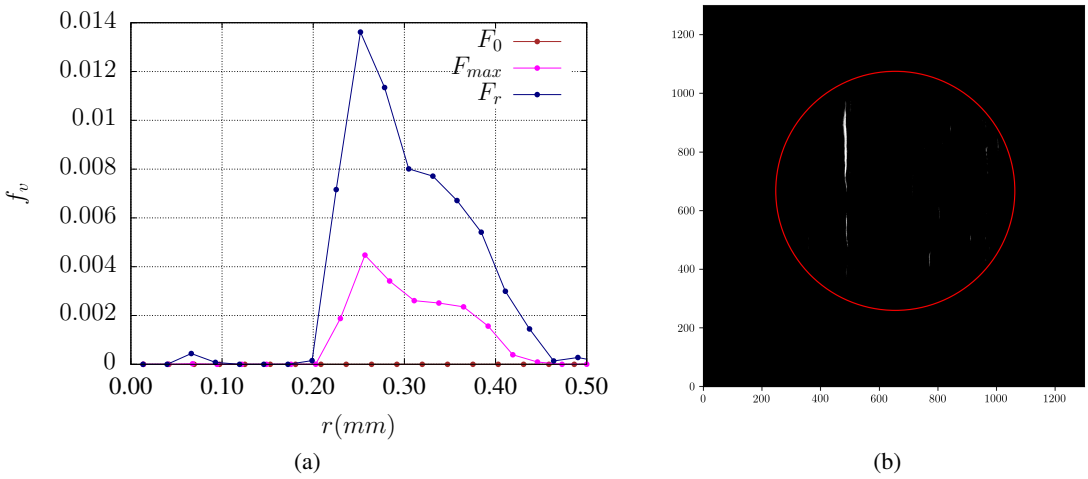
Ces opérations sont faites pour chaque acquisition en tomographie reconstruite en 3D. Cette analyse de l'endommagement permet de calculer une fraction volumique du vide au cours de l'essai pour chaque éprouvette qu'on pourra lier au chargement appliqué. En plus, cette étude permettra de comparer l'évolution de l'endommagement en fonction de la triaxialité en

comparant l'évolution de cette dernière pour chaque type d'éprouvette étudiée. Les figures suivantes montrent l'évolution des vides en fonction du niveau de la charge appliquée pour les tranches en voisinage de $z = 0$. Les analyses montrent que, initialement, les éprouvettes contiennent un certain taux de porosité. Notons que pour les graphes qui suivent, la référence est prise au démarrage de l'acquisition des scans en continu (chargement égal à 300 N). Ce taux varie en fonction du chargement appliqué. En effet, on peut voir que le taux de porosité atteint à peu près 0,5% aux alentours de la charge maximale pour les mNT2-T, mNT2-L, mNT4-L. La localisation du maximum de porosité le long du rayon n'est pas forcément située au centre de l'éprouvette. Notons que la méthodologie employée implique un volume très petit d'analyse au centre, ce volume dépend du rayon et il n'est pas constant au cours du chargement (plus la section diminue, plus dr diminue). Le taux de vide final avant la rupture varie fortement d'une éprouvette à une autre. Il est en générale entre 1.5% et 3.5% pour les éprouvettes précédemment mentionnées. Une seule exception est celle du cas de la mNT4-L (figure) où le taux de porosité juste avant la rupture atteint 20%. Cela est dû à la présence d'une porosité assez grande à proximité immédiate du centre le l'éprouvette.



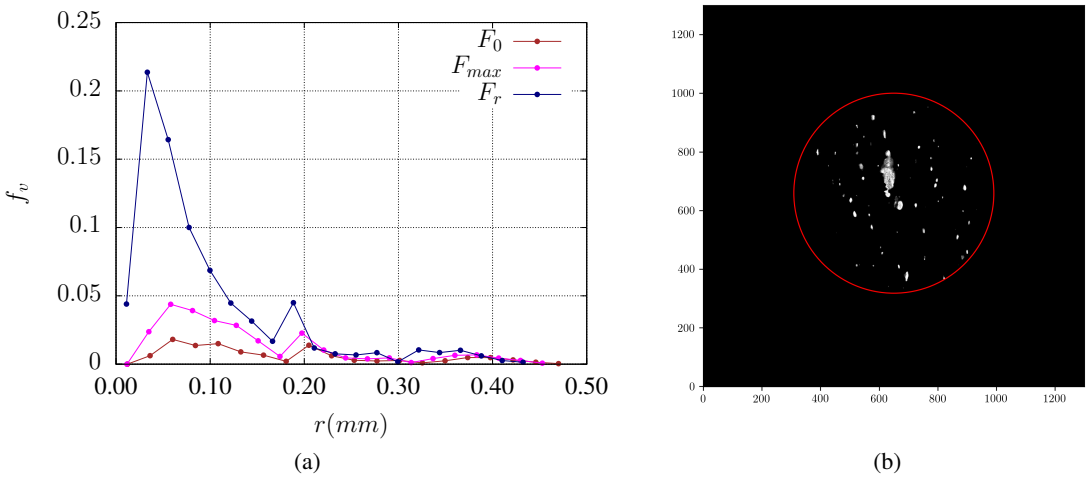
(a) (b)

FIGURE 6.20 – (a) Évolution de la porosité en fonction du niveau de chargement pour une mNT2 selon L ; (b) map de la porosité à F_r



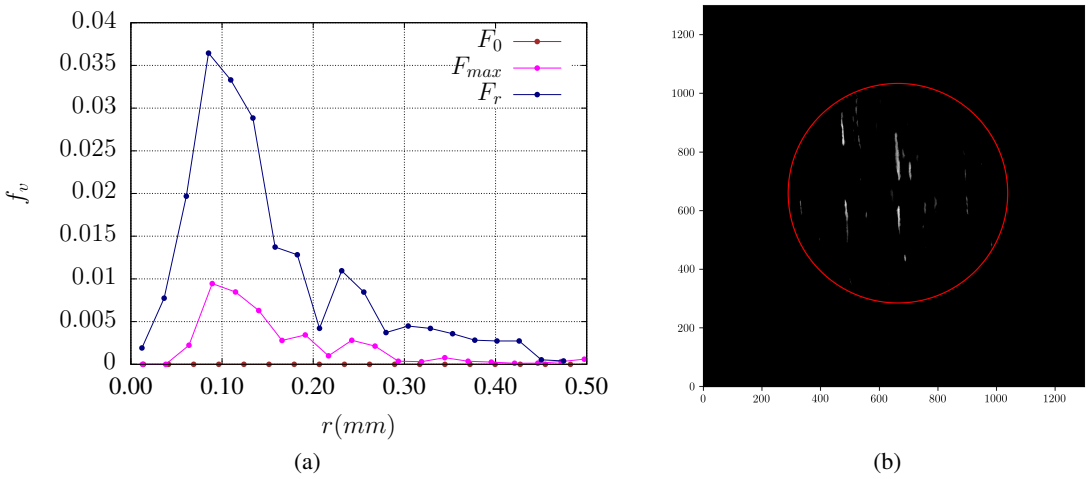
(a) (b)

FIGURE 6.21 – (a) Évolution de la porosité en fonction du niveau de chargement pour une mNT2 selon T ; (b) map de la porosité à F_r



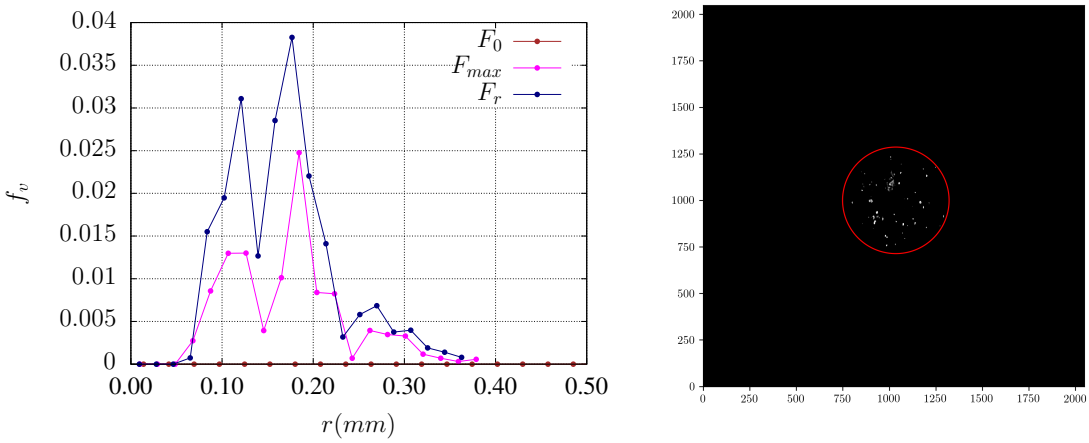
(a) (b)

FIGURE 6.22 – (a) Évolution de la porosité en fonction du niveau de chargement pour une mNT4 selon L ; (b) map de la porosité à F_r



(a) (b)

FIGURE 6.23 – (a) Évolution de la porosité en fonction du niveau de chargement pour une mNT4 selon T ; (b) map de la porosité à F_r



(a) (b)

FIGURE 6.24 – Évolution de la porosité en fonction du niveau de chargement d'une mNT10 chargé selon L

6.3 Essais In-situ sur mini–éprouvettes SENT (mSENT)

Les essais en tomographie ont été réalisés sur deux éprouvettes : mSENT selon LT (E107) et mSENT selon TL (E104). Ces éprouvettes ont été pré–fissurées selon la méthodologie décrite dans l'annexe A. Le traitement des résultats bruts de ces essais est passé par les mêmes étapes de filtrage présentées précédemment. L'exploitation des données permet d'analyser le comportement mécanique au travers de l'extraction de diverses quantités locales importantes. Dans le cadre de cette étude nous nous sommes limités aux mesures suivantes : l'ouverture de

la fissure sur le bord de l'éprouvette CMOD, l'avancée de fissure a, l'évolution de la métrologie de la section minimale S le long de l'avancée de la fissure. Nous avons en outre appliqué les formules de la norme pour calculer directement par la formule incrémentale la courbe $J - \Delta a$. Enfin, une analyse descriptive de l'endommagement est réalisée ici de manière sommaire.

6.3.1 Métrologie initiale des éprouvettes

Le scan de référence à charge nulle permet de mesurer de manière très précise la géométrie des éprouvettes testées. La figure 6.25 illustre la méthodologie pour mesurer les quantités B_0 et W_0 sur les sections de référence de l'éprouvette (loin de la zone entaillée et fissurée). Dans cet exemple, l'éprouvette est alignée pour faire correspondre le plan TS avec les axes de l'image. Pour chaque section de référence (i), on peut déduire des profils figure 6.25 (b) les dimensions B_0^i et W_0^i. Une moyenne est alors déduite sur 300 coupes de référence.

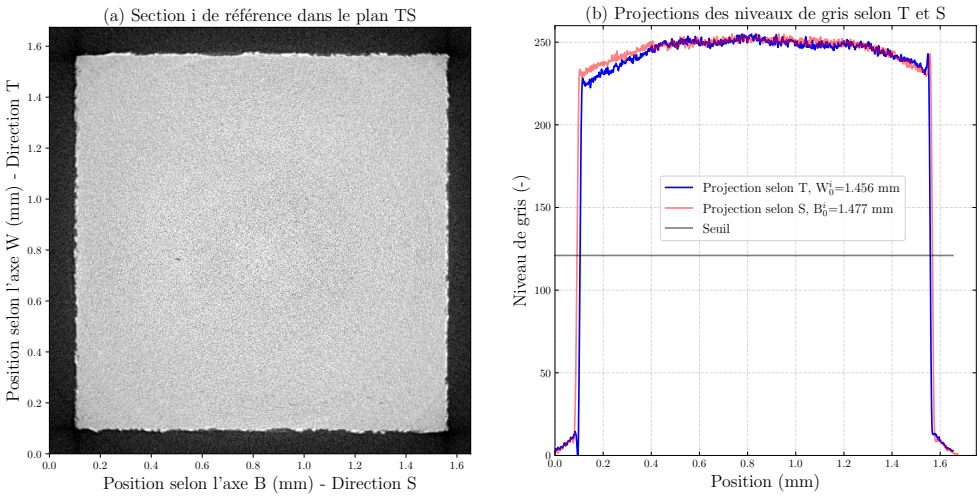


FIGURE 6.25 – Éprouvette mSENT tirée dans la direction LT (E107) : (a) Coupe de référence dans le plan TS, (b) Profils des niveaux de gris selon T et S de la somme des niveaux de gris dans la direction perpendiculaire.

De la même manière, l'exploitation des coupes selon le plan LT permet de mesurer l'ouverture initiale de la fissure CMOD_0 comme illustré sur la figure 6.26. Sur la zone délimitée par les pointillés bleu (figure 6.26 (a)), on peut déduire un profil de niveaux de gris moyen sur la direction T, figure 6.26 (b), qui permet de mesurer par seuillage l'ouverture CMOD_0^i. Une moyenne est alors déduite sur 800 coupes de référence centrées sur le plan moyen de l'éprouvette sans prise en compte des entailles latérales.

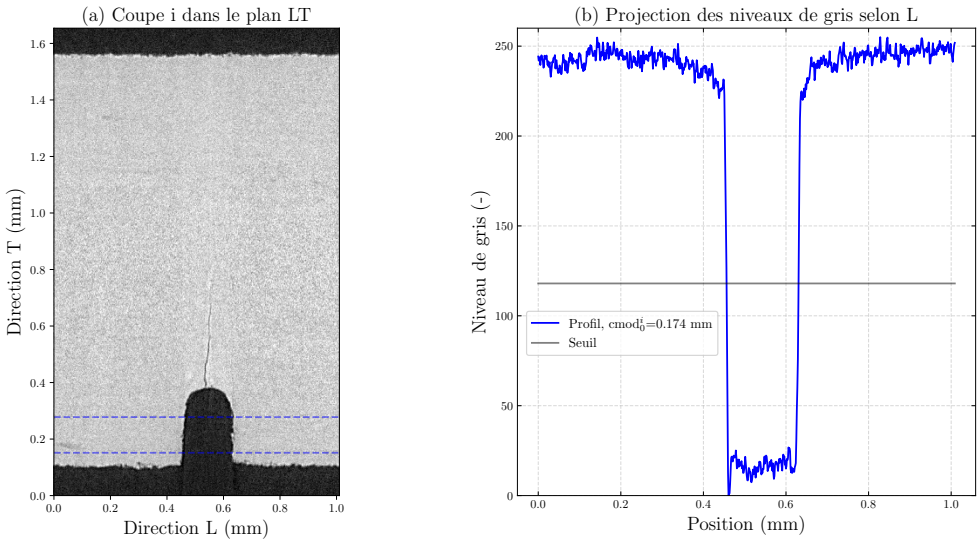


FIGURE 6.26 – Éprouvette mSENT tirée dans la direction LT (E107) : (a) Coupe de référence dans le plan LT, (b) Profil moyen (dans la direction T) des niveaux de gris selon L.

Enfin, l'exploitation des coupes selon le plan LS permet de mesurer la largeur minimale B_{n0} proche du plan de propagation de la fissure comme illustré sur la figure 6.27. La figure 6.27 (a) permet de localiser la section minimale B_n qui est alors directement exploitée comme illustré figure 6.27 (b) pour mesurer par seuillage la largeur B_{n0}.

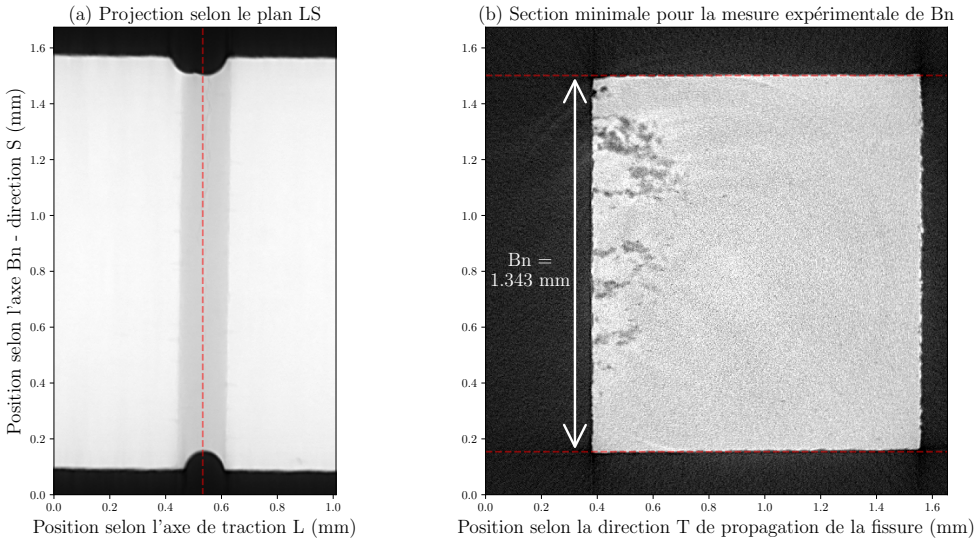


FIGURE 6.27 – Éprouvette mSENT tirée dans la direction LT (E107) : (a) Projections de 40 coupes dans le plan LS pour identification de la section minimale en pointillée rouge, (b) Section minimale dans le plan TS pour la mesure de B_n.

L'ensemble des données métrologiques pour les deux éprouvettes est résumé sur le tableau 6.1. A noter que l'avancée de la fissure n'est pas mesurée à ce stade, elle fait l'objet de la partie qui suit où l'on l'exploite la métrologie des éprouvettes au cours de la traction continue.

TABLE 6.1 – Métrologie des éprouvettes mSENT testées en tomographie X

Identifiant	B_0 (mm)	W_0 (mm)	B_{n0} (mm)	$CMOD_0$ (mm)
mSENT_LT_E107	1.477	1.452	1.343	0.173
mSENT_TL_E104	1.437	1.456	1.330	0.175

6.3.2 Analyses des mécanismes de rupture pour différents états caractéristiques

La figure 6.28 montre les courbes charge—déplacement des essais *in-situ* sur mSENT pour les deux éprouvettes testées. Les scans sont réalisés en continu comme indiqué à la section 6.1 : 55 scans ont été analysés pour la direction LT et 66 scans pour la direction TL. Nous avons choisi quelques points remarquables pour décrire et comparer nos essais une fois le maximum de la force passé : $F_{\max}$, 90% $F_{\max}$, 80% $F_{\max}$ et 70% $F_{\max}$ lorsque cela est possible. Notons que durant chaque scan, la vitesse de traction est réduite, ce qui implique une légère relaxation de la force durant l'acquisition.

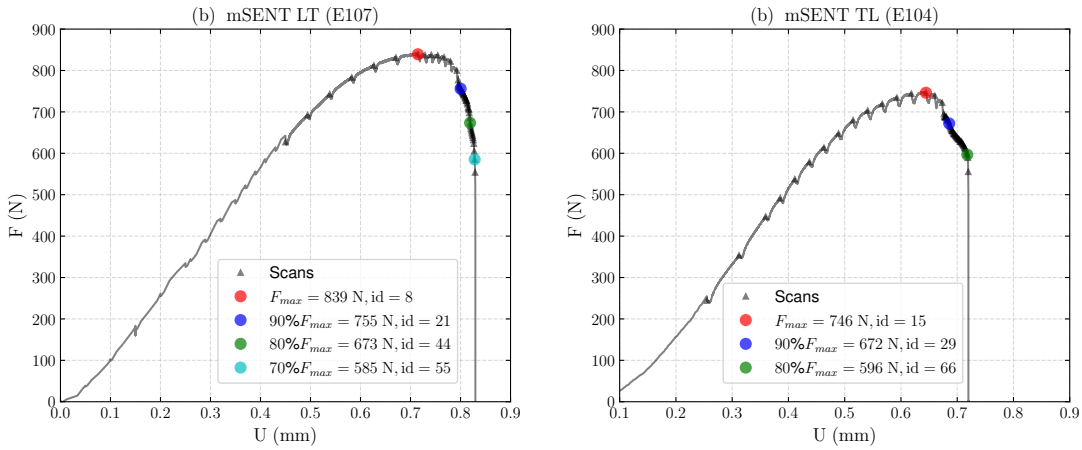


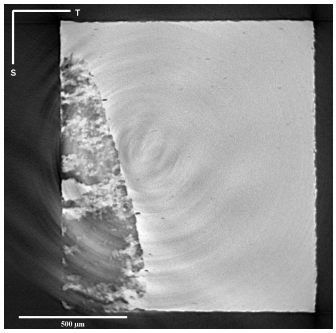
FIGURE 6.28 – Courbes charge—déplacement des essais *in-situ* sur mSENT : (a) éprouvette E107 chargée selon LT, (b) éprouvette E104 chargée selon TL. Les marques △ correspondent aux scans tomographiques pendant la traction continue (55 scans pour la direction LT, 66 scans pour la direction TL). Les marques • correspondent à l'analyse des scans respectivement à • $F_{\max}$, • 90% $F_{\max}$, • 80% $F_{\max}$ et • 70% $F_{\max}$.

La figure 6.29 montre les coupes tomographiques sur les états de références des deux éprouvettes testées. La pré–fissure à l'état initial non-chargé n'est pas assez ouverte pour être bien visible sur le plan de section minimale de propagation de la fissure. Elle semble être mieux visible (figure 6.29 (c) et (d)) sur une coupe orientée selon le plan du chargement et de la propagation de la fissure (LT pour E107 et TL pour E104). On peut constater une dissymétrie de la longueur de la pré–fissure entre les deux bords extérieurs pour les deux éprouvettes. L'éprouvette E107 présente une pré–fissure plus ouverte à l'état de référence.

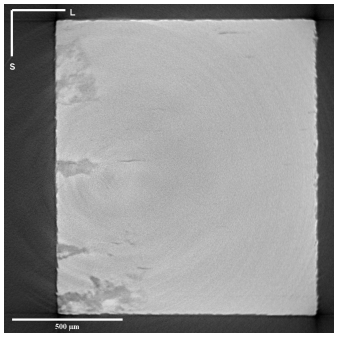
Pour mieux comprendre les différentes phases d'évolution de la fissuration, nous avons représenté sur les figures 6.30 à 6.33 les coupes tomographiques correspondent aux scans respectivement à • $F_{\max}$, • 90% $F_{\max}$, • 80% $F_{\max}$ et • 70% $F_{\max}$. A l'état • $F_{\max}$, on observe clairement l'émoussement de la fissure. Une légère fissuration est visible pour l'éprouvette LT (figure 6.30 (c)) alors que l'éprouvette TL présente déjà une fissuration avancée (figure 6.30 (d)). Dans le plan de propagation de la fissure (figures 6.30 (a) (b)), la croissance des cavités est bien visible, plus marquée du côté de la plus grande avancée de la fissure. On observe particulièrement pour l'éprouvette TL (E104) des alignements dans la direction L dans la plan

de propagation (figure 6.30 (b)). A mesure que la fissure croît, on observe une symétrisation du front de fissure avec une croissance des cavités qui se généralise. Les alignements de cavités selon la direction L apparaissent de plus en plus clairement dans le plan de chargement LT de l'éprouvette mSENT E107 (coupes figures 6.31 (c) et 6.32 (c)) mais également dans le plan perpendiculaire au chargement de l'éprouvette mSENT TL E104 (coupes TS et TL, figures 6.31 (b) (d) et 6.32 (b) (d)). Pour l'éprouvette LT, on note que malgré la présence des alignements dans la direction perpendiculaire au chargement, la fissure se progage en mode I perpendiculairement selon la direction T en coupant ces alignements. Des petites déviations sont cependant observées sur le trajet de fissuration principal, ceci est bien visible pour le chargement à • 70% $F_{\max}$ figure 6.33 (b).

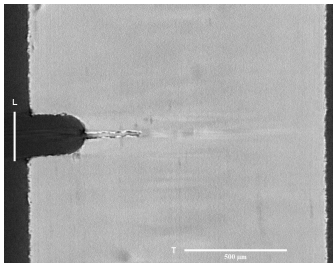
A l'aide du logiciel Avizo, on a pu, après diverses opérations de segmentation, isoler les cavités de la matrice pour l'ensemble des volumes étudiés. Une visualisation 3D pour l'éprouvette LT E107, figure 6.34, a été réalisée pour mettre en évidence ces cavités où l'on distingue clairement les alignements dans la direction de laminage L. Aussi, on observe une large déformation de la zone délimitée par les entailles latérales dans laquelle se propage la fissure principale. Notons que l'endommagement diffuse au delà cette zone même s'il est majoritairement cantonné à celle-ci.



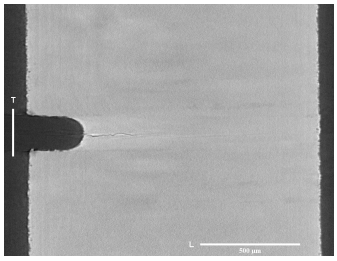
(a) Coupe LS de la section minimale (mSENT E107)



(b) Coupe TS de la section minimale (mSENT E104)

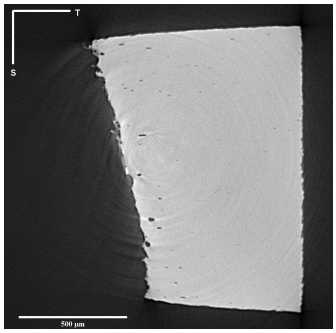


(c) Coupe LT à mi-section (mSENT E107)

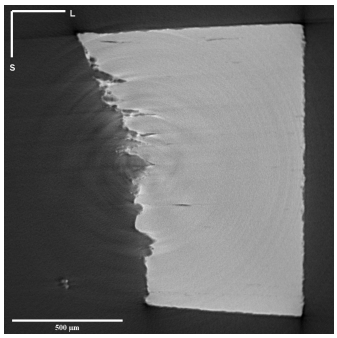


(d) Coupe TL à mi-section (mSENT E104)

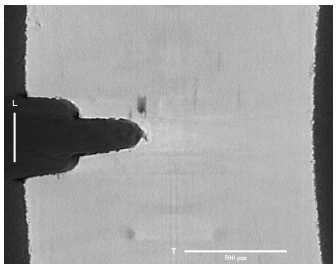
FIGURE 6.29 – État de référence des éprouvettes mSENT LT (E107) et TL (E104) : Coupes tomographiques sur 2 plans caractéristiques.



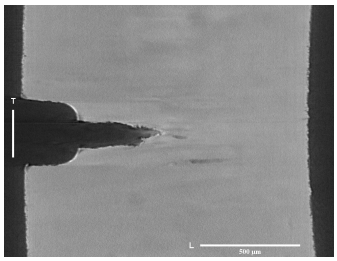
(a) Coupe LS de la section minimale (mSENT E107)



(b) Coupe TS de la section minimale (mSENT E104)

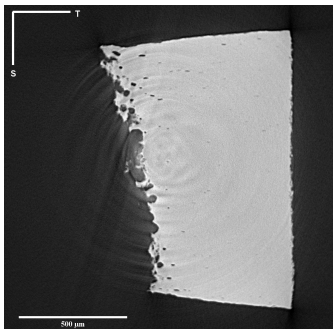


(c) Coupe LT à mi-section (mSENT E107)

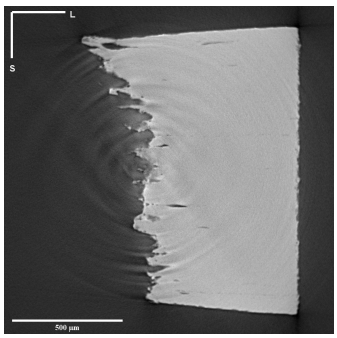


(d) Coupe TL à mi-section (mSENT E104)

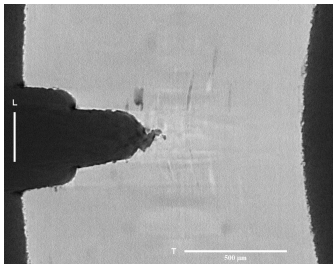
FIGURE 6.30 – État à force • $F_{\max}$ des éprouvettes mSENT LT (E107) et TL (E104) : Coupes tomographiques sur 2 plans caractéristiques.



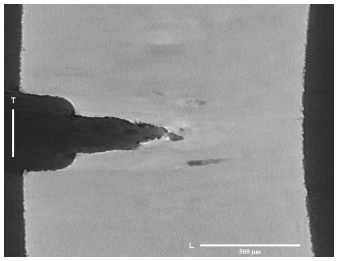
(a) Coupe LS de la section minimale (mSENT E107)



(b) Coupe TS de la section minimale (mSENT E104)

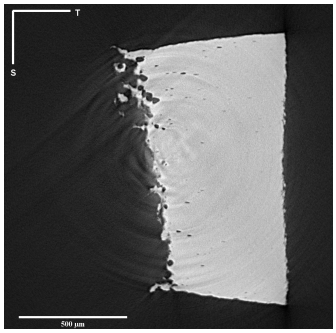


(c) Coupe LT à mi-section (mSENT E107)

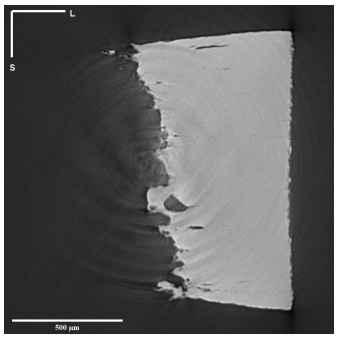


(d) Coupe TL à mi-section (mSENT E104)

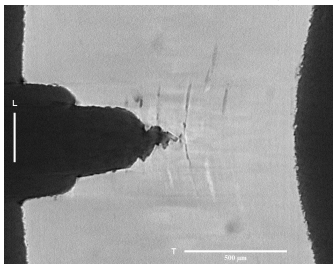
FIGURE 6.31 – État à force • 90% $F_{\max}$ des éprouvettes mSENT LT (E107) et TL (E104) : Coupes tomographiques sur 2 plans caractéristiques.



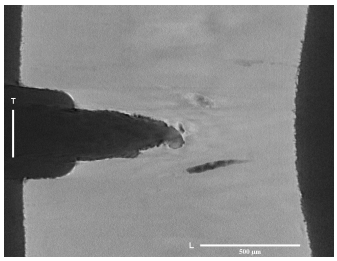
(a) Coupe LS de la section minimale (mSENT E107)



(b) Coupe TS de la section minimale (mSENT E104)

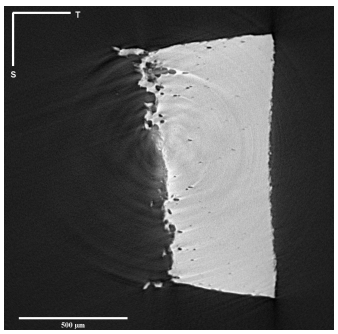


(c) Coupe LT à mi-section (mSENT E107)

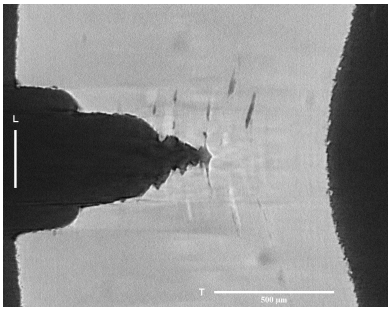


(d) Coupe TL à mi-section (mSENT E104)

FIGURE 6.32 – État à force • $80\%F_{\max}$ des éprouvettes mSENT LT (E107) et TL (E104) : Coupes tomographiques sur 2 plans caractéristiques.

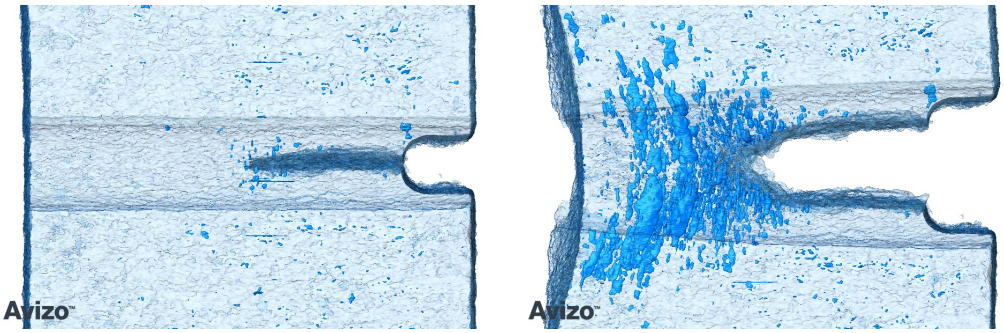


(a) Coupe LS de la section minimale (mSENT E107)



(b) Coupe LT à mi-section (mSENT E107)

FIGURE 6.33 – État à force • $70\%F_{\max}$ de l'éprouvette mSENT LT (E107) : Coupes tomographiques sur 2 plans caractéristiques.



(a) Vue LT état de référence (b) Vue LT état • 80%$F_{\max}$

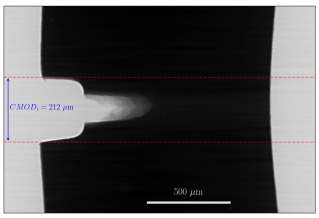
FIGURE 6.34 – Visualisation de l'endommagement de l'éprouvette mSENT LT (E107) à l'état • 80%$F_{\max}$ comparativement à l'état de référence.

6.3.3 Mesures de grandeurs locales caractéristiques

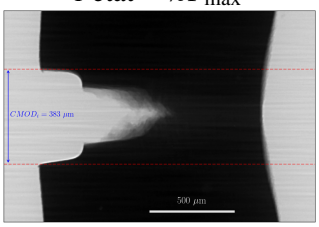
L'exploitation conjointe des radiographies et des images tomographiques permet de remonter à certaines mesures locales caractéristiques importantes pour la caractérisation directe du comportement mécanique en cours de propagation de la fissuration. Dans le cadre de cette étude, nous nous sommes limités à extraire les grandeurs suivantes : l'ouverture de la fissure sur le bord de l'éprouvette CMOD, l'avancée de fissure a, l'évolution de la métrologie de la section minimale S le long de l'avancée de la fissure ainsi que l'évolution d'une section de référence.

Mesures du CMOD

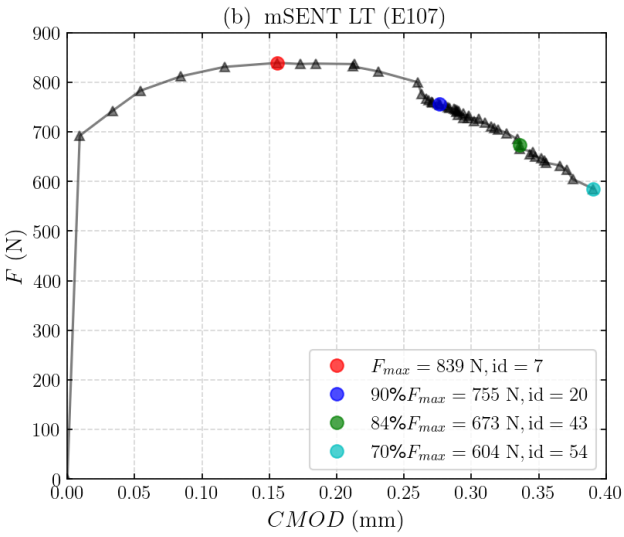
Pour chaque scan tomographique, on identifie la radiographie orientée dans le plan de chargement et de propagation de la fissure (LT pour l'éprouvette mSENT E107 et TL pour l'éprouvette mSENT E104). L'image permet de distinguer clairement les contours de l'éprouvette. Le profil de l'intégrale du signal selon l'axe de propagation de la fissure permet d'extraire par seuillage la mesure du CMOD comme illustré sur les figures 6.35 (a) et (b) pour l'éprouvettes LT E107 (pour deux états caractéristiques). La figure 6.35 (c) montre la courbe Force–CMOD comme suite aux traitements de toutes les radiographies pour l'éprouvette LT. Notons que la valeur de référence du CMOD_0 correspond à la valeur de l'ouverture de l'entaille à l'état de référence, la courbe Force–CMOD partant d'une valeur initiale nulle avant chargement.



(a) Radiographie dans le plan LT à l'état • $\%F_{\max}$



(b) Radiographie dans le plan LT à l'état • $80\%F_{\max}$



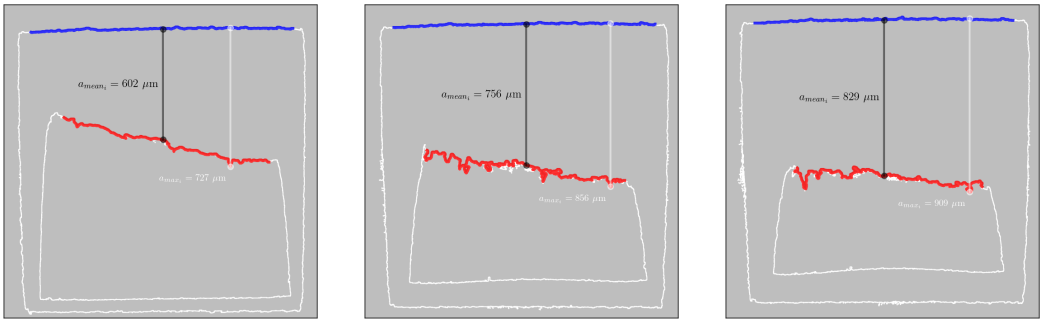
(c) Courbe Force–CMOD (mSENT E107)

FIGURE 6.35 – Mesures du CMOD à partir des radiographies dans le plan LT.

Mesures dans le plan de propagation de la fissure

L'analyse en coupe dans le plan de la fissure (et perpendiculaire au chargement) est exploitée comme illustré sur les figures 6.36 (a) à (c). Les contours de la section portante de l'éprouvette sont représentés comparativement à une section de référence issue de la mesure du CMOD (ligne en tiret rouge de la figure 6.35 (a)). Le front de fissure étant représenté par la ligne rouge, une mesure de la longueur de fissure moyenne est calculée en référence à la ligne bleu du bord de l'éprouvette (figure 6.36). À la force • $F_{\max}$, le front de fissure est bien apparent et asymétrique. A mesure que la fissure avance, le front se symétrise comme illustré pour les états à • $80\%F_{\max}$ et à • $70\%F_{\max}$ (figures 6.36 (b) et (c)) pour l'éprouvette LT E107.

En outre, ces images montrent une déformation importante de la section minimale, la section de référence semble beaucoup moins déformée. Grâce à ces images, un suivi quantitatif a pu être réalisé en cours de traction pour les deux essais. La figure 6.37-(a) montre l'évolution des surfaces en cours d'essais. La surface de référence reste assez faiblement déformée (moins de 1% de réduction) ; l'éprouvette LT se déforme cependant beaucoup plus. La surface de propagation se réduit énormément (plus 50% de réduction pour les deux conditions LT et TL). Après la force • $F_{\max}$, les deux éprouvettes semblent évoluer de la même manière. Ceci n'est pas le cas au début de l'essai. La réduction de section portante de l'éprouvette LT est beaucoup plus faible avant, ce qui semble confirmer l'émoussement important avant fissuration. On note près de 15% de réduction de section à • $F_{\max}$ pour LT et du double pour l'éprouvette TL. Cette dernière semble très vite être influencée par la propagation d'une fissure bien avant la force • $F_{\max}$. L'évolution de la largeur minimale moyenne B_n, figure 6.36-(b), confirme ce constat puisqu'on observe une superpostion des courbes entre LT et TL. La différence de réduction de section est liée essentiellement à l'évolution de la fissuration différente entre les deux configurations.



(a) État à • F_{max} (b) État à • 80%F_{max} (c) État à • 70%F_{max}

FIGURE 6.36 – Avancées de la fissure pour différents états de fissuration pour l'éprouvette mSENT LT (E107) comparativement à l'état de référence.

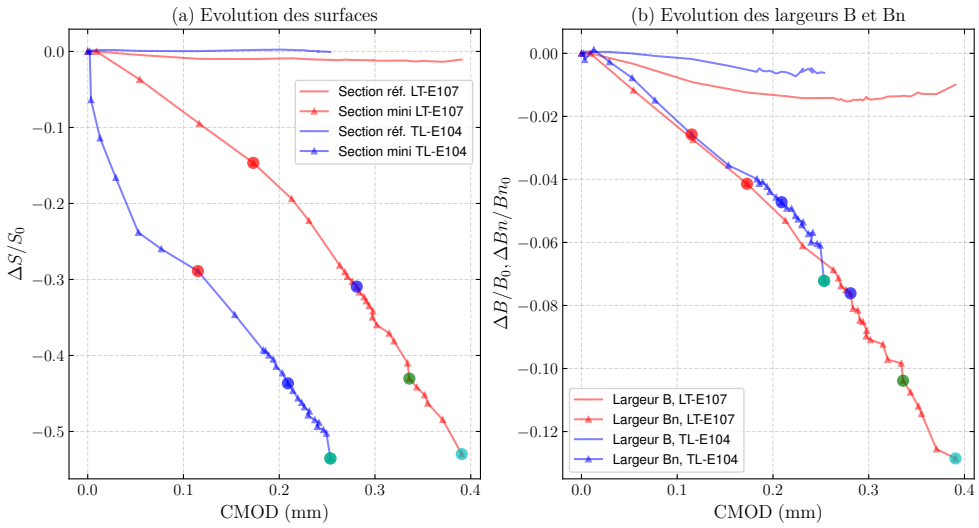


FIGURE 6.37 – Évolution de surfaces et des largeurs dans le plan de propagation de fissuration en comparaison aux sections de référence.

6.3.4 Résistance à la propagation de fissures

L'accés aux mesures directes du CMOD et de l'avancée de fissure Δa est appliquée pour évaluer le comportement en cours de propagation des éprouvettes mSENT. Nous avons appliqué les formules de la norme ASTM 1820 pour calculer directement par la formule incrémentale la courbe $J - \Delta a$. La figure 6.38-(a) montre l'évolution des courbes Force–CMOD pour les deux configurations. La comparaison confirme le constat fait sur les images, une plus grande ouverture de l'éprouvette LT à charge • F_{max}. L'énergie de résistance à la propagation $J - \Delta a$ pour les deux configrations confirme l'anisotropie de rupture observée sur les éprouvettes mDCT. On note évidemment que les avancées de fissures observées sont limitées, environ $\Delta a = 300\ \mu$m au maximum. Pour LT, par exemple, on passe de $a/W = 0.37$ à l'état initial à $a/W = 0.57$ avant d'atteindre la charge atteinte au dernier scan. Cette limitation est intrinsèque à la géométrie de l'éprouvette ; elle pourrait être augmentée en ayant un rapport $W/B = 2$ (ce rapport est de 1 pour les éprouvettes étudiées). Pour l'éprouvette LT, on peut comparer la courbe $J - \Delta a$ obtenue à celle issue des éprouvettes SENT standards. Les courbes

semblent être comparables sur la gamme de comparaison même si on est un peu au dessus pour les mini-éprouvettes. L'avancée de fissure des mSENT ne permet pas d'extraire une valeur conventionnelle $J_{0.2}$.

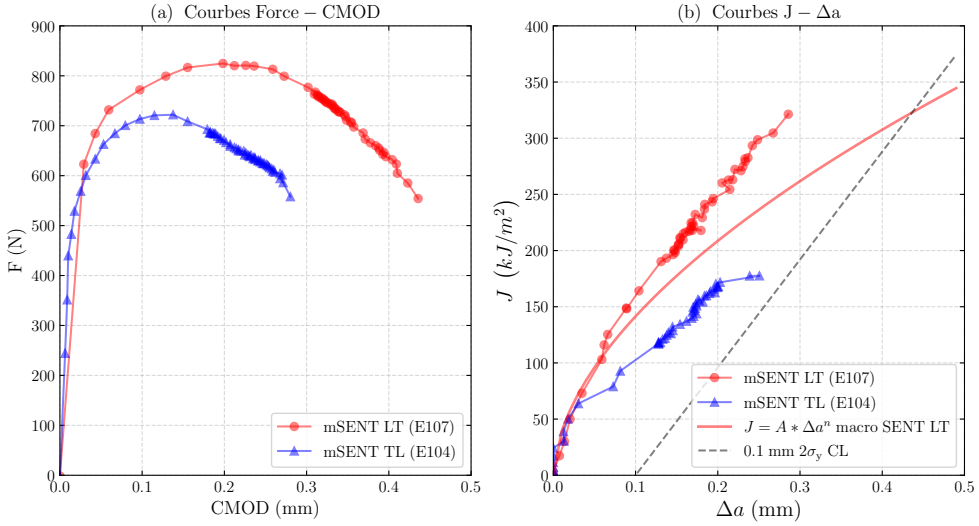


FIGURE 6.38 – Comparaison des configurations LT/TL (a) des courbes Force–CMOD et (b) des courbes de propagation de fissure.

6.3.5 Conclusion

Cette étude a été réalisée à synchrotron Soleil. Les acquisitions de la tomographie nous ont permis d'observer la réduction diamétrale des mini-éprouvettes pendant l'essai. Cette étape est importante pour pouvoir mieux comprendre la mécanique à l'échelle des mini-éprouvettes. On a constaté que l'anisotropie est aussi présente à cette échelle. La comparaison avec les macro-éprouvettes montre une différence au niveau de la ductilité. Il s'avère que les mini-éprouvettes sont plus ductiles que les macro-éprouvettes. Les observations en MEB révèlent une surface de rupture différente entre les macro et les mini-éprouvettes. En effet, en réduisant la taille des éprouvettes, la rupture en cup-cone disparait. Grâce à ces mini-éprouvettes, on a pu caractériser le sens S (sens de l'épaisseur). Finalement, ces essais *in-situ* nous ont permis de comprendre l'évolution de l'endommagement dans les éprouvettes de taille réduite pendant un essai de traction. La variation de la géométrie de ces éprouvettes nous permet dans cette étude de lier l'évolution de l'endommagement à la triaxialité.

Les essais en tomographie sur mSENT selon LT (E107) et mSENT selon TL (E104) ont permis d'appréhender les mécanismes de rupture en présence d'une pré–fissure de fatigue. Une métrologie fine des éprouvettes a été réalisée pour chaque essai à l'aide du scan initial. La résolution limitée des scans et la faible ouverture de la fissure à l'état initial limitent la définition initiale du front de fissure. L'anisotropie de rupture est clairement mise en évidence et induite par les alignements des cavités dans la direction de laminage L. L'exploitation conjointe des radiographies et des images tomographiques a permis de mesurer certaines grandeurs caractéristiques locales : l'ouverture de la fissure sur le bord de l'éprouvette CMOD, l'avancée de fissure a, l'évolution de la métrologie de la section minimale S le long de l'avancée de la fissure ainsi que l'évolution d'une section de référence. On observe une plus grande ouverture ainsi qu'un plus grand émoussement pour la configuration mSENT LT. On observe également que la surface de propagation se réduit énormément pour atteindre plus de 50% de réduction pour les deux conditions avant rupture finale. Le suivi de la largeur minimale moyenne B_n montre qu'on atteint de grands niveaux de déformation, ce qui confirme une plasticité généralisée en cours de propagation, limitée bien évidemment par la présence des entailles latérales.

Nous avons appliquée les formules de la norme ASTM 1820 pour calculer directement par la formule incrémentale la courbe $J - \Delta a$. L'énergie de résistance à la propagation $J - \Delta a$ pour les deux configurations confirme l'anisotropie de rupture observée sur les éprouvettes mDCT. On note évidemment que les avancées de fissures observées sont limitées, environ $\Delta a = 300\ \mu\text{m}$ au maximum. Cette limitation est intrinsèque à la géométrie de l'éprouvette, elle pourrait être augmentée en ayant un rapport $W/B = 2$. Pour l'éprouvette LT, on a pu comparer la courbe $J - \Delta a$ obtenue à celle issue des éprouvettes SENT standards. Les courbes semblent être comparables sur la gamme de comparaison même si on est un peu au dessus pour les mini-éprouvettes.

Chapitre 7

Modélisation du comportement élastoplastique

Une base de donnée sur des essais standards a été établie dont les résultats serviront pour modéliser le matériaux. En effet, cette étape est un passage nécessaire pour réduire tous les résultats expérimentaux en une seule série d'équations mathématiques appelée «loi de comportement». Cette équation, prend en compte des propriétés mécaniques du matériau dans une formulation maitresse traduisant le comportement à l'échelle macroscopique de l'acier. Les modèles mécaniques se décomposent en deux familles de modèles : le Discrete Element Method (DEM), à échelle microscopique, et les modèles élastoplastiques, à échelle macroscopique. Pour la première famille, le calcul se fait sur le mouvement de chaque particule. Ces modèles sont utilisés pour modéliser les interactions entre les atomes par exemple. On ne s'intéresse pas au matériau à cette échelle. La deuxième famille des modèles est plus adéquate pour notre étude vu l'échelle à laquelle elle s'intéresse. Dans cette famille, on distingue deux types de modèles : les modèles faisant intervenir la pression hydrostatique et les modèles ne faisant pas intervenir la pression hydrostatique. Parmi ces derniers on citera les modèles les plus connus : Tresca et von Mises. Et parmi les modèle faisant intervenir la contrainte hydrostatique, on cite le modèle de Mohr Colomb et Prager [74].

7.1 Critères de plasticité

7.1.1 Critère isotrope de von Mises

Dans la mesure où la trace du tenseur des contraintes n'intervient pas, le critère le plus simple est celui qui n'utilise que le second invariant du déviateur des contraintes (von Mises, 1928). Celui-ci est défini comme

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2}\boldsymbol{s} : \boldsymbol{s}} \tag{7.1}$$

où $\boldsymbol{s}$ est le déviateur des contraintes. Ceci correspond à un ellipsoïde dans l'espace des tenseurs déviatoriques symétriques (expression quadratique des composantes s_{ij} , qui sont toutes équivalentes). La surface de plasticité est alors définie comme :

$$f(\boldsymbol{\sigma}) = \sigma_{eq} - \sigma_F \tag{7.2}$$

où σ_F est la contrainte d'écoulement du matériau. Celle-ci est généralement exprimée en fonction de la déformation plastique cumulée p.

7.1.2 Critère isotrope de Tresca

L'expression du critère de von Mises fait intervenir les cisaillements maximaux dans chaque plan principal, représentés par les quantités $(\sigma_i - \sigma_j)$ où σ_i, $i = 1,\ldots,3$ sont les valeurs propres du tenseur des contraintes. [1] La spécificité du critère de Tresca est de ne retenir que le plus grand d'entre eux. Le fait de rajouter une pression à chaque terme de la diagonale ne modifie pas, comme prévu, la valeur du critère. Contrairement au cas précédent, cette expression ne définit en général pas une surface régulière (discontinuité de la normale, points anguleux) :

$$f(\boldsymbol{\sigma}) = \max_{i,j} |\sigma_i - \sigma_j| - \sigma_F = \sigma_T - \sigma_F \tag{7.3}$$

1. On a alors

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\frac{1}{2}\left((\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2\right)}$$

7.1.3 Critères isotropes de Hosford et «Upper Bound»

Le critère de Hosford [75] est une généralisation du critère de von Mises. Il utilise la contrainte effective suivante :

$$\sigma_H = \left(\frac{1}{2}\left(|S_1 - S_2|^n + |S_2 - \sigma_3|^n + |S_3 - S_1|^n\right)\right)^{\frac{1}{n}} \tag{7.4}$$

où S_1, S_2 et S_3 sont les valeurs propres du déviateur des contraintes. Un seul paramètre est introduit : l'exposant n qui permet de situer σ_H entre la contrainte de von Mises ($n = 2$ ou $n = 4$) et la contrainte de Tresca ($n = 1$ ou $n = +\infty$). Il est également possible de définir la contrainte effective dite «upper bound» comme :

$$\sigma_U = \left(\frac{3^n}{2^n + 2}\left(|S_1|^n + |S_2|^n + |S_3|^n\right)\right)^{\frac{1}{n}} \tag{7.5}$$

qui donnera toujours une contrainte effective supérieure ou égale à la contrainte de von Mises. Dans tous les cas la surface de plasticité s'exprime comme : $f(\boldsymbol{\sigma}) = \sigma_H - \sigma_F$ ou $f(\boldsymbol{\sigma}) = \sigma_U - \sigma_F$.

7.1.4 Critère anisotrope de Hill

Le critère anisotrope de Hill [76] propose une définition d'une contrainte effective «elliptique» donnée par l'équation suivante :

$$\sigma_H = \sqrt{\frac{1}{2}\left(F(\sigma_{yy} - \sigma_{zz}^2)^2 + G(\sigma_{zz} - \sigma_{xx})^2 + H(\sigma_{xx} - \sigma_{yy})^2 + 2L\sigma_{yz}^2 + 2M\sigma_{zx}^2 + 2N\sigma_{xy}^2\right)}$$

Ici encore, la surface de charge s'exprime comme : $f(\boldsymbol{\sigma}) = \sigma_h - \sigma_F$.

7.1.5 Critère anisotrope de Bron

F. Bron [77] a proposé son nouveau modèle de 2004 comme une forme plus générique qui combine les critères proposés par [78] et [79]. En effet, la contrainte effective anisotrope s'exprime comme :

$$\sigma_B = \left(\sum_{k=1}^{K} \alpha^k \left(\sigma^k\right)^a\right)^{1/a} \tag{7.6}$$

En règle générale K est limité à 2 et les contraintes σ^1 et σ^2 sont exprimée de la manière suivante :

$$\sigma^1 = \left(\frac{1}{2}\left(|S_2^1 - S_3^1|^{b^1} + |S_3^1 - S_1^1|^{b^1} + |S_1^1 - S_2^1|^{b^1}\right)\right)^{1/b_1} \tag{7.7}$$

et

$$\sigma^2 = \left(\frac{3^{b^2}}{2^{b^2} + 2}\left(|\, S_1^2 \,|^{b^2} + |\, S_2^2 \,|^{b^2} + |\, S_3^2 \,|^{b^2}\right)\right)^{1/b_2} \tag{7.8}$$

Avec $S_{i=1,2,3}^k$ les valeurs principales du deviateur $\boldsymbol{s}^k$ modifié qui s'écrit sous la forme suivante (équation 7.9) :

$$\boldsymbol{s}^k = \boldsymbol{L}^k : \boldsymbol{\sigma} \tag{7.9}$$

Avec $\boldsymbol{L}^k$ le tenseur d'ordre 4 qui portera l'anisotropie. Chaque $\boldsymbol{L}^k$ est exprimé comme :

$$\boldsymbol{L}^k = \begin{pmatrix} \frac{1}{3}(c^k_{\mathrm{LL}} + c^k_{\mathrm{SS}}) & -\frac{1}{3}c^k_{\mathrm{SS}} & -\frac{1}{3}c^k_{\mathrm{LL}} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{1}{3}c^k_{\mathrm{SS}} & \frac{1}{3}(c^k_{\mathrm{SS}} + c^k_{\mathrm{TT}}) & -\frac{1}{3}c^k_{\mathrm{TT}} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{1}{3}c^k_{\mathrm{LL}} & -\frac{1}{3}c^k_{\mathrm{TT}} & \frac{1}{3}(c^k_{\mathrm{TT}} + c^k_{\mathrm{LL}}) & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c^k_{\mathrm{TL}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c^k_{\mathrm{LS}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & c^k_{\mathrm{ST}} \end{pmatrix} \tag{7.10}$$

Dans cette expression on fait apparaître les directions T, L, S du tube comme les axes d'anisotropie de l'acier rangés dans cet ordre. Cette formulation est une extension du critère de Karafillis et Boyce [78] dans lequel σ^1 et σ^2 sont associés à un même deviateur modifié $\boldsymbol{s}^0 = \boldsymbol{L}^0 : \sigma$ et $a = b^1 = b^2$. La formulation de Bron permet d'utiliser deux déviateurs $\boldsymbol{s}^k$ et deux exposants b^k différent de a. On remarquera que si $\boldsymbol{L}^k$ est multiplié par un facteur μ, la contrainte σ^k est multipliée par le même facteur. En réécrivant $\alpha^k(\sigma^k)^a = ((\alpha^k)^{\frac{1}{a}}\sigma^k)^a$ on constate que le coefficient α^k peut être «intégré» au tenseur $\boldsymbol{L}^k$ de sorte qu'on peut poser

$$\alpha^1 = \alpha^2 = \frac{1}{2}$$

sans perte de généralité [1]. Les coefficients ajustables du modèle sont donc b_1, b_2, a, $\boldsymbol{L}^1$ et $\boldsymbol{L}^2$ soit un total de $1+1+1+6+6 = 15$ coefficients. Les coefficients b_1, b_2 et a jouent sur la forme du critère (entre Tresca, von Mises et Upper bound) et les tenseurs $\boldsymbol{L}^1$ et $\boldsymbol{L}^2$ sur l'anisotropie. On remarquera que σ^1 (resp. σ^2) correspond à un modèle de Hosford (resp. Upper bound) anisotrope. L'effet des différents coefficients est discuté en détail dans [77]. Le critère de plasticité s'exprime encore comme :

$$f(\boldsymbol{\sigma}) = \sigma_B - \sigma_F.$$

7.1.6 Écoulement plastique et variable d'écrouissage

Le tenseur des vitesses de déformations plastiques ($\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_p$) est obtenu en appliquant la règle de normalité appliquée du critère de plasticité. Soit :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_p = \lambda \frac{\partial f}{\partial \boldsymbol{\sigma}} = \lambda \frac{\partial \sigma_E}{\partial \boldsymbol{\sigma}} \tag{7.11}$$

où λ est la multiplicateur plastique et σ_E une des contraintes effectives mentionnées plus haut. L'écoulement plastique a lieu pour $f = 0$ et $\lambda > 0$. Dans tous les cas, σ_E est une fonction homogène de degré 1 de $\boldsymbol{\sigma}$ [2]. On a alors (lemme d'Euler) que :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_p : \boldsymbol{\sigma} = \lambda \frac{\partial \sigma_E}{\partial \boldsymbol{\sigma}} : \boldsymbol{\sigma} = \lambda \sigma_E \tag{7.12}$$

On définit ensuite la variable d'écrouissage p telle que

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_p : \boldsymbol{\sigma} = \dot{p}\sigma_F \tag{7.13}$$

1. Ce point n'avait pas été souligné dans la publication originale [77]. On pourra aussi choisir $\alpha^1 = \alpha^2 = 1$.
2. C'est à dire que :

$$\sigma_E(\mu\boldsymbol{\sigma}) = \mu\sigma_E(\boldsymbol{\sigma}) \ \forall \mu \geq 0.$$

Cette équation décrit la travail plastique. Comme $\sigma_E = \sigma_F$ on obtient

$$\lambda = \dot{p} \quad \text{et} \quad \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_p = \dot{p}\frac{\partial \sigma_E}{\partial \boldsymbol{\sigma}} \tag{7.14}$$

On exprimera la contrainte d'écoulement comme une fonction de p. Il est important de noter que $\dot{p} \neq \sqrt{\frac{2}{3}\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_p : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_p}$ dans le cas général. Cette expression correspond uniquement au critère de von Mises. Dans le cas du critère Bron–Besson utilisé plus bas il n'existe pas de formule explicite permettant d'exprimer $\dot{p}$.

7.2 Optimisation de la loi de comportement élasto-plastique

Dans l'objectif d'identifier la loi de comportement du matériau, on utilise le module Z-opt du logiciel Z-set développé en association entre le Centre des Matériaux et l'ONERA. On ajustera les paramètres de la loi d'écrouissage (fonction $\sigma_F(p)$) et du modèle de Bron pour la définition de la contrainte effective. Pour mener à bien cet ajustement on utilisera l'ensemble de la base expérimentale en traction (éprouvettes ST and NTχ). Pour cette étape, on a posé des hypothèses suivantes :

— On modélise le vieillissement statique (plateau de Lüders) par un plateau à contrainte constante (sans tenir compte des fluctuations et du pic de Lüders)
— Dans un premier temps on ne prend pas en compte l'endommagement
— Les calculs sont donc arrêtés avant la chute brutale de la force correspondant à l'amorçage d'une fissure lors des essais.

L'utilisation du module Z-opt nécessite la définition d'une fonction coût généralement quadratique. Celle-ci est exprimée comme :

$$F(\{x\}) = \frac{1}{2}\sum_{i=1}^{N} w_i \left(f_i(\{x\}) - y_i\right)^2 \tag{7.15}$$

$\{x\}$ est le vecteur des paramètres à optimiser. L'indice i décrit l'ensemble des points expérimentaux considérés (incluant donc plusieurs essais). w_i est le poids associé à chaque donnée expérimentale (y_i). $f_i(\{x\})$ est à la valeur simulée correspondant à la donnée expérimental y_i. Le processus d'optimisation correspond donc à la minimisation de la fonction coût par rapport aux paramètres du modèle ($\{x\}$). On cherche *a priori* un minimum global $\{x\}^*$ tel que

$$F(\{x\}^*) < F(\{x\}), \quad \forall \{x\}.$$

En pratique, les algorithmes employés pour minimiser la fonction coût (Simplex, Levenberg-Marquardt) ne garantissent pas que le minimum obtenu est global et l'optimisation est sans doute locale

$$F(\{x\}^*) < F(\{x\}), \quad \forall \{x\}, \quad \|\{x\} - \{x\}^*\| < C$$

Pour un essai cette optimisation nécessite un certains nombres des fichiers en entrée :

— Un fichier d'optimisation : ce fichier contiendra les instructions nécessaires pour l'outil Z-set pour qu'il effectue l'optimisation
— Un fichier matériau pour donner à l'optimisation la loi / critère à identifier
— Les fichiers des données sorties des simulations numériques à effectuer pour chaque itération de l'algorithme d'optimisation.
— Les fichiers des données expérimentales

Le résultat de cette optimisation est un fichier matériau qui contient les paramètre identifiés présentés sous la même forme que le fichier matériau qui est donné en entrée du calcul. Cette opération peut être lancée sur plusieurs types d'essais en gérant les fichiers entrée-sortie de l'algorithme avec, par exemple, un «shell» écrit en python.

Dans le cadre de cette étude, il a été décidé de décrire l'anisotropie plastique avec le modèle Bron–Besson [77]. Ce choix est justifié par le fait que l'anisotropie en terme de contrainte dans le plan (TL) est très faible voire inexistante alors que l'anisotropie en déformation est marquée. Un critère de Hill ne permettra pas de représenter ces tendances du fait de faible nombres de paramètres et il serait alors nécessaire de sélectionner les tendances à représenter en priorité (voir [80]).

La loi d'écrouissage a été choisie avec la forme suivante :

$$\sigma_F(p) = \max(\sigma_L = 400, \quad R_0 + Q \times (1 - \exp(-bp)) + Hp) \tag{7.16}$$

Avec R_0 est la limite d'élasticité sans le plateau de Lüders. L'écrouissage (isotrope comme expliqué plus haut) comprend un terme linéaire de pente H et un terme non-linéaire de type Voce introduisant les paramètres b et Q. La définition de la déformation plastique cumulée p dépend du critère choisi et des paramètres qui lui sont associé comme cela est souligné par l'équation 7.14. Il n'est donc pas possible d'ajuster $\sigma_F(p)$ sur un simple essai de traction. Il est également important de déterminer la loi d'écrouissage sur une gamme de déformation plastique allant largement au delà de la déformation à striction (≈ 0.15) afin de bien décrire l'ensemble des éprouvettes et la plasticité au voisinage d'une pointe de fissure. Un ajustement rapide sur une courbe de traction permet de fournir un jeu de paramètre initial. Dans ce jeu initial on prendra $c^k_{XY} = 1$. Par ailleurs l'ajustement sera fait en supposant $a = b_1 = b_2$. On prendra 8 comme valeur initiale. La valeur du plateau de Lüders σ_L est fixée à 400 MPa conformément aux résultats expérimentaux. Ce choix permet l'éliminer toute indétermination sur les coefficients c^k_{XY} du modèle d'anisotropie. En l'absence de données pour une traction dans la direction située dans la plan (TL) à 45° de ces deux directions on a supposé que le comportement en traction était le même que pour la direction L (même courbe $\Delta l/l_0$—F/S_0) et que la déformation des sections était isotrope comme cela a pu être observé sur de nombreux aciers de pipeline [81, 82, 83].

On obtient alors pour la contrainte d'écoulement :

$$\sigma_F(p) = \max(400, \quad 374.8 + 341.7 \times (1 - \exp(-9.9 \times p)) + 53.3 \times p) \tag{7.17}$$

Les paramètres du modèle Bron–Besson sont donnés dans le tableau 7.1. On a identifié les paramètres c^1_{LS}, c^1_{ST}, c^2_{LS} et c^2_{ST}

$a = b_1 = b_2$	13.8	$\alpha_1 = \alpha_2$	0.5
c^1_{TT}	0.8	c^2_{TT}	1.18
c^1_{LL}	1.0	c^2_{LL}	1.17
c^1_{SS}	0.9	c^2_{SS}	0.94
c^1_{TL}	0.98	c^2_{TL}	0.94
c^1_{LS}	1.5	c^2_{LS}	1.3
c^1_{ST}	1.15	c^2_{ST}	0.77

TABLE 7.1 – Paramètres du modèle Bron–Besson

Les courbes de traction selon L et T sont comparées à la figure 7.1. Les courbes $\Delta\Phi/\Phi_0$—F/S_0 pour la direction L et les éprouvettes ST, $NT_{10,4,2}$ sont comparées à les figures 7.2, 7.3,

7.4 et 7.5 (a). On compare les variations de diamètre dans les direction T et S. Le même graphe pour la direction T est donné aux figures 7.2, 7.3, 7.4 et 7.5 (b).

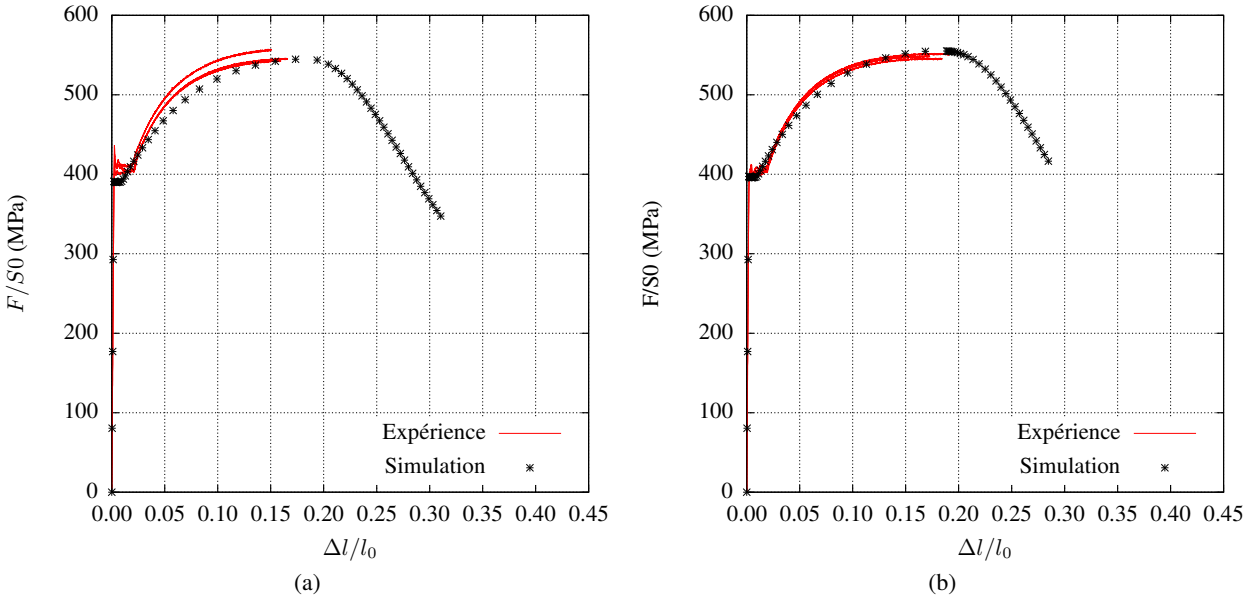


FIGURE 7.1 – Comparaison expériences/simulation pour les courbes de traction (a) Selon L ; (b) Selon T

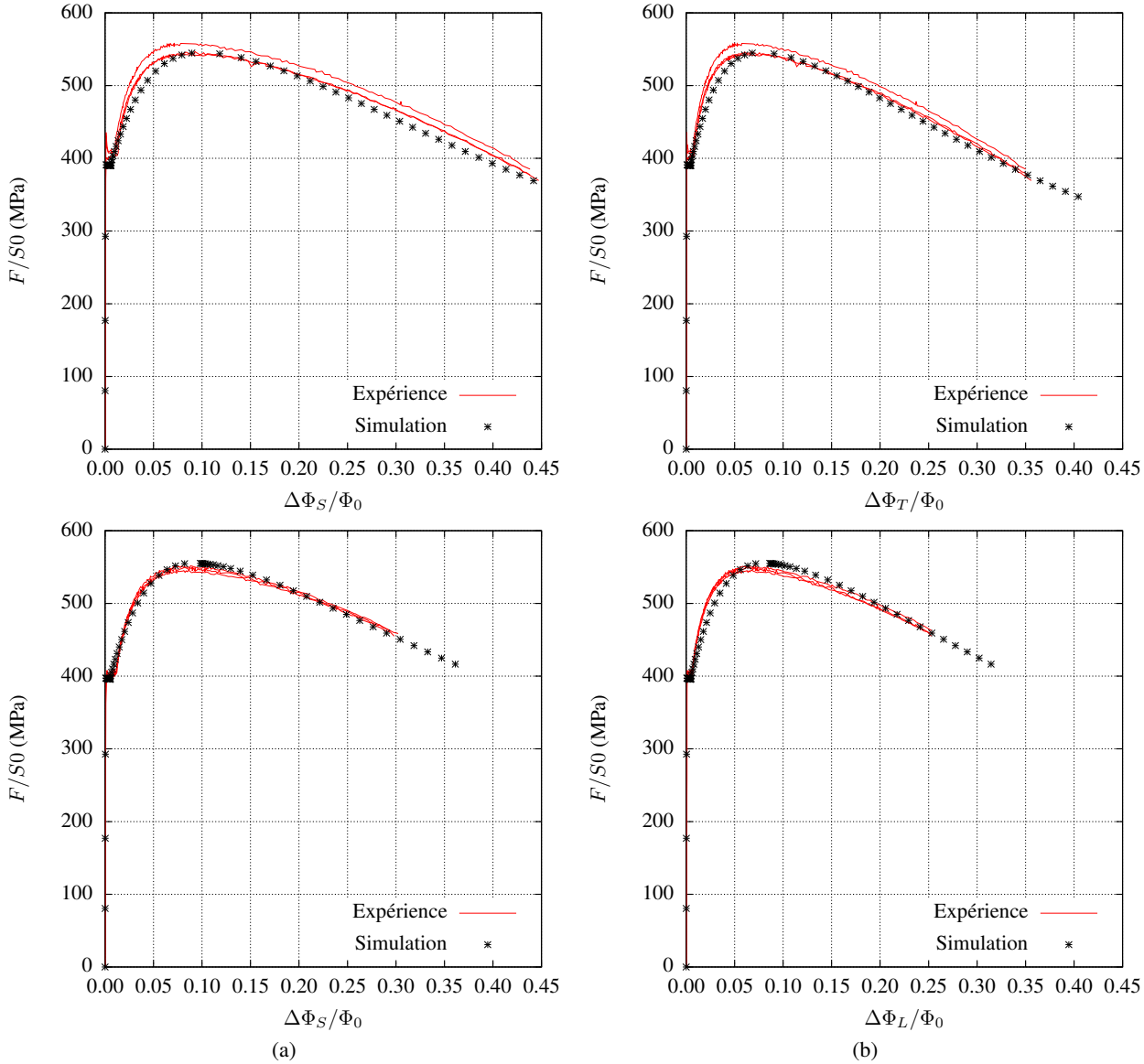


FIGURE 7.2 – Comparaison expériences/simulation pour les courbes de striction diamétrale (a) Selon la direction S ; (b) Selon La direction perpendiculaire à S (Éprouvettes ST)

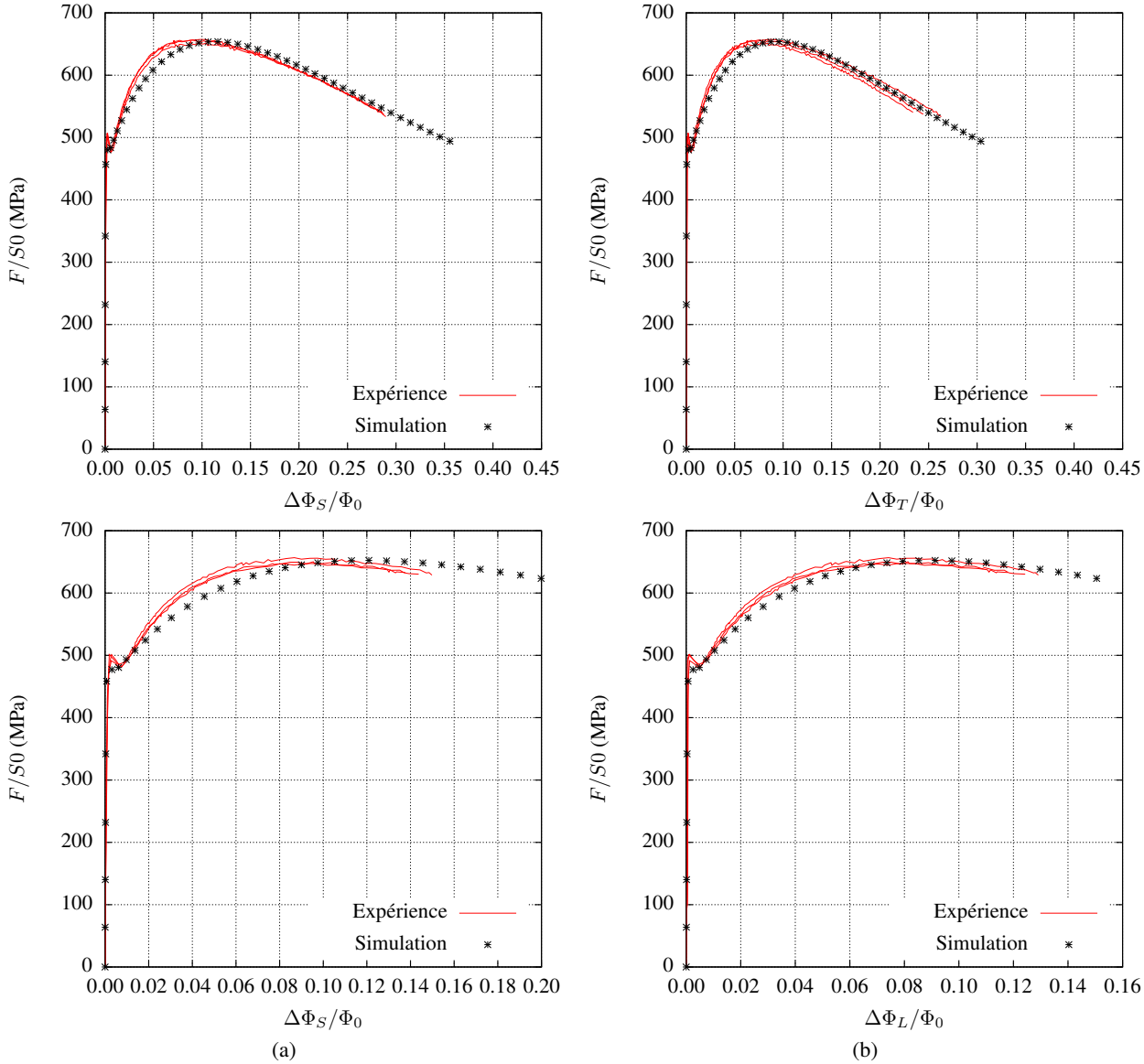


FIGURE 7.3 – Comparaison expériences/simulation pour les courbes de striction diamétrale (a) Selon la direction S ; (b) Selon La direction perpendiculaire à S (Éprouvettes NT10)

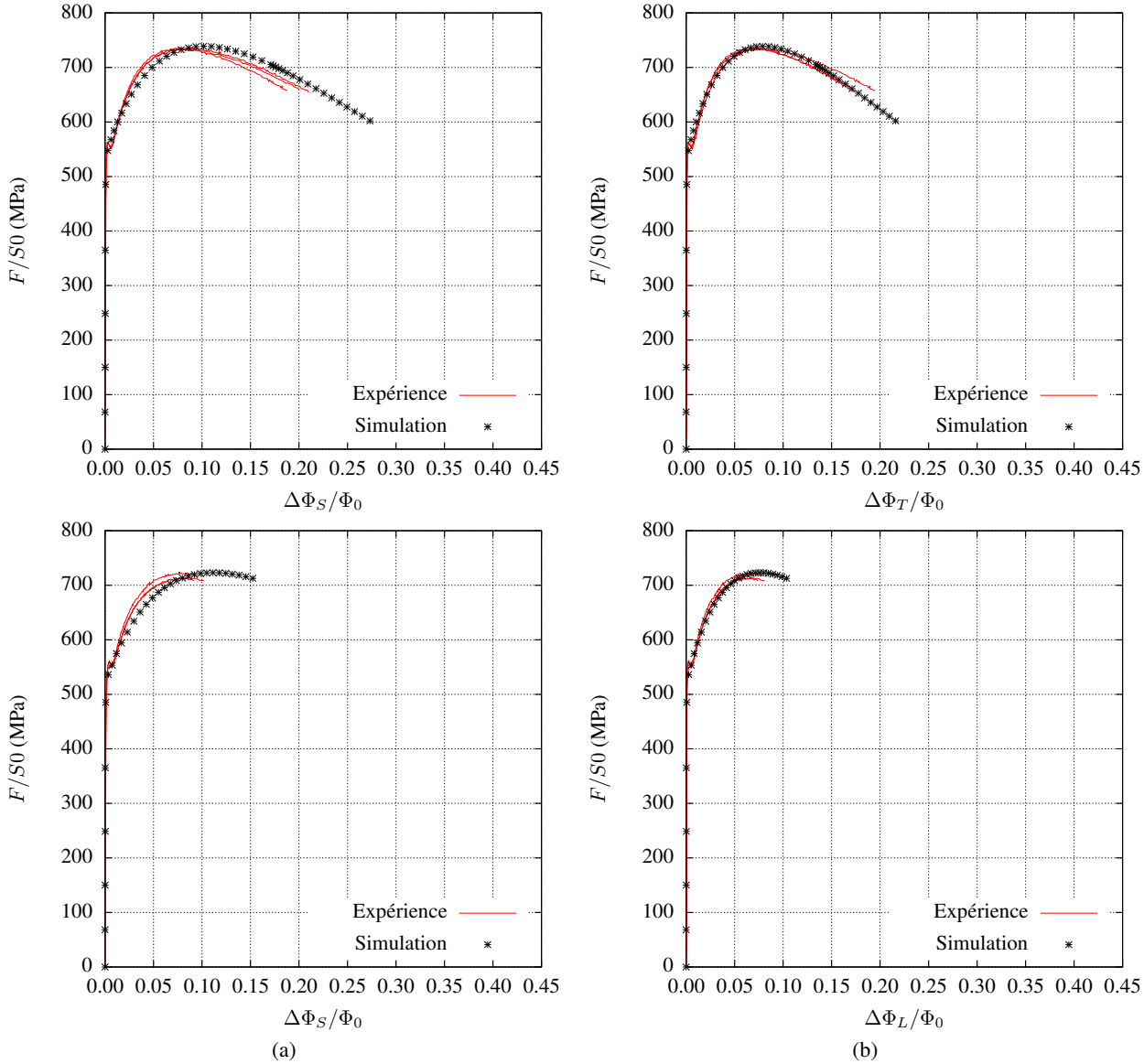


FIGURE 7.4 – Comparaison expériences/simulation pour les courbes de striction diamétrale (a) Selon la direction S ; (b) Selon La direction perpendiculaire à S (Éprouvettes NT4)

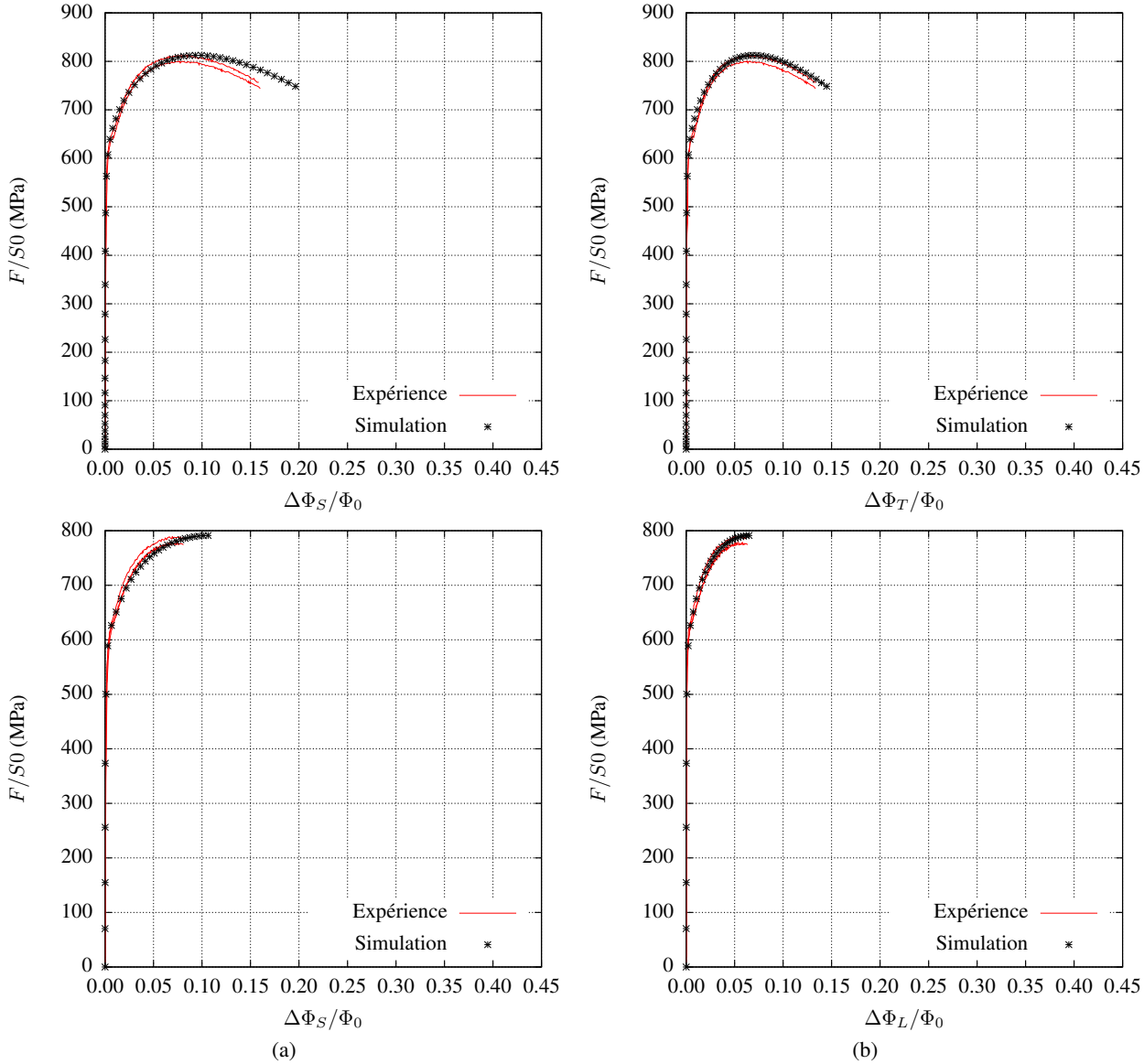


FIGURE 7.5 – Comparaison expériences/simulation pour les courbes de striction diamétrale (a) Selon la direction S ; (b) Selon La direction perpendiculaire à S(Éprouvettes NT2)

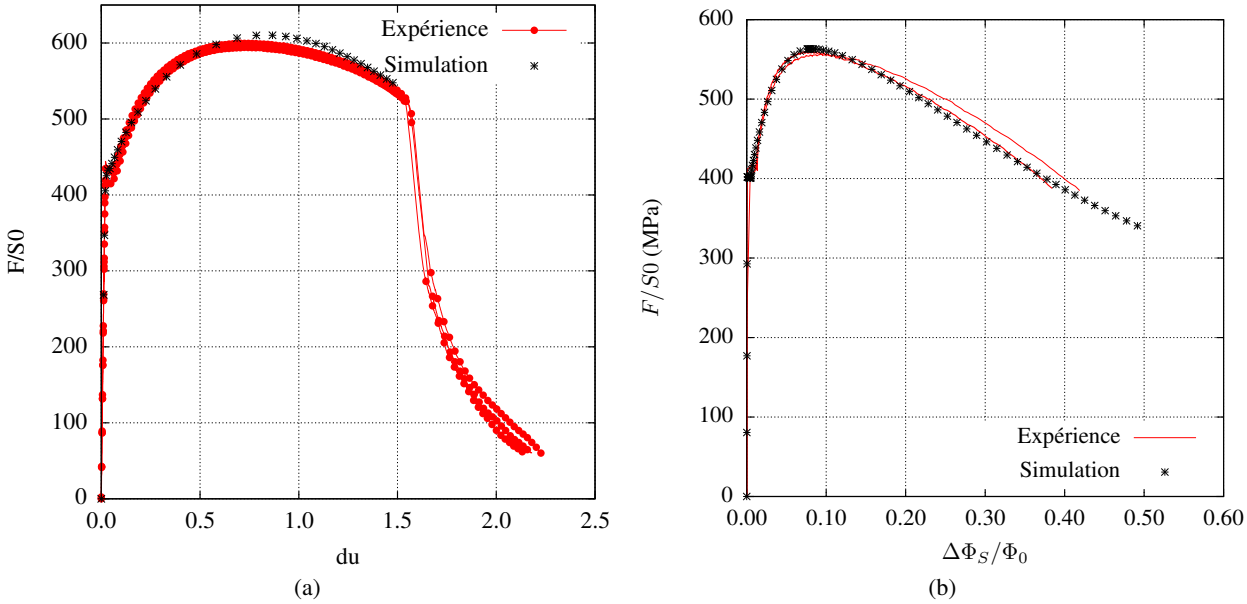


FIGURE 7.6 – Comparaison expériences/simulation ; (a)sur des essais de déformation plane obtenus avec des éprouvettes prélevées selon le sens L ; (b) sur des essais de traction simple obtenus avec des éprouvettes prélevées à 45° par rapport au sens de laminage

7.3 Conclusion

Les essais mécaniques ont mis en évidence l'existence d'une isotropie de plasticité et une anisotropie de déformation. Cette constatation justifie le choix d'un modèle de type Bron-Besson. L'identification des paramètres de ce modèle donné par ce chapitre converge vers des valeurs satisfaisantes et permet de retrouver les courbes expérimentales. Le modèle de comportement élasto–plastique est la première brique pour une modélisation de l'endommagement et de la rupture du matériau étudié.

Conclusion et perspectives

Conclusion

Dans cette conclusion, on propose de passer en revue les différents objectifs que nous nous étions fixés au démarrage du doctorat, en prenant le soin d'y apporter un regard critique, nécessaire à la poursuite de ces travaux. En effet, convaincu que l'utilisation de mini–éprouvettes pourront permettre d'optimiser les opérations de maintenance liées à ses installations opérationnelles, GRTgaz a souhaité poursuivre le projet mini–éprouvettes en réunissant d'autres partenaires industrielles autour du Centre des Matériaux Mines Paris et sous la forme d'une chaire ANR industrielle MESSIAH (https://messiah.minesparis.psl.eu/).

Le **premier chapitre** consacré à l'état de l'art montre en effet que la caractérisation des propriétés mécaniques sur petits échantillons est un sujet qui va au-delà d'un problématique d'opérateur gaziers, et que de nombreux travaux de recherche y sont consacrés. Il est particulièrement intéressant de revenir ici sur la nécessité de recourir à de «petits échantillons», car la situation peut varier d'un cas d'usage à un autre. On peut en distinguer au moins trois :

— La géométrie de la structure ne permet pas d'en extraire des éprouvettes de dimensions standards. C'est particulièrement vrai pour les tubes minces utilisés pour le réseau de transport de gaz.
— Le matériau est rare et précieux, et les campagnes de caractérisation doivent être réalisées en limitant la quantité de matière consommée. C'est typiquement le cas pour les matériaux irradiés.
— Le matériau est disponible et permet d'usiner des éprouvettes standards, mais les bonnes propriétés mécaniques de celui-ci rendent invalides les valeurs mesurées, au regard des normes. Un exemple d'une telle contrainte est le critère de validité de l'intégrale J mesurée selon la norme ASTM E1820 est décrite au paragraphe §1.3.8 du présent manuscrit.

Dans la littérature, on constate que l'utilisation de mini–éprouvettes de traction et de mini–éprouvettes de résilience Charpy semble être mature. Typiquement, des corrélations existent pour convertir l'énergie Charpy mesurée sur mini-éprouvette en énergie Charpy standard. On constate cependant que la mesure expérimentale de la ténacité est moins maitrisée. Certains suggèrent l'utilisation d'éprouvettes Small Punch Test (SPT) mais cette technique parait peu fiable et peu robuste, du fait notamment de l'absence d'entaille ou de fissure mais également dans le cas des matériaux fortement anisotrope. Le cas des mini–éprouvettes de type Compact Tension (mCT), Disk Compact Tension (mDCT) ou Single Edge Notched Tension (mSENT) est limité au cas de la rupture fragile voire absent de la littérature, nous confortant ainsi dans la nécessité d'y consacrer des efforts de recherche.

Dans le **second chapitre**, on présente les résultats d'une caractérisation chimique et microstructurale de l'acier X52 de l'étude. Si ces deux aspects ne sont pas centraux par rapport à notre projet, il n'en demeure pas moins qu'une bonne connaissance du matériau est nécessaire pour interpréter les phénomènes mécaniques observées sur éprouvettes. La microstructure typique de tubes fabriqués par cintrage d'une tôle laminée permet par exemple d'expliquer l'anisotropie de comportement en déformation et de rupture du matériau. Les grains sont de plus petites dimensions dans le plan LS que dans le plan TS. Enfin, la présence d'inclusions alignées selon la direction de laminage permet quant à elle d'anticiper les mécanismes de développement de l'endommagement.

Le **troisième chapitre** présente les résultats d'essais réalisés sur éprouvettes standards. Des essais sur éprouvettes de traction lisses (ST), éprouvettes de traction entaillées (NT),

éprouvettes de ténacité CT et SENT, ainsi que des barreaux Charpy. Ces nombreux essais ont permis de construire une base de données particulièrement riche et complète, qui permettra ensuite une bonne description de la loi de comportement de cet acier. Une instrumentation optique des essais de traction a permis d'observer et de quantifier par suivi de contours l'anisotropie du matériau en déformation, avec une déformation supérieure dans la direction S (travers-court) par rapport à la déformation mesurée dans la direction perpendiculaire à S dans le plan normal à la direction de traction. Il a été intéressant d'observer que le coefficient de Lankford, représentatif de l'anistropie en déformation, mesuré reste constant même après striction de l'éprouvette. Le matériau a cependant montré une isotropie en contraintes. Ce résultat est important car il a permis de guider le choix du critère de plasticité retenu dans le chapitre consacré à la description du comportement matériau. Les essais sur éprouvettes fissurées ont quant à eux confirmés les enseignements de la littérature, à savoir que les ténacités mesurées sur éprouvettes CT sont inférieures à celles mesurées sur éprouvettes SENT. On note ainsi que la mesure de la ténacité est particulièrement sensible aux conditions d'essais, et notamment ici au taux de confinement plastique en pointe de fissure. En effet, la CT présente une plasticité confinée, tandis qu'on parle de plasticité généralisée pour la SENT. Pour ces dernières, il est particulièrement intéressant de noter que le confinement plastique d'une éprouvette SENT est proche de celui calculé sur une canalisation de transport de gaz.

Les formules utilisées pour le dépouillement des essais sur éprouvettes fissurées de dimensions standards n'ayant pas été établies pour les mini–éprouvettes, le **quatrième chapitre** a permis d'identifier et valider des procédures expérimentales robustes. Des simulations numériques par éléments finis ont été réalisées pour identifier certains des paramètres nécessaires au post-traitement des données brutes, tels que le facteur η_{pl}. La nécessité de calculer cette valeur spécifiquement pour les mini–éprouvettes est notamment liée aux dimensions de ces dernières, ne permettant pas de placer de manière « traditionnelle » un extensomètre d'ouverture pour la mesure du Crack Mouth Opening Displacement (CMOD) sur éprouvettes mini-DCT. La mesure de cette valeur est alors déportée. Il était alors également nécessaire de réidentifier les coefficients polynomiaux permettant l'évaluation de l'avancée de fissure par la mesure de la variation de complaisance lors de cycles de charge-décharge.

Le **cinquième chapitre** du manuscrit présente en détails les résultats de la campagne expérimentale réalisée sur mini–éprouvettes. Un point particulièrement intéressant ici fut la possibilité de réaliser des essais sur éprouvettes de traction dans la direction S, c'est-à-dire dans l'épaisseur du tube. La mesure des ces propriétés mécaniques est évidemment impossible avec l'emploi d'éprouvettes classiques. On notera qu'aucune différence n'a été observée entre les essais de traction dans les directions L et T sur éprouvettes classiques et mini–éprouvettes. La seule différence notable est la disparition de la rupture en cup–cone lorsque la taille des éprouvettes est progressivement réduite. Ce constat n'est cependant pas valide lorsque l'on s'intéresse aux éprouvettes fissurées, pour lesquelles un effet d'échelle a clairement été observé, avec des ténacités mesurées sur petits échantillons plus faibles. Ce même constat est fait entre mini–éprouvettes d'épaisseurs différentes. Ainsi, les éprouvettes mini-DCT d'épaisseur 3 mm donne une ténacité plus importante que les mini-DCT d'épaisseur 2 mm. Ce phénomène est également observé lors des essais de résilience sur barreau Charpy. Ce point est crucial pour les travaux de développement d'essais sur petits échantillons, car s'il existe un effet de l'épaisseur sur la valeur mécanique mesurée, celui-ci devra être quantifié et formalisé, sous la forme d'un facteur de forme par exemple.

Au **sixième chapitre**, les résultats des essais in-situ en tomographie sur éprouvettes de traction entaillées ont permis d'observer directement l'effet d'échelle sur les mécanismes de

rupture ductile. Notamment, on constate une augmentation de la ductilité avec la réduction de l'éprouvette, et la disparition de la rupture en cup-cone pour les plus petits éprouvettes. De plus, la possibilité d'observer au cœur du matériau le développement de l'endommagement en cours d'essai pour différentes géométries d'éprouvettes a conduit à lier l'évolution de l'endommagement à l'état de triaxialité des contraintes. Des essais sur mini–éprouvettes SENT ont également été réalisés et ont offert la possibilité d'observer l'évolution des cavités en amont du front de la fissure pendant le chargement mécanique. L'anisotropie de rupture observée lors de la campagne expérimentale sur éprouvettes macro et éprouvettes mini a pu alors être expliquée par le phénomène d'alignement des cavités dans le plan de laminage.

Enfin, **le septième et dernier chapitre** du manuscrit présente la démarche d'identification de la loi de comportement du matériau X52, basée sur l'ensemble des données expérimentales sur éprouvettes macroscopiques. Le critère de Bron-Besson et une loi d'écrouissage isotrope simple comprenant un terme d'écrouissage non-linéaire et un terme d'écrouissage linéaire, et prenant en compte le plateau de Lüders, permettent une bonne similitude entre les données expérimentales et les données calculées par éléments finis.

Perspectives

Pour aller plus loin, et rester en cohérence avec la démarche d'utilisation des mini–éprouvettes, il serait intéressant de réaliser une nouvelle identification des paramètres du modèle, c'est-à-dire de la loi de comportement et du critère, et de les comparer aux valeurs données ici. En effet, les études réalisées pour évaluer l'intégrité des structures reposent aujourd'hui de plus en plus sur la modélisation aux éléments finis. Être capable d'alimenter ces modèles avec des données fiables et précises apporterait de manière certaine un avantage considérable lié à la réduction des conservatismes. Il serait alors également très intéressant de tirer profit des résultats d'essais sur mini–éprouvettes fissurées pour identifier et calibrer un modèle d'endommagement couplé, de type GTN, afin de rendre le modèle capable de prédire le comportement à la rupture de structures sous chargements complexes. Le développement de ces modèles n'étant pas trivial, des étapes de validation seraient nécessaires. On peut, par exemple, imaginer réaliser des essais sur structures de dimensions intermédiaires (de type Curce Wide Plate, par exemple, pour s'approcher du tube), qui présentent l'avantage d'être à la fois mieux maîtrisables expérimentalement, du fait des dimensions réduites et généralement de la meilleure connaissance des conditions aux limites, mais également plus simples à simuler numériquement. Quoiqu'il en soit, des réflexions devront être menées sur le choix du critère retenu pour modéliser l'évolution de l'endommagement dans le matériau. Le modèle GTN est connu pour sa dépendance à la taille des mailles. On utilise généralement des mailles de dimensions 100 à 200 μm, ce qui peut être challengeant lorsque l'on cherche à simuler à la fois des mini–éprouvettes et des structures industrielles de grandes dimensions.

Pour conclure, ces travaux permettent de poser de solides bases de connaissances expérimentales qui seront utiles et précieuses à la poursuite du développement des mini–éprouvettes de caractérisation mécaniques, notamment dans le cadre de la chaire ANR industrielle MESSIAH. Différentes géométries d'éprouvettes ont été étudiées, et on retiendra que chacune d'entre elles présentent à la fois des avantages et des inconvénients (voir tableau 7.2) selon les cinq critères retenus : quantité de matière prélevée, facilité d'usinage, protocole de pré-fissuration pour les éprouvettes fissurées, traitement des données et comparaison avec les éprouvettes standards. Les mini–éprouvettes de traction simples (mST) et entaillées (mNT) présentent une difficulté à l'usinage pour obtenir les bonnes dimensions de conception, elles ont néanmoins de nombreux avantages et une bonne adéquation avec

les éprouvettes macroscopiques. On préferera les mini–éprouvettes Charpy (mKCV) aux éprouvettes SPT du fait principalement de la difficulté d'interprétation de ces dernières en l'absence d'entaille ou de fissures. Les éprouvettes fissurées mSENT sont intéressantes pour les tubes vis-à-vis de la faible quantité matière pour des prélèvements dans l'épaisseur d'un tube. Elles sont cependant difficiles à pré-fissurer et limitées en propagation de fissure dans la configuration étudiée. Les éprouvettes fissurées mDCT semblent les plus prometteuses. La comparaison de ces dernières avec les éprouvettes standards montrent qu'elles sont parfaitement adaptées à la mesure des propriétés mécaniques de rupture, pour autant que l'effet d'échelle soit bien pris en compte. Cet effet devra nécessairement faire l'objet de plus d'investigations, car il sera garant de la validité des mesures.

	mST	mNT	mDCT	mSENT	mKCV	SPT
Quantité de matière prélevée	+	+	-/+	+	-/+	++
Facilité d'usinage	-	-	+	-/+	+	-
Protocole de pré-fissuration	\	\	+	-	\	\
Traitement des données	++	++	+	-	+	-
Comparaison avec les essais standards	++	++	-/+	+	-/+	- -

TABLE 7.2 – Avantages et inconvénients des différentes mini–éprouvettes.

Table des figures

1 Réseau de transport de gaz opéré par GRTgaz. 8
2 (1) Illustration d'un coupon et prélèvement des éprouvettes dans ce dernier, (2) prélèvement d'un coupon sur une canalisation. 9
3 Présentation des mini–éprouvettes ; (a) mDCT, (b) mSENT 11

1.1 Géométrie des éprouvettes micro–flat pour étudier les revêtements, [2]. 14
1.2 Géométrie des mini–éprouvettes pour étudier le cisaillement (les points bleus indiquent les limites d'un extensomètre optique pour une analyse DIC), [5]. . . 14
1.3 Une éprouvette de traction «goupillée», [6]. 15
1.4 Dimensions des Charpy standards, [7]. 15
1.5 Configuration d'un essai Charpy ; (a) le mouton Charpy ; (b) appui de l'éprouvette (vue de dessus). 16
1.6 Dimensions des mini–Charpy, [7]. 16
1.7 Les énergies de transition absorbées : (a) Charpy standard, (b) mini–Charpy en 16MND5, [8]. 17
1.8 L'ajustement de la tangente hyperbolique définit par Oldfield, [14]. 18
1.9 Comparaison entre la méthode ORNL appliquée sur les mini–Charpy et les Charpy standards, [8]. 19
1.10 Géométrie des éprouvettes de fissurations utilisées par [17]. 19
1.11 Effet des dimensions et de type d'éprouvettes sur la température de référence pour du SA533 GR. B Cl.1., [17]. 20
1.12 Comparaison entre les CT, 1/2CT et 1/4CT [21] ; (a) Courbe de charge en fonction du déplacement au niveau de la ligne de charge ; (b) Courbes J–R [21] 21
1.13 Effet de la taille d'éprouvettes sur la ténacité J_Q, (a) effet de la réduction de l'épaisseur ; (b) effet de taille du ligament [21] 21
1.14 Montage d'un essai Small Punch Test (SPT) [22]) 22
1.15 Géométrie d'une éprouvette de small punch test (a) en disque [22] ; (b) en carré [24] 22
1.16 Géométrie de l'entaille dans une éprouvette SPT [24] 22
1.17 Courbe de force en fonction de déflexion un essai SPT pour un acier [25] . . . 23
1.18 Comparaison entre essai et simulation de la courbe force-fonction d'un essai SPT conduit sur un acier biphasé par Guillemot *et al.* [26] 23
1.19 Courbe force-déplacement issue d'un essai SPT conduit sur la nuance d'acier ODS 14YWT [27] 24
1.20 (a) Schéma d'un essai SPT [32] ; (b) Plaque infini avec une fissure [24] 25
1.21 Éprouvette de small punch test avec entaille longitudinale utilisée dans les travaux de Cardenas *et al.* [33] 25
1.22 Les trois modes de chargement d'une fissure [34] 26
1.23 Les contrainte au voisinage de la pointe de la fissure [34] 27

1.24 Distribution des contraintes en aval de la pointe de fissure [34] 28
1.25 Zone plastique en contrainte et déformation planes en mode I [34] 28
1.26 Comparaison : (a) fissure élastique (b) émoussement dû à l'écoulement plastique 29
1.27 Estimation du CTOD à partir du déplacement à la distance r_y en amont de l'extrémité d'une fissure de longueur $a+r_y$ [36] 30
1.28 Définitions de CTOD ; (a) déplacement à l'extrémité initiale ; (b) déplacement à l'intersection d'angle droit [36] 31
1.29 Contour arbitraire autour de l'extrémité d'une fissure [36] 31
1.30 Une éprouvette CT (Compact Tension) selon la norme ASTM E1820 32
1.31 Éprouvette Disk Compact Tension selon les rapports de dimension indiqués par la norme ASTM E1820 [39] 33
1.32 Une éprouvette SENT encastrée. 34
1.33 Géométries des éprouvettes SENT étudiées par Cravero *et al.* ; (a) éprouvettes goupillées ; (b) éprouvettes encastrées [40] 34
1.34 Différentes entailles initiales suggérées par la norme 35
1.35 Acceptabilité pour les entailles initiales 35
1.36 Une éprouvette SENB selon la norme ASTM E1820 35
1.37 Schéma explicatif du paramètre géométrique c tel que décrit par Cravero *et al.* [40]. 37
1.38 Courbe Force—Déplacement pour un essai sur éprouvette fissurée. 39
1.39 Variation du facteur plastique η_{pl} en fonction de a/W déterminé au niveau de CMOD pour des valeurs de H/W : (a) $H/W=4$, (b) $H/W=6$ et (d) $H/W=10$ [40] 40
1.40 Comparaison entre η_{pl} dérivé du CMOD pour des calcul 2D (DP) et une analyse 3D pour des éprouvettes goupillées [40] 40
1.41 (a) Courbe J—Δa. (b) Visualisation du CTOD [43]. 42
1.42 Schématisation de la distance réellement mesurée par l'extensomètre : (a) l'extensomètre mesure $2\times D$, (b) la mesure réelle de 'extensomètre est altérée par la rotation d'angle θ 43
1.43 Correction de la rotation des SENT «pin–loaded» ; (a) déplacement du point de mesure au niveau du LLD (Load Line Displacement) (b) Déplacement du point de mesure au niveau de l'extensomètre [40] 44
1.44 Dépouillement d'un essai de déchirure ductile selon la norme ASTM E1820. . 47

2.1 Schématisation du procédé de fabrication des pipelines, (a) procédé UOE, (b) Tubes soudés en spirale 49
2.2 Schématisation du procédé de laminage des tôles 51
2.3 Schéma explicatif des directions dans le pipe 53
2.4 Observation en microscope optique de la microstructure après une attaque Nital (échelle de 200 μm) 53
2.5 Image EBSD d'échantillons dans le plan (TS) prélevés à différentes profondeurs 54
2.6 Image EBSD dans le plan (LS) d'un échantillon prélevé à coeur 55
2.7 Comparaison de la distribution de taille de grains dans les zones observées ; (a) comparaison de l'extrados, intrados et cœur dans le plan (TS) ; (b) comparaison à cœur dans le plan (LS) et (TS) 56
2.8 Observation au MEB (Microscope Electronique à Balayage) d'inclusions qui présentent une forme de losange après laminage : X52 (échelle 2 μm) 57
2.9 Inclusions non métalliques cassées dans le sens de laminage : X52 (échelle 2 μm) 57
2.10 Analyse inclusionnaire du X52 à la micro-sonde de Castaing 58

2.11 Étude de la microdureté du X52 59
2.12 Analyse de la micro-duretén Vickers dans l'épaisseur du pipe selon les plans (LS) et (TS), chaque point représente la moyenne de 7 mesures 59
2.13 Analyse de la micro-dureté Vickers dans l'épaisseur du pipe de nuance A42 [1] . 60

3.1 Plan de prélèvement des éprouvettes 62
3.2 Configuration de l'essai avec suivi de contour- méthode Shadow-R 63
3.3 Évolution du contour d'une éprouvette NT10 selon le sens S 64
3.4 Courbe contrainte en fonction de la déformation (avec l_0 la longueur utile de l'extensomètre) des éprouvettes lisses de type ST prélevées dans le sens L et T et SST prélevées en pleine épaisseur selon le sens L 65
3.5 Courbe comparaison entre le déplacement vérin $\Delta V/L_0$ (où L_0 la longueur utile de l'éprouvette) et le déplacement de l'extensomètre $\Delta l/l_0$ (où l_0 la longueur utile de l'extensomètre) 66
3.6 Comparaison du coefficient de Lankford pour l'ensemble des essais ST 66
3.7 Exemple d'un chargement selon L (NT10) 68
3.8 Courbe contrainte—striction diamétrale selon S pour un chargement selon L en fonction de la triaxialité 68
3.9 Courbe contrainte-striction diamétrale selon S et T pour un chargement selon L en fonction de la triaxialité 69
3.10 Courbe contrainte-striction diamétrale selon S pour un chargement selon L et un chargement selon T en fonction de la triaxialité 69
3.11 Comparaison du facteur Z (a) et de $\Delta\Phi/\Phi_0|_c$ (b) pour les deux sens de prélèvement en fonction du triaxialité 70
3.12 Comparaison de faciès de rupture pour des éprouvettes ST (a) et des éprouvettes NT2 (b) 72
3.13 Vue à fort grossissement (SE) des faciès de rupture des éprouvettes NT4 et NT2 testées dans les sens L et T. 73
3.14 Schéma explicatif des sens de prélèvement 74
3.15 Plan d'une CT 10 75
3.16 Courbe déplacement extensomètre en fonction du temps montrant la méthode d'essai implémentée dans la machine MTS 76
3.17 Essai sur les CT 76
3.18 Résultats des essais sur CT 77
3.19 Plan d'une SENT standard 78
3.20 Étude des SENT 78
3.21 Emplacement des extensomètres 79
3.22 Résultats des essais sur des SENT 80
3.23 Faciès de rupture d'une éprouvette macro SENT 81
3.24 Comparaison entre les SENT et les CT 82
3.25 Le mouton pendule de Charpy-Zwick 50J (Institute of Physics of Materials, Academy of Sciences of the Czech, Brno) 83
3.26 Plan des éprouvettes Charpy standards KCV 84
3.27 Courbes force-déplacement des essais Charpy sur des éprouvettes standards prélevées dans le sens L 85
3.28 Observation du faciès de rupture d'une Charpy standard à un agrandissement de $\times$ 20 85

4.1 La configuration propre de l'essai sur mDCT en comparaison avec la configuration indiquée par la norme ASTM E1820 [39] 88

4.2 La configuration propre de l'essai sur mSENT en comparaison avec la configuration indiquée par la norme BS8571 [64] 89
4.3 Calcul des paramètres η_{pl} pour une mini–DCT avec $a/W = 0.5$. 91
4.4 Profil de J le long du front de fissure pour une éprouvette mini–DCT $B = 5$ mm, $a/W = 0.63$. La courbe en pointillés représente la valeur moyenne. 91
4.5 Maillage des mini–DCT (déformations planes) 92
4.6 Maillage des mini-DCT en 3D. 92
4.7 Comparaison entre l'évolution de a/W en fonction de u déformations planes (DP) ; (a) comparaison entre des mesures via le CMOD en FEM et la norme ASTM ; (b) comparaison entre les mesures via l'extensomètre et la norme ASTM 93
4.8 Comparaison de la fonction $P_a(u)$ (équation 4.7) ajustée sur le calcul en déformations planes (DP) et les calculs 3D. 94
4.9 Comparaison de la fonction $f_K(a/W)$ de la norme ASTM E1820 avec les résultats des calculs FE en déformations planes en en 3D pour $B = 3$ mm et $B = 5$ mm. La courbe en rouge représente l'ajustement de f_K pour le cas 3D. . . 95
4.10 Détermination de de $\eta_{pl} = f(a/W)$; (a) comparaison entre la norme ASTM et les mesures faites au niveau de CMOD ; (b) $\eta_{pl} = f(a/W)$ déterminé au niveau de l'extensomètre déporté 95
4.11 Comparaison entre la mesure η_{pl} via le CMOD et via l'extensomètre (EXT) pour une mDCT en 2D et en 3D 96
4.12 Fit de η_{pl} pour les mesures via le CMOD et via l'extensomètre (ExOD) pour une mDCT en 3D 97
4.13 Comparaison entre les valeurs de η_{pl} (CMOD) pour le calcul 2D/DP, le calcul 3D et la norme ASTM E1820 97
4.14 Comparaison entre les valeurs de η_{pl} (CMOD) en DP et en 3D [67] 98
4.15 Comparaison entre les valeurs η_{pl} pour le CMOD et l'extensomètre déporté pour les mini–DCT 3 mm et les mini–DCT 5 mm 98
4.16 calcul des paramètres η_{pl} pour une mini–SENT avec a/W = 0.5 99
4.17 Profil de J le long du front de fissure pour une éprouvette mini–SENT, a/W=0.65. La courbe en pointillé représente la valeur moyenne. 100
4.18 Maillage des mSENT 2D (DP) 100
4.19 Maillage des mSENT 3D 101
4.20 Comparaison entre l'évolution de a/W en fonction de u en 2D (DP) ; (a) comparaison entre des mesures via le CMOD en FEM et Cravero ; (b) comparaison entre les mesures via l'extensomètre et Cravero 102
4.21 Comparaison de la fonction $f_K(a/W)$ de Cravero *et al.* avec les résultats des calculs FE en déformations planes en 3D. La courbe en rouge représente l'ajustement de f_K pour le cas 3D. 103
4.22 Comparaison entre la mesure η_{pl} via le CMOD, l'extensomètre et η_{pl} Cravero *et. al* [40] 104
4.23 Comparaison entre la mesure η_{pl} via le CMOD, l'extensomètre et η_{pl} Cravero *et. al* [40] 105
4.24 Fit de η_{pl} pour les mesures via le CMOD et via l'extensomètre (ExOD) pour une mDCT en 3D 106

5.1 Métrologie des mini-éprouvettes mNT : définition des dimensions Φ_0 et r_0 mesurées ainsi que la longueur utile L_0 utilisée pour l'évaluation de la vitesse de déformation. 108
5.2 Métrologie des mini-éprouvettes NT 109

5.3 vue de face et vu de droite de la machine Buky [68] 110
5.4 Montage d'une mini éprouvette de traction sur la machine Bulky 110
5.5 Comparaison entre mini et macro éprouvettes NT2 prélevées selon L et T. . . . 111
5.6 Comparaison entre mini et macro éprouvettes NT4 prélevées selon L et T. . . . 112
5.7 Comparaison entre mini et macro éprouvettes NT10 prélevées selon L et T. . . 112
5.8 Comparaison entre mini et macro éprouvettes ST prélevées selon L et T pour les macros et selon S pour les mini-éprouvettes ; On compare la déformation selon la direction S pour les macros éprouvettes et selon la direction L pour les minis éprouvettes 113
5.9 Comparaison entre mini-NT2 prélevées selon L et T 114
5.10 Comparaison entre mini-NT4 prélevées selon L et T 114
5.11 Fractographie de mST prélevée selon le sens S 115
5.12 (a) ST macro ; (b) ST intermédiaire 115
5.13 Courbe $\Delta\Phi_{pm}/\Phi_0$ mesuré par le profilomètre en fonction de $\Delta\Phi_{shadow}/\Phi_0$ mesuré par suivi de contour 117
5.14 Courbe contrainte—striction diamétrale selon S pour un chargement selon L en fonction de la triaxialité 117
5.15 Courbe contrainte-striction diamétrale selon S et T pour un chargement selon L en fonction de la triaxialité 118
5.16 Courbe contrainte-striction diamétrale selon S pour un chargement selon L sur des éprouvette macros et des éprouvettes intermédiaire en fonction de la triaxialité 118
5.17 Comparaison de faciès de rupture pour des éprouvettes ST (a) et des éprouvettes NT2 (b) 119
5.18 Comparaison de faciès de rupture pour des éprouvettes NT10-L (a), des éprouvettes NT4-L (b) et des éprouvettes NT2-L (c) 120
5.19 Dessin de définition d'une mini-DCT (mDCT) 121
5.20 Dispositif de la pré-fissuration des mini-DCT. 121
5.21 Courbe J–Δa avec la ligne de construction à 0.2 ; (a) pour des mDCT d'épaisseur 3 mm ; (b) pour des mDCT d'épaisseur 2 mm 122
5.22 Courbe J–Δa avec la ligne de construction à 0.2 ; (a) pour la direction LT ; (b) pour la direction TL 123
5.23 (a)Dessin de définition d'une mini charpy (mKCV) ; (b) comparaison entre une mKCV et une KCV standard 124
5.24 Comparaison de la résilience entre LT et TL pour des des éprouvettes prélevées à peau externe ; (a) mKCV selon LT ; (b) mKCV selon TL 124
5.25 Comparaison de la résilience entre LT et TL pour des des éprouvettes prélevées à cœur ; (a) mKCV selon LT ; (b) mKCV selon TL 125
5.26 Comparaison de la résilience entre LT et TL pour des des éprouvettes prélevées à peau interne ; (a) mKCV selon LT ; (b) mKCV selon TL 125
5.27 Comparaison de la résilience entre LT et TL pour des des éprouvettes prélevées à cœur ; (a) mKCV selon LT ; (b) mKCV selon TL 126

6.1 (a) Le site de synchrotron Soleil à saclay, (b)Vue du synchrotron SOLEIL par son artiste J.-F. Santarelli. 129
6.2 Dispositif expérimentale pour les essais *in-situ* 130
6.3 Exemples de courbes charge–déplacement des essais *in-situ* sur des mini-NT10 : (a) une éprouvette chargée selon T, (b) une éprouvette chargée selon L, les points rouges correspondent à l'acquisition en tomographie pendant la traction continue. 131

6.4 Artefact induit par la déviation de l'axe de rotation : (a) axe de rotation mal aligné, (b) axe de rotation bien positionné [72]. 132
6.5 Apparition des rings sur les images acquises — (X52 de cette étude) 132
6.6 Des sections zoomées dans le volume, (a) sans filtre, (b) filtre de 1 voxel, (c) filtre de 2 voxel [73] — (X52 de cette étude). 133
6.7 Exemple de métrologie à partir des radiographies sur une érpouvette NT10 chargée selon L (E092) : (a) plan LS, (b) plan LT. 134
6.8 Méthodologie de détection de la section minimale de l'éprouvette pour chaque scan. 135
6.9 Sinogramme de l'éprouvette NT10 tirée selon la direction L (E092) pour le scan final 37 : (a) sans seuillage, (b) après seuillage. 135
6.10 (a) Profil issu du sinogramme associé à l'évolution du diamètre de l'éprouvette en fonction de l'angle sur une éprouvette NT10 chargée selon L (E092), scan 37 avant rupture. (b) Section minimal correspondante sur le plan TS avec superposition de l'ellipse identifiée. 136
6.11 Courbe contrainte—striction diamétrale selon S pour un chargement selon L pour des mini–éprouvettes NT10, NT4 et NT2. 136
6.12 Courbe contrainte-striction diamétrale selon S et T pour un chargement selon L en fonction de la triaxialité 137
6.13 Comparaison entre les mNT et les NT standrads 137
6.14 Comparaison entre les mNT2 en In-situ et les mNT2 Ex-situ 138
6.15 Comparaison entre les mNT4 en In-situ et les mNT4 Ex-situ 138
6.16 Exemple d'application : (a) image bruitée, (b) image non bruitée 139
6.17 Application de l'algorithme de croissance par région : (a) image obtenue avec la dynamique limitée à 20, c-à-d on continue à ajouter des pixels dans une région si la différence entre le maximum et le minimum de niveau de gris est inférieure à 20. La segmentation est satisfaisante. (b) Cette image est obtenue avec la dynamique limitée à 40. L'image possède du bruit ; la segmentation n'est plus satisfaisante 140
6.18 Schéma de principe de traitement des reconstructions en 3D des éprouvettes testées en tomographie ; (a) vu de dessus des couronnes d'épaisseur dr qui évoluent en fonction de r ; (b) vu de face des tranches d'épaisseur dz qui évoluent selon z. 141
6.19 Exemple d'application sur une éprouvette NT4 : (a) porosité à l'état initial, (b) porosité à une étape avancée de l'essai, le cercle rouge délimite le contour cylindrique des couronnes d'analyse (90% de section équivalente minimale). . . 141
6.20 (a) Évolution de la porosité en fonction du niveau de chargement pour une mNT2 selon L ; (b) map de la porosité à F_r 142
6.21 (a) Évolution de la porosité en fonction du niveau de chargement pour une mNT2 selon T ; (b) map de la porosité à F_r 143
6.22 (a) Évolution de la porosité en fonction du niveau de chargement pour une mNT4 selon L ; (b) map de la porosité à F_r 143
6.23 (a) Évolution de la porosité en fonction du niveau de chargement pour une mNT4 selon T ; (b) map de la porosité à F_r 144
6.24 Évolution de la porosité en fonction du niveau de chargement d'une mNT10 chargé selon L 144
6.25 Éprouvette mSENT tirée dans la direction LT (E107) : (a) Coupe de référence dans le plan TS, (b) Profils des niveaux de gris selon T et S de la somme des niveaux de gris dans la direction perpendiculaire. 145

6.26 Éprouvette mSENT tirée dans la direction LT (E107) : (a) Coupe de référence dans le plan LT, (b) Profil moyen (dans la direction T) des niveaux de gris selon L. 146
6.27 Éprouvette mSENT tirée dans la direction LT (E107) : (a) Projections de 40 coupes dans le plan LS pour identification de la section minimale en pointillée rouge, (b) Section minimale dans le plan TS pour la mesure de B_n. 146
6.28 Courbes charge—déplacement des essais *in-situ* sur mSENT : (a) éprouvette E107 chargée selon LT, (b) éprouvette E104 chargée selon TL. Les marques △ correspondent aux scans tomographiques pendant la traction continue (55 scans pour la direction LT, 66 scans pour la direction TL). Les marques • correspondent à l'analyse des scans respectivement à • $F_{\max}$, • 90% $F_{\max}$, • 80% $F_{\max}$ et • 70% $F_{\max}$. 147
6.29 État de référence des éprouvettes mSENT LT (E107) et TL (E104) : Coupes tomographiques sur 2 plans caractéristiques. 148
6.30 État à force • $F_{\max}$ des éprouvettes mSENT LT (E107) et TL (E104) : Coupes tomographiques sur 2 plans caractéristiques. 149
6.31 État à force • 90% $F_{\max}$ des éprouvettes mSENT LT (E107) et TL (E104) : Coupes tomographiques sur 2 plans caractéristiques. 149
6.32 État à force • 80%$F_{\max}$ des éprouvettes mSENT LT (E107) et TL (E104) : Coupes tomographiques sur 2 plans caractéristiques. 150
6.33 État à force • 70%$F_{\max}$ de l'éprouvette mSENT LT (E107) : Coupes tomographiques sur 2 plans caractéristiques. 150
6.34 Visualisation de l'endommagement de l'éprouvette mSENT LT (E107) à l'état • 80%$F_{\max}$ comparativement à l'état de référence. 151
6.35 Mesures du CMOD à partir des radiographies dans le plan LT. 152
6.36 Avancées de la fissure pour différents états de fissuration pour l'éprouvette mSENT LT (E107) comparativement à l'état de référence. 153
6.37 Évolution de surfaces et des largeurs dans le plan de propagation de fissuration en comparaison aux sections de référence. 153
6.38 Comparaison des configurations LT/TL (a) des courbes Force–CMOD et (b) des courbes de propagation de fissure. 154

7.1 Comparaison expériences/simulation pour les courbes de traction (a) Selon L ; (b) Selon T 162
7.2 Comparaison expériences/simulation pour les courbes de striction diamétrale (a) Selon la direction S ; (b) Selon La direction perpendiculaire à S (Éprouvettes ST) 163
7.3 Comparaison expériences/simulation pour les courbes de striction diamétrale (a) Selon la direction S ; (b) Selon La direction perpendiculaire à S (Éprouvettes NT10) 164
7.4 Comparaison expériences/simulation pour les courbes de striction diamétrale (a) Selon la direction S ; (b) Selon La direction perpendiculaire à S (Éprouvettes NT4) 165
7.5 Comparaison expériences/simulation pour les courbes de striction diamétrale (a) Selon la direction S ; (b) Selon La direction perpendiculaire à S(Éprouvettes NT2) 166
7.6 Comparaison expériences/simulation ; (a)sur des essais de déformation plane obtenus avec des éprouvettes prélevées selon le sens L ; (b) sur des essais de traction simple obtenus avec des éprouvettes prélevées à 45° par rapport au sens de laminage 167

A.1 Dessin de définition d'une mini-SENT (mSENT) 183
A.2 Dessin de définition d'une mini-SENT 183
A.3 Dispositif expérimentale pour la pré-fissuration des mini-SENT 184
A.4 Propagation de la fissure dans une mini-SENT durant la pré-fissuration. 185
A.5 Montage de l'éprouvette mSENT dans la machine «Bulky». 186
A.6 Position de marqueur pour mesurer l'avancée de la fissure 187
A.7 Comparaison entre la mesure de l'extensomètre et la mesure optique : (a) courbe contrainte en fonction du CMOD mesuré avec l'extensomètre mécanique et le CMOD mesuré avec l'extensomètre optique, (b) mesure optique en fonction de la mesure extensomètre. 188
A.8 Courbe force-déplacement pour des mini–éprouvettes SENT prélevées selon le sens L et T : (a) mSENT-TL, (b) mSENT-LT. 188

B.1 ST 190
B.2 Plan de l'éprouvette SST 191
B.3 NT2 191
B.4 NT4 192
B.5 NT10 192

D.1 NT2 intermédiaire 195
D.2 NT4 intermédiaire 196
D.3 NT10 intermédiaire 196
D.4 ST intermédiaire 197
D.5 Déformation plane 197

E.1 mNT2 198
E.2 mNT4 199
E.3 mNT10 199
E.4 mST 200

F.1 CT standard 201
F.2 SENT standard 202
F.3 mDCT 202
F.4 Entailles latérales des mDCT 203
F.5 mSENT standard 203
F.6 Entaille latérales des mSENT 204

G.1 Comparaison de faciès de rupture pour des éprouvettes ST (a), NT2 (b), NT4 (c) et NT10 (d) 207
G.2 Comparaison de faciès de rupture pour des éprouvettes NT10-T (a), des éprouvettes NT4-T (b) et des éprouvettes NT2-T (c) 208

Annexe I

Annexe A

Méthode de la complaisance appliquée aux mini–éprouvettes SENT (mSENT)

A.1 Pré-fissuration des éprouvettes

Les mini–éprouvettes de type SENT sont présentées à la figure A.1. L'entaille initiale après usinage doit avoir un diamètre d'environ 0.1 mm. Pour ce faire le même fil de diamètre 100 μm que pour les mini-DCT est utilisé. L'entaille est usinée en premier. Pour ne pas élargir celle–ci en retirant le fil, le courant est arrêté et le métal à usiner est déplacé de la profondeur souhaitée pour l'entaille. Le reste de l'éprouvette est ensuite usiné. Les dimensions de ces éprouvettes sont très petites et exigent une très bonne précision. Il est nécessaire de définir une gamme d'usinage détaillée. Le point de référence pour usiner l'éprouvette est l'un des quatre coins. Le positionnement (cote) de l'entaille initiale est alors relativement facile. L'éprouvette est ensuite pré-fissurée en fatigue et il est alors nécessaire de correctement repositionner celle-ci afin d'usiner les entailles latérales. Cette étape est particulièrement délicate en particulier parce que l'entaille est trop petite pour être repérée directement dans le bain de la machine–outil. On utilise donc le point de référence défini plus haut. Par ailleurs, la fissure de fatigue n'est pas visible et il est alors impossible de mieux positionner les entailles latérales si la fissure a dévié du plan médian.

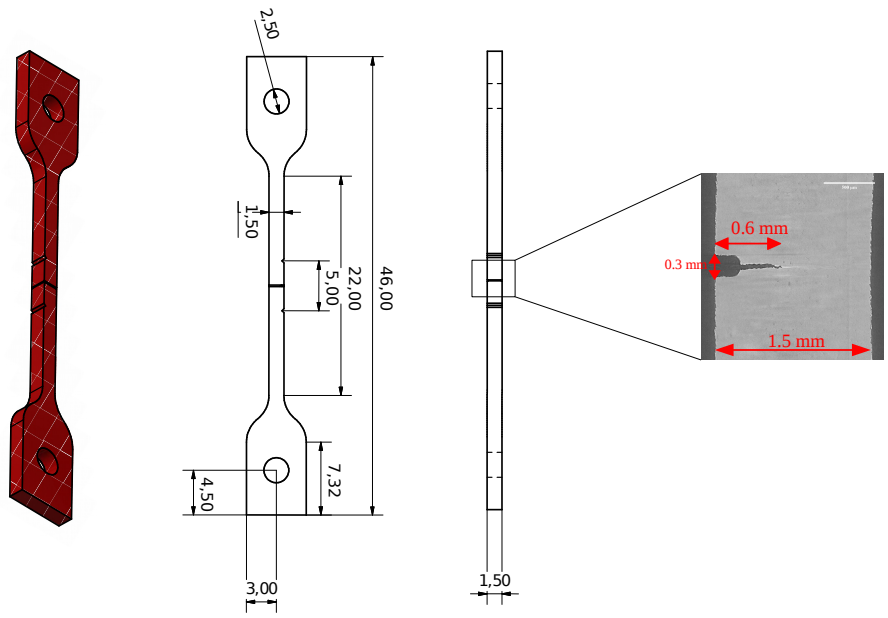


FIGURE A.1 – Dessin de définition d'une mini-SENT (mSENT)

Avant l'essai de rupture, ces éprouvettes ont été pré-fissurées par fatigue. Le choix de la machine à cette étape est important. En effet, la section de l'éprouvette est de 1.5 mm × 1.2 mm et sa charge limite est faible. La pré-fissuration sur une machine servo-hydraulique est donc une étape risquée et il convient de bien contrôler les conditions de pré-fissuration. C'est pour cette raison qu'une machine électronique appelée de faible capacité a été choisie pour cette étape. Il s'agit d'une machine électronique de type «Electropulse Instron E1000» (figure A.2).

FIGURE A.2 – Dessin de définition d'une mini-SENT

C'est une machine conçue pour des essais sur les polymères ou les feuillards métalliques.

Elle peut aller de 0.01 à 100 Hz. Elle a une gamme de déplacement qui varie entre ±30 mm à 1 Hz et ±5 μm à 100 Hz. Elle a une accélération maximale de 63 m.s^{-2} et peut être équipée d'une étuve pour des températures allant de −70°C à +250°C. Cette machine permet d'éviter les coups brusques et brutaux qu'on peut avoir avec une machine servo-hydraulique en mettant les bonne limites et le système de pilotage en mode «protection de l'éprouvette».

Une pré-fissure a été introduite de la même manière que pour les mDCT. On respecte toujours un rapport de charge R=0.1. Néanmoins, le calcul des chargements maximaux pour la pré-fissuration n'est pas normé puisque, dans la littérature, il n'existe pas des cas d'étude des mini éprouvettes de type SENT qui ont été pré–fissurées comme ce qui est présenté par cette étude. Donc, la démarche est peu connue. Par conséquent, on s'inspire de la norme BS-8571 [64] qui traite les éprouvettes de type SE(T) pour l'étude de soudage et l'expression de la fonction de concentration de contrainte présentée par Cravero *et al.*[40].

En prenant en considération les dimensions de la zone utile de l'éprouvette, la pré-fissure souhaitée est de 0.3 mm. La longueur de pré-fissure souhaitée la rend impossible à voir même avec des lunettes (des loupes de grandissement). La corrélation d'image semble être un alternatif aux lunettes de visée. En effet, en se basant sur la rugosité de la surface issue de l'usinage de l'éprouvette, il est possible avec un jeu de lumière de créer ce qui ressemble à des tâches en noir et blanc qui peuvent être vu comme un mouchetis (figure A.3).

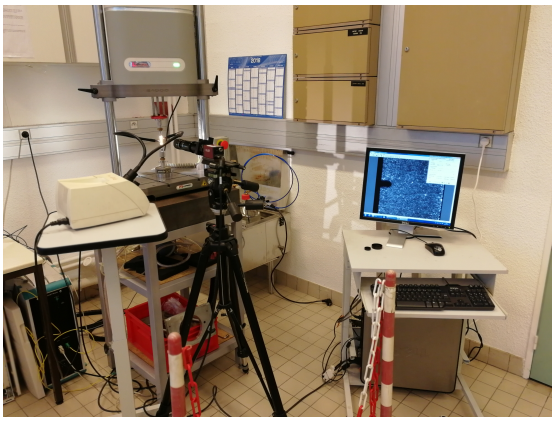
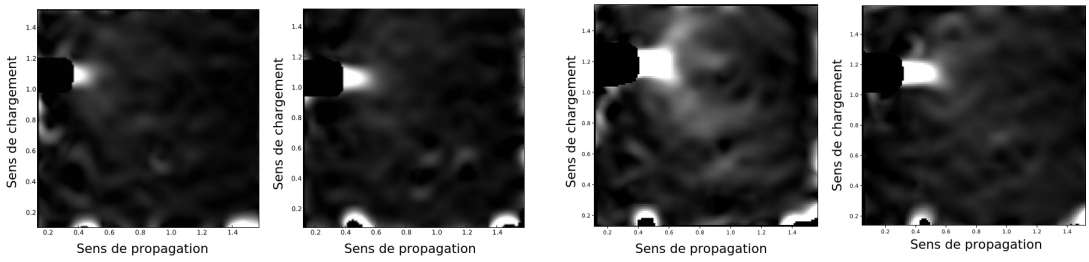


FIGURE A.3 – Dispositif expérimentale pour la pré-fissuration des mini-SENT

Le logiciel de corrélation d'images VIC permet de tracer le profil de la déformation au voisinage de l'entaille. La longueur de la zone de forte déformation correspond à la longueur de la pré-fissure. En pratique, la déformation reste faible mais le logiciel détecte le saut de déplacement lié à la présence de la fissure. Cette «déformation» est illustrée sur la figure A.4.



amorçage propagation

FIGURE A.4 – Propagation de la fissure dans une mini-SENT durant la pré-fissuration.

Le protocole de pré-fissuration dans le tableau A.1. Le nombre des cycles dans le tableau peut varier en fonction de l'état des éprouvettes (corrosion, présence des inclusions). Il est donc important d'observer l'essai.

TABLE A.1 – Protocole expérimental de pré-fissuration des mini-SENT

Δ_a (mm)	F_m (N)	F_a (N)	K (MPa $\sqrt{\text{m}}$)	Nbr de cycles sens LT	Nvr de cycles sens TL
0	214	175	7.25	90000	90000
0.1	206	169	9	13000	26000
0.3	166	136	10	13000	26000

Durant l'essai, tout comme dans le cas des mDCT, on constate que la fissure ne se propage pas de la même manière sur les deux faces de l'éprouvette. Cette asymétrie est incontournable dans les deux cas d'étude. Elle est due à de léger désalignement machine. Il faut à chaque fois inverser l'éprouvette pour équilibrer la fissure pour rattraper la fissure la plus longue. Ensuite, des entailles latérales sont usinée comme indiqué précédemment. L'estimation de la quantité de matière à enlever est faite en se basant sur la simulation numérique. On simule une éprouvette SENT en enlevant 10% de l'épaisseur totale (soit 5% de chaque coté) et 20% de l'épaisseur totale soit (10% de chaque côté). En comparant le niveau de triaxialité engendré par la réduction d'épaisseur, on a choisi d'employer des entailles de 20% de l'épaisseur.

A.2 Réalisation des essais de complaisance à l'aide de la machine Bulky

A.2.1 Protocole expérimental

Contrairement au SENT, les mSENT sont goupillées (pin-loaded). Par ailleurs, certaines éprouvettes sont testées *in-situ* en tomographie en utilisant la machine «Bulky» qui impose alors l'emploi de goupilles (voir figure A.5). Certains essais sont basés sur la méthode de la charge–décharge pour la détermination de la complaisance et de l'avancée de fissure. Les essais *in-situ* sont conduits avec un chargement monotone et une prise de radiographies en continu.

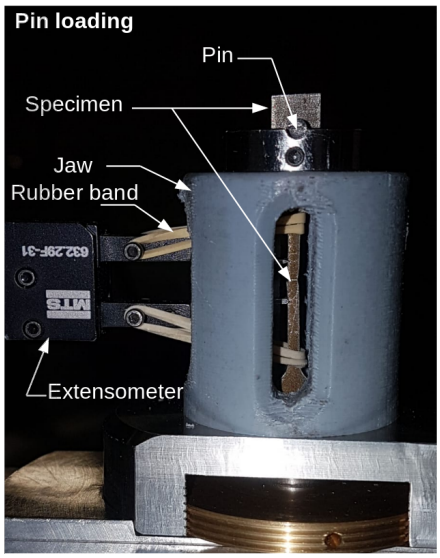


FIGURE A.5 – Montage de l'éprouvette mSENT dans la machine «Bulky».

Le protocole expérimental adopté pour ces essais ressemble, sur le principe, à celui appliqué sur mes macro–SENT. En particulier, des décharges partielles sont effectuées régulièrement afin de mesurer les variations de la complaisance des éprouvettes. La machine est pilotée en déplacement extensomètre. Elle charge jusqu'à une valeur cherchée, elle maintient pendant 60 s puis elle décharge jusqu'à 75% de la charge maximale atteinte lors du chargement. La fréquence de ces charges–décharges est définie de sorte à avoir suffisamment de points après la force maximale et pendant la descente de celle-ci L'extensomètre, dans le cas des mini–éprouvettes SENT, n'est pas dans sa position standard au niveau du CMOD. En effet, l'entaille usinée par EDM n'est pas suffisamment large pour pouvoir mettre un extensomètre. Une solution adaptée à notre géométrie d'éprouvette est de reporter l'extensomètre de 2.5 mm de part et d'autre de l'entaille. Ce décalage doit être pris en compte pendant la phase de dépouillement.

A.2.2 Premiers résultats

À ce stade d'avancement, les résultats qui seront présentés ne tiennent pas en compte les corrections de rotation. Contrairement aux éprouvettes standards, on teste deux sens de prélèvement pour les mini–éprouvettes. En plus de l'extensomètre mécanique, on dépose un mouchetis sur une des faces observées de l'éprouvette. Il aidera à placer un «extensomètre» dit virtuel sous la forme de marqueur. Les marqueurs seront placés dans la position conventionnelle (voir figure A.6).

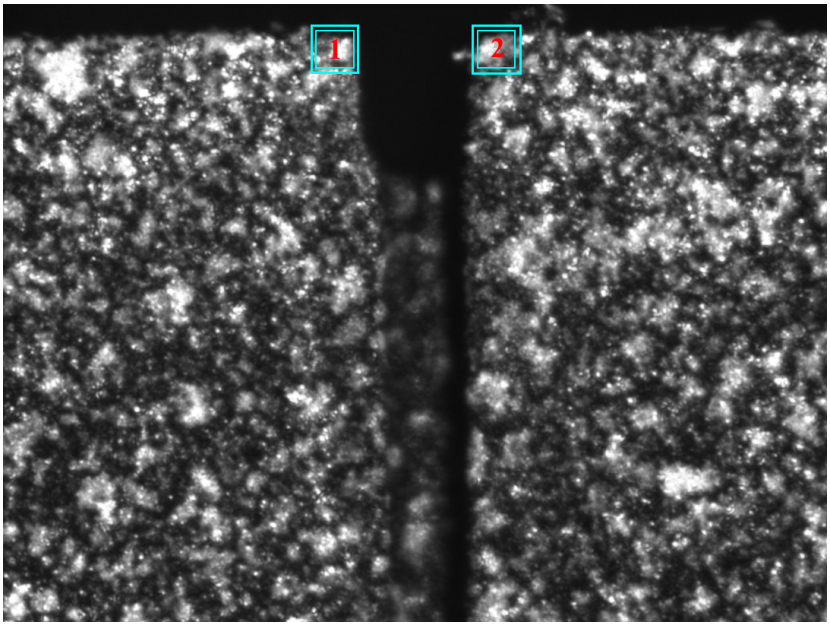


FIGURE A.6 – Position de marqueur pour mesurer l'avancée de la fissure

La comparaison entre le CMOD mesuré avec le suivi de marqueur et celui mesuré avec l'extensomètre mécanique permettra de comparer les résultats et éventuellement de proposer une correction pour obtenir le CMOD à partir de la mesure de l'extensomètre. Cette correction pourra être validée par calcul. Le graphe A.7 présente une comparaison entre les résultats mécaniques et optiques. On constate que les deux types de mesures sont proches. La figure A.7-(b) présente l'évolution de la mesure de l'extensomètre optique en fonction de l'extensomètre mécanique. La courbe est linéaire avec un changement de pente au voisinage de 0.13 mm en lecture mécanique. En comparant cette courbe avec la première bissectrice, on remarque le rapport entre les deux mesures n'est pas loin de 1.

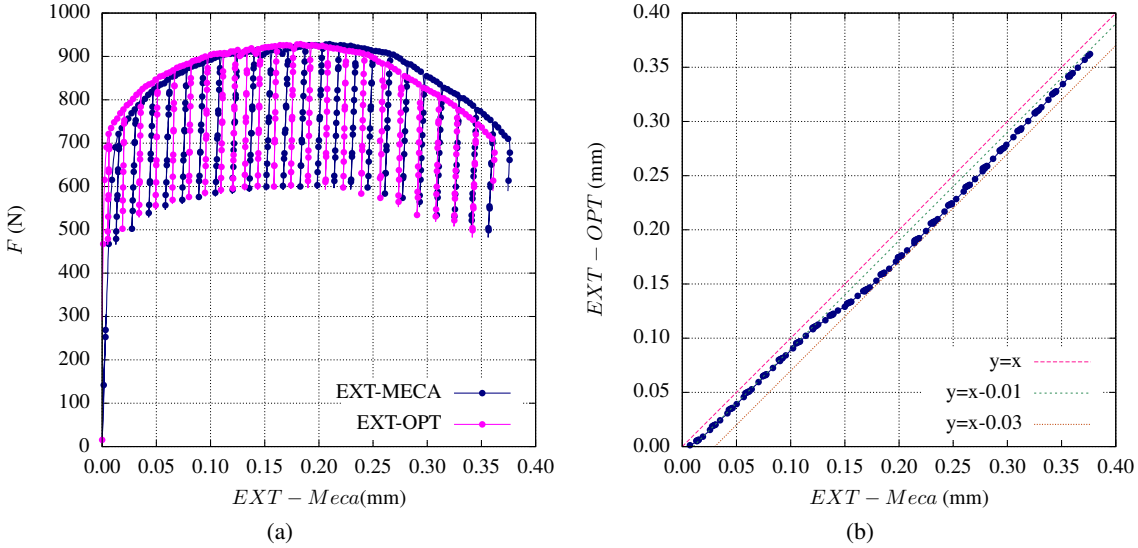


FIGURE A.7 – Comparaison entre la mesure de l'extensomètre et la mesure optique : (a) courbe contrainte en fonction du CMOD mesuré avec l'extensomètre mécanique et le CMOD mesuré avec l'extensomètre optique, (b) mesure optique en fonction de la mesure extensomètre.

Le graphe A.8 présente une comparaison entre les mini–éprouvettes prélevées selon le sens LT et selon le sens TL. La dispersion en terme de force maximale qu'on voit dans chacun des graphes est due à la différence des tailles de la longueur de pré-fissure initiale a_0. Plus la longueur de fissure initiale a_0 est importante moins l'éprouvette est résistante. Ces premiers résultats montrent qu'il est possible de réaliser des essais en charge-décharge. L'exploitation des données pour en déduire des courbes de propagation à la fissure $J - \Delta a$ est en cours, elle fait l'objet des perspectives associées à cette étude.

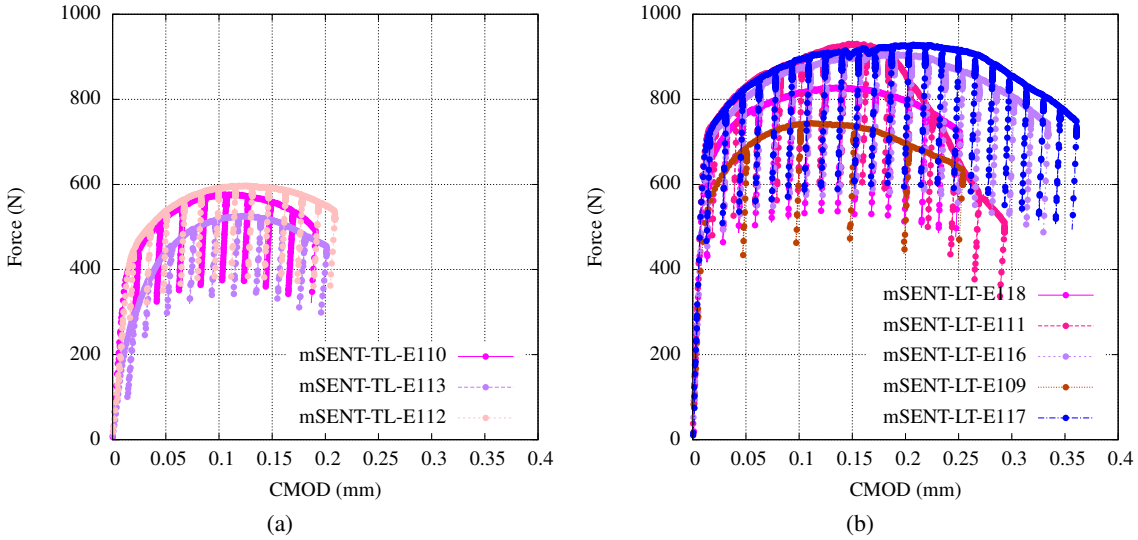


FIGURE A.8 – Courbe force-déplacement pour des mini–éprouvettes SENT prélevées selon le sens L et T : (a) mSENT-TL, (b) mSENT-LT.

Annexe II

Annexe B

Plans des éprouvettes standards

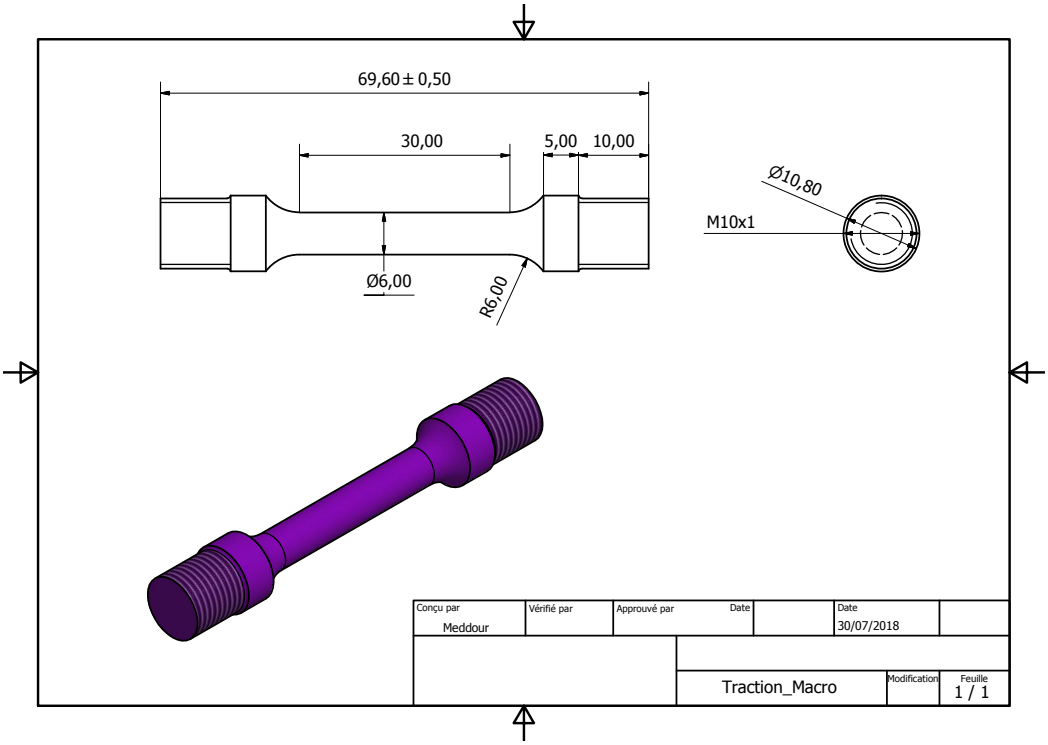


FIGURE B.1 – ST

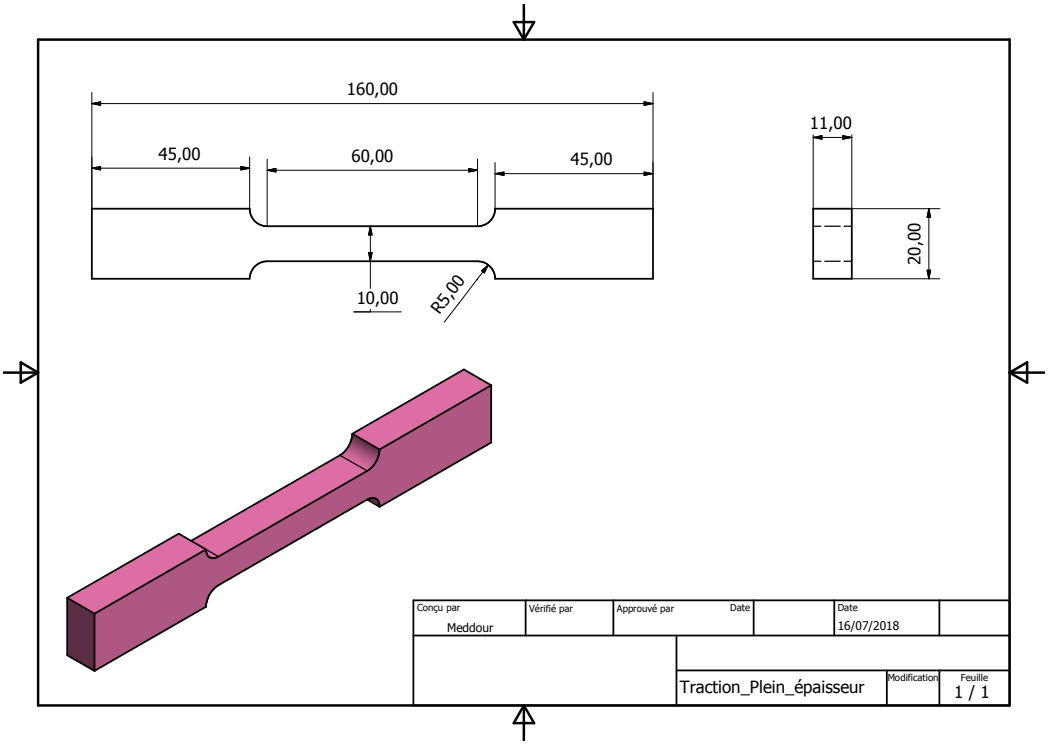


FIGURE B.2 – Plan de l'éprouvette SST

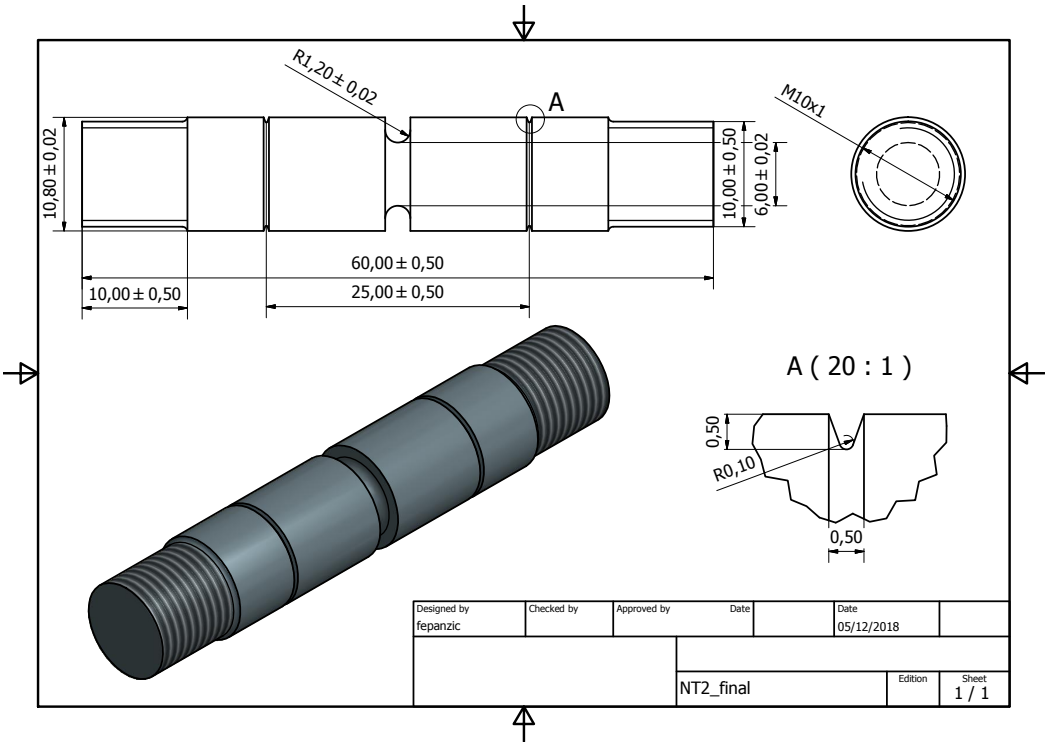


FIGURE B.3 – NT2

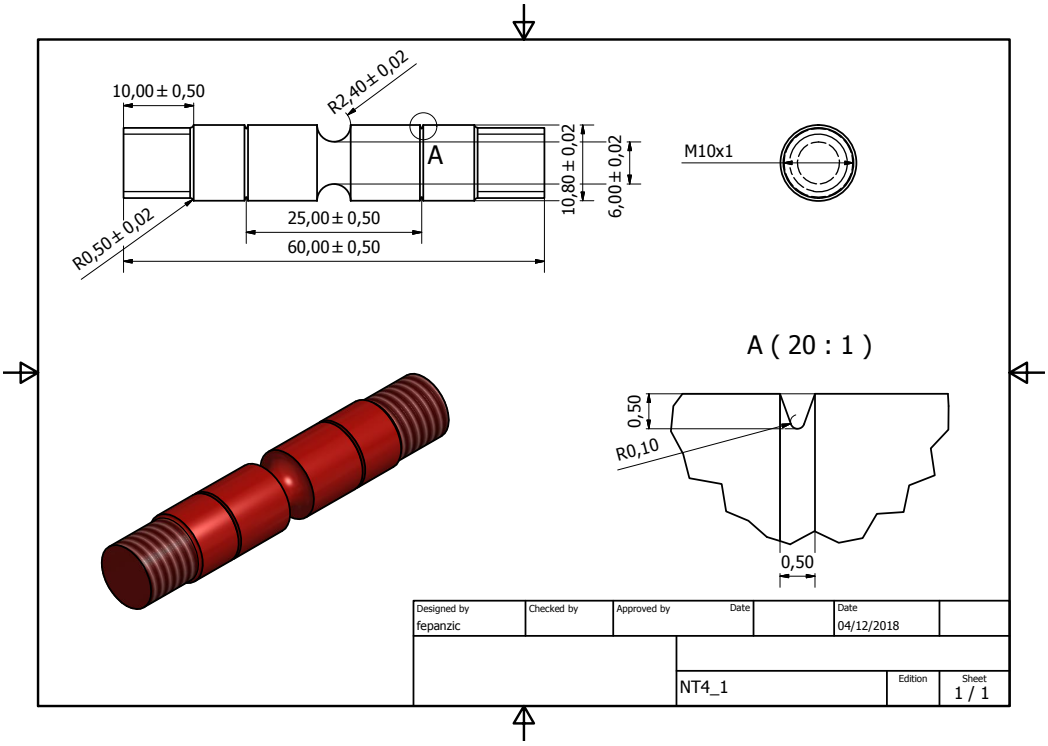


FIGURE B.4 – NT4

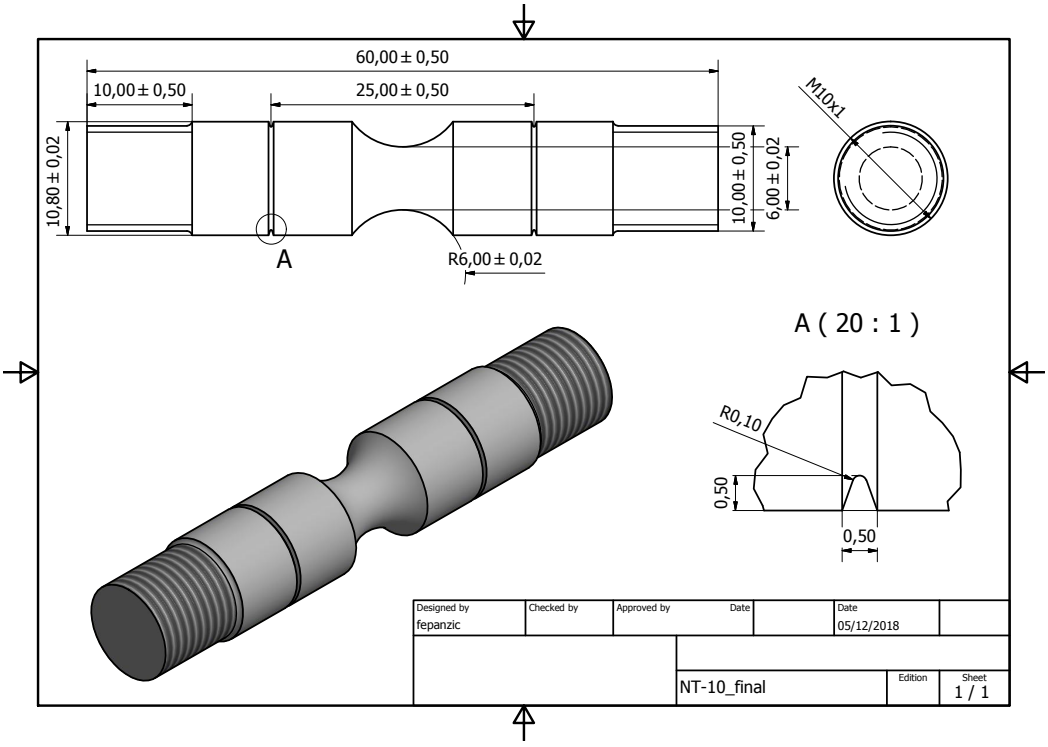
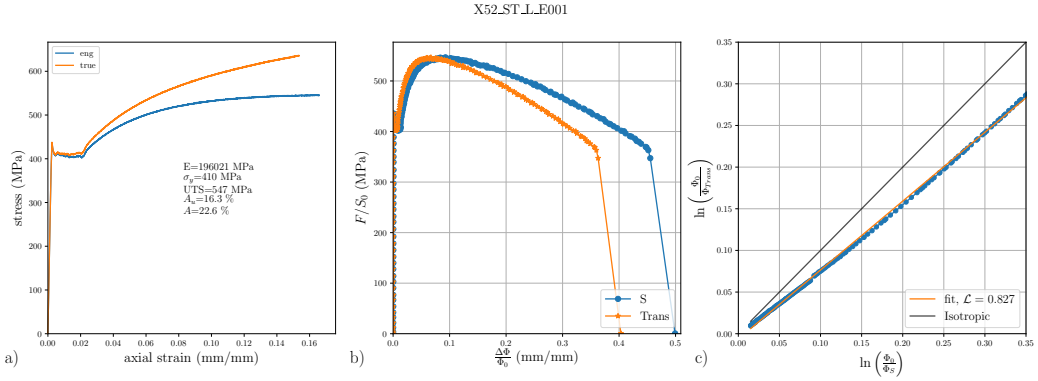
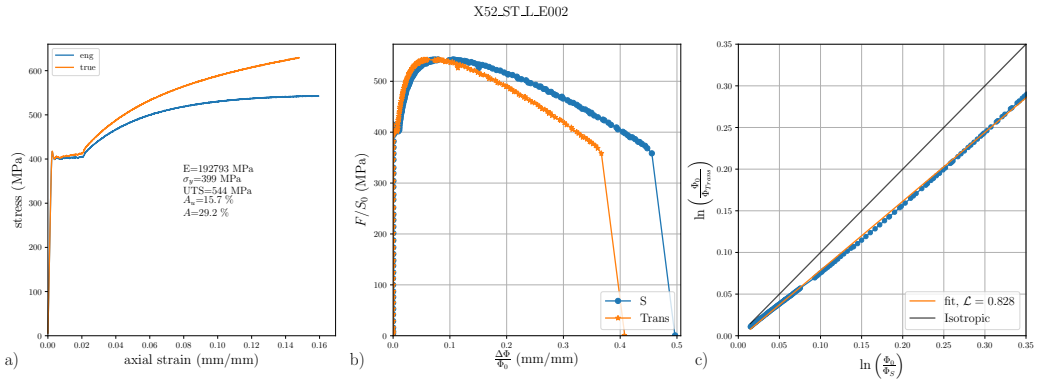


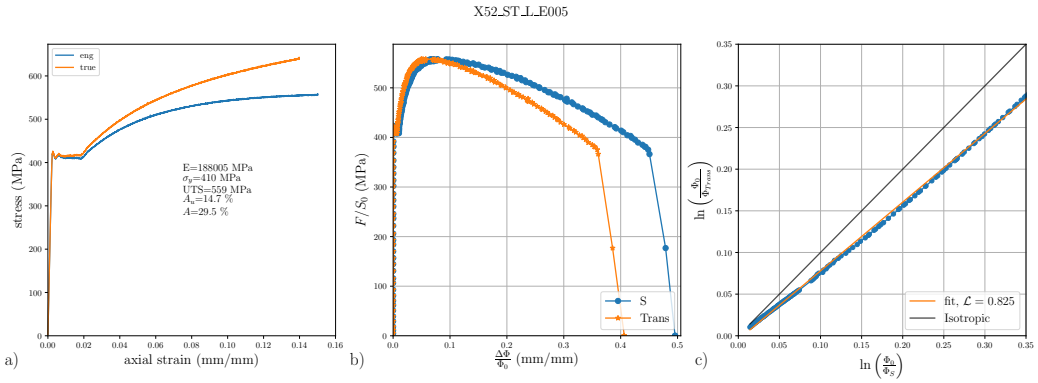
FIGURE B.5 – NT10

Annexe C

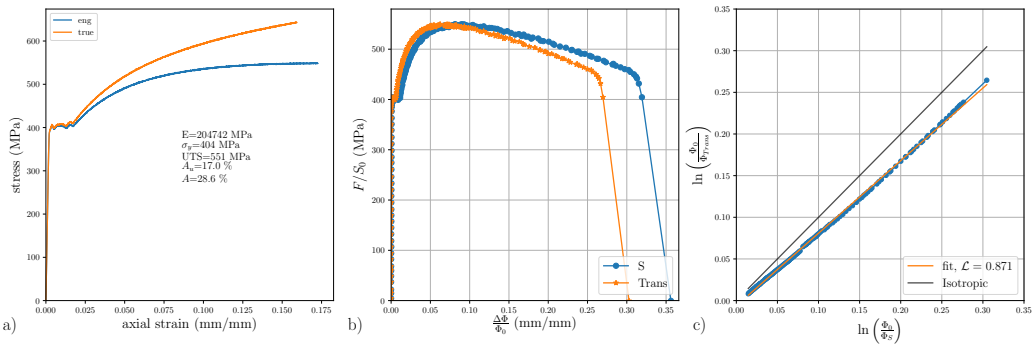
Résultats sur ST



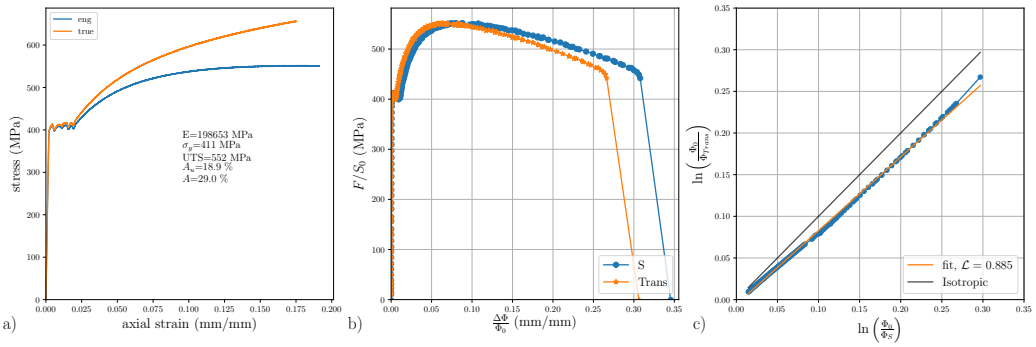




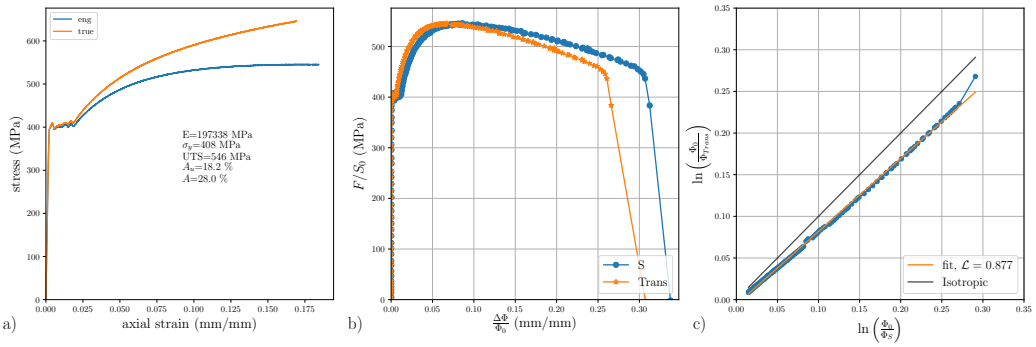
X52_ST_T_E006



X52_ST_T_E004



X52_ST_T_E003



Annexe D

Plans des éprouvettes intermédiaires

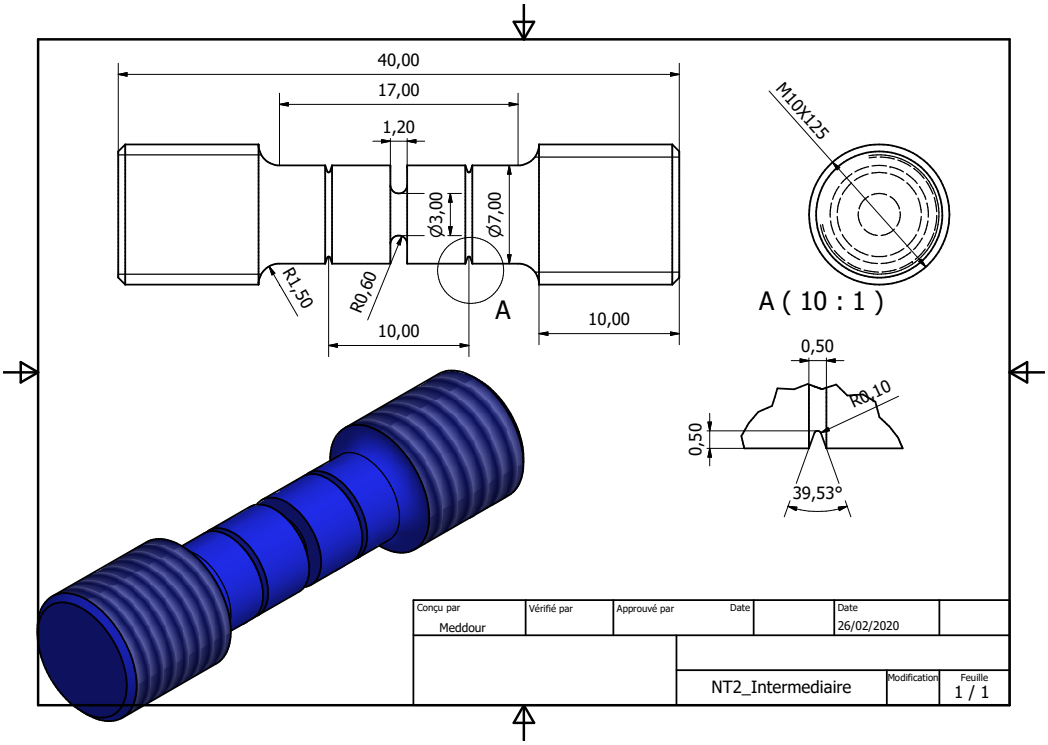


FIGURE D.1 – NT2 intermédiaire

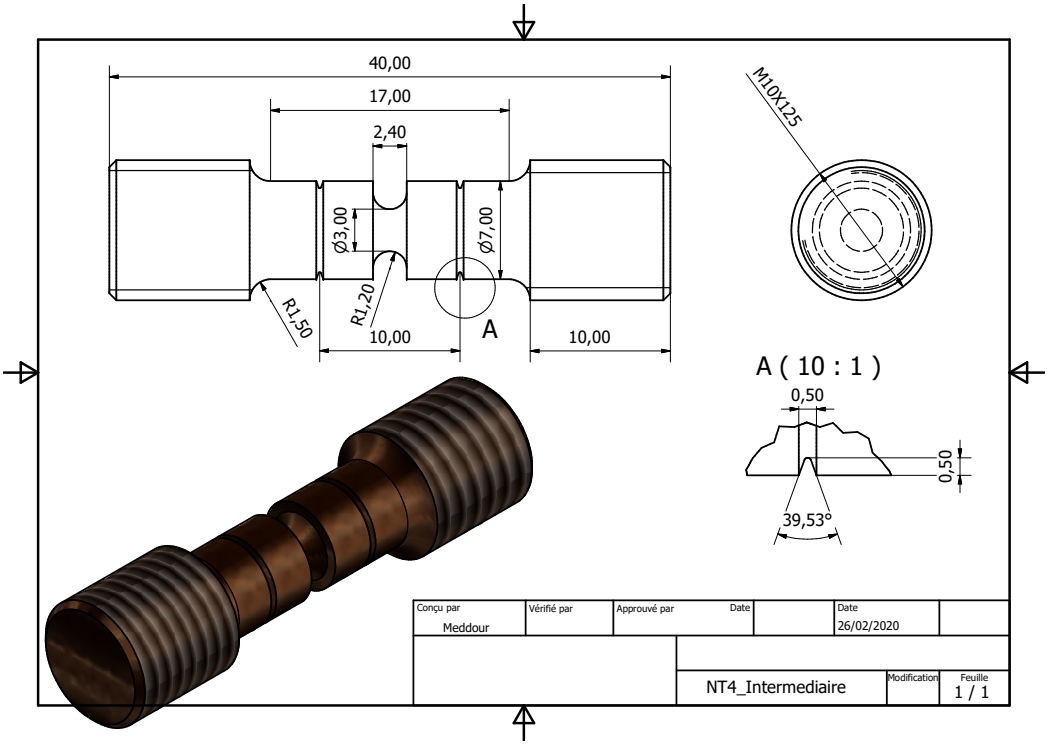


FIGURE D.2 – NT4 intermédiaire

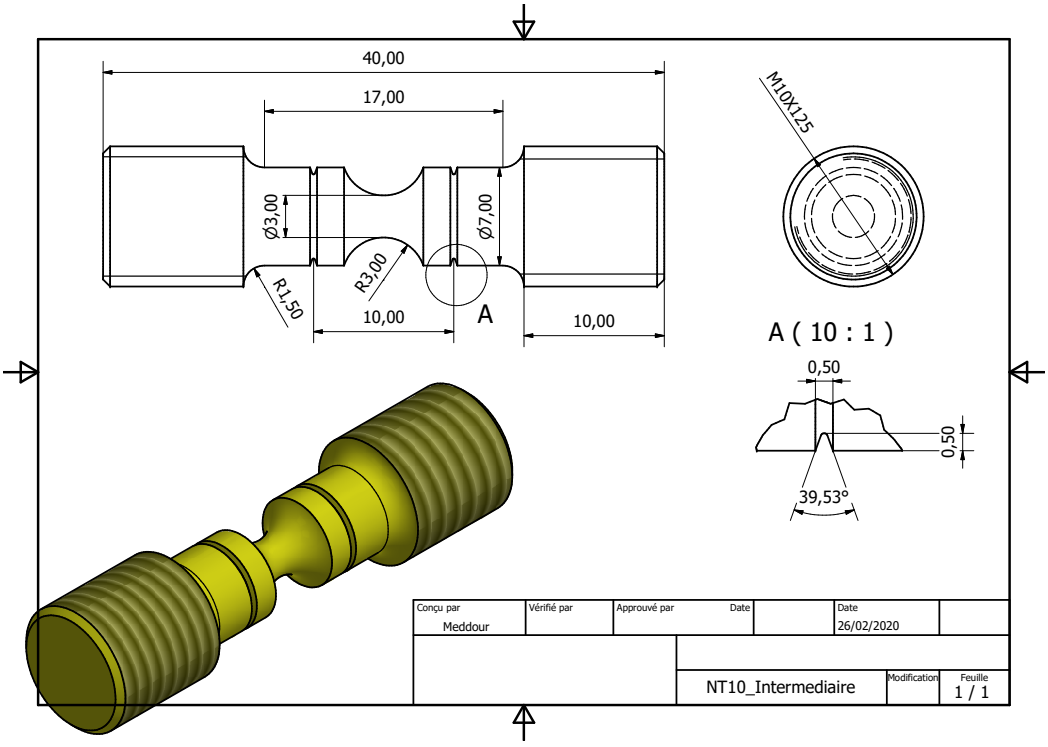


FIGURE D.3 – NT10 intermédiaire

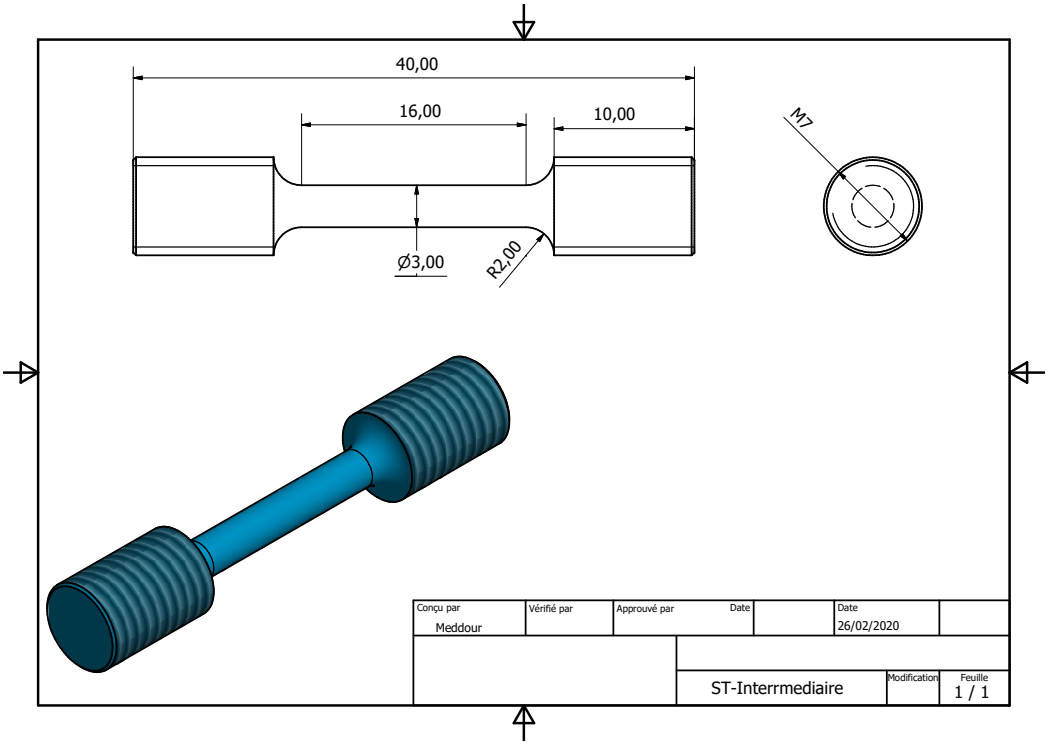


FIGURE D.4 – ST intermédiaire

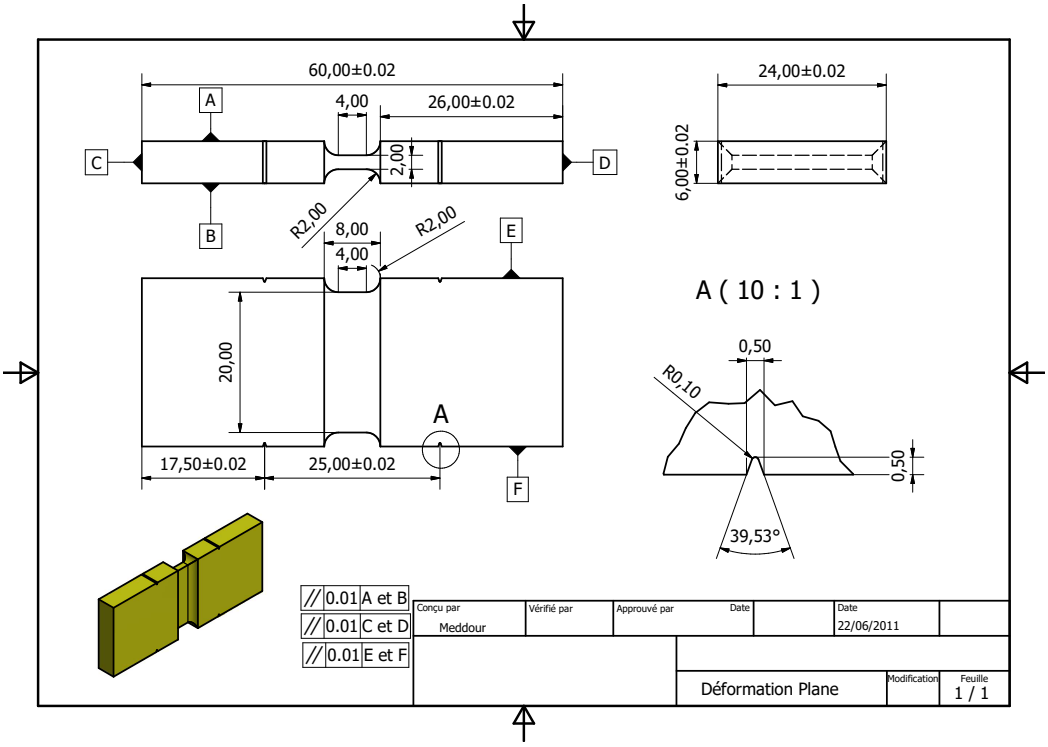


FIGURE D.5 – Déformation plane

Annexe E

Plans des mini-éprouvettes

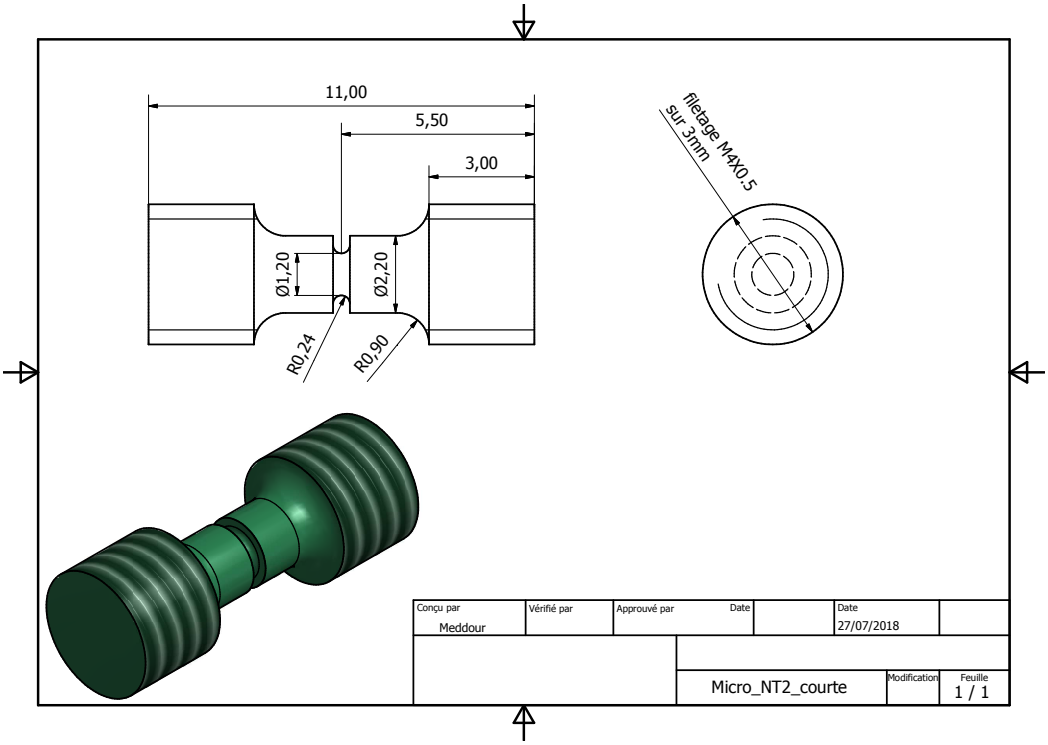


FIGURE E.1 – mNT2

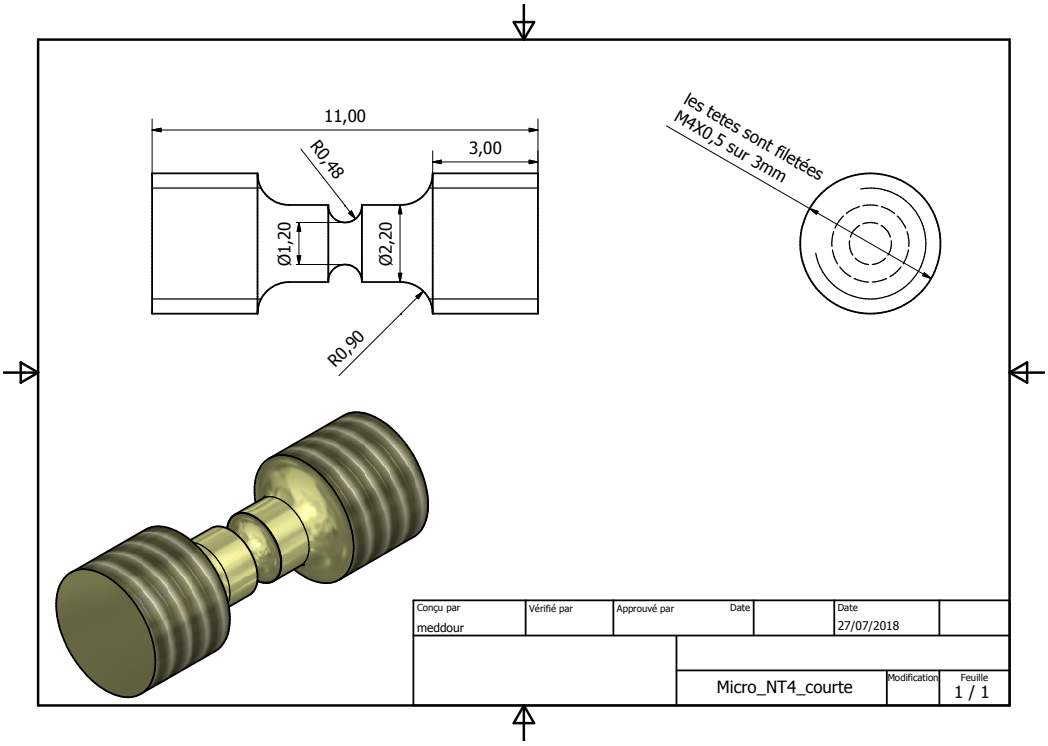


FIGURE E.2 – mNT4

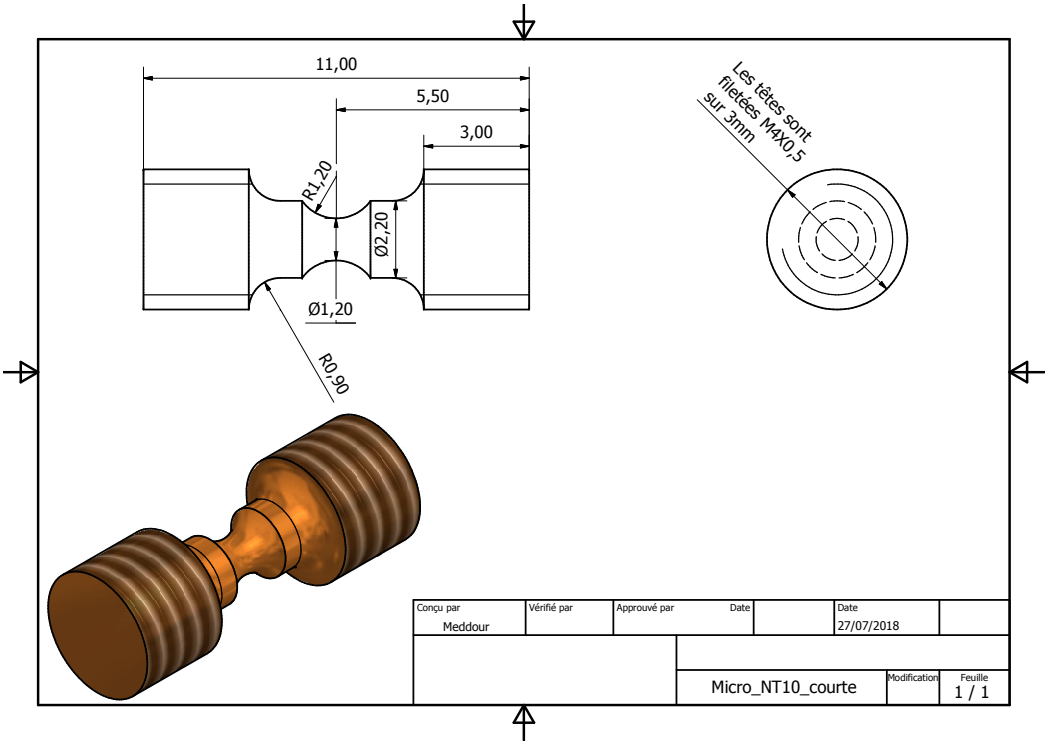


FIGURE E.3 – mNT10

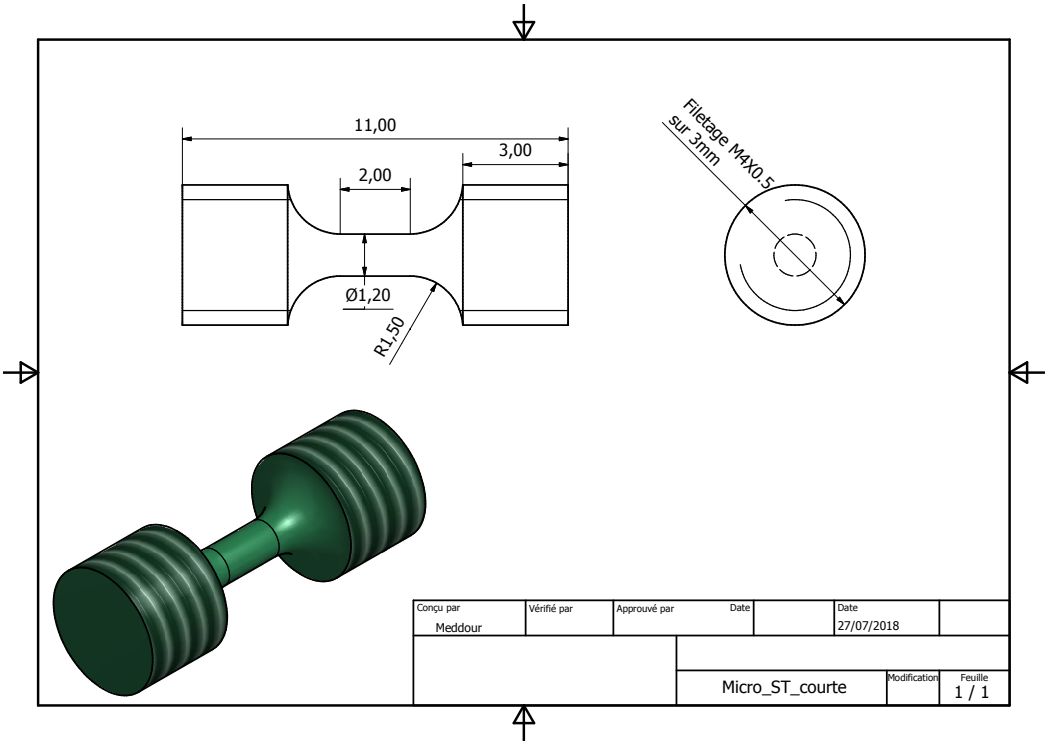


FIGURE E.4 – mST

Annexe F

Plans des éprouvettes de fissuration

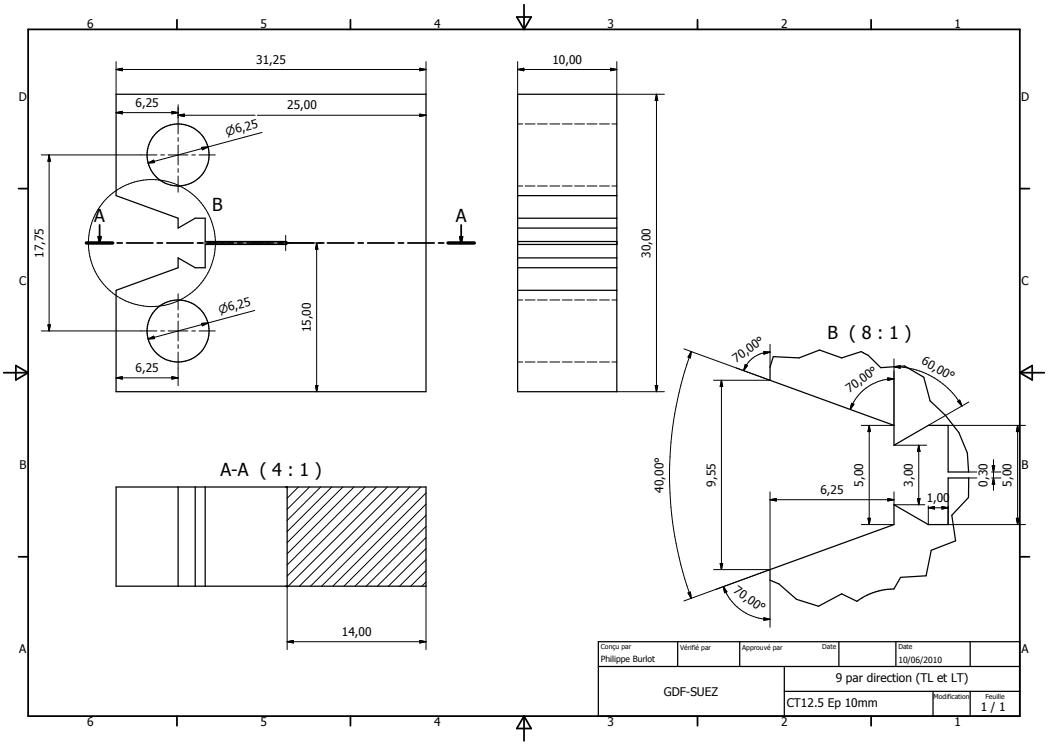


FIGURE F.1 – CT standard

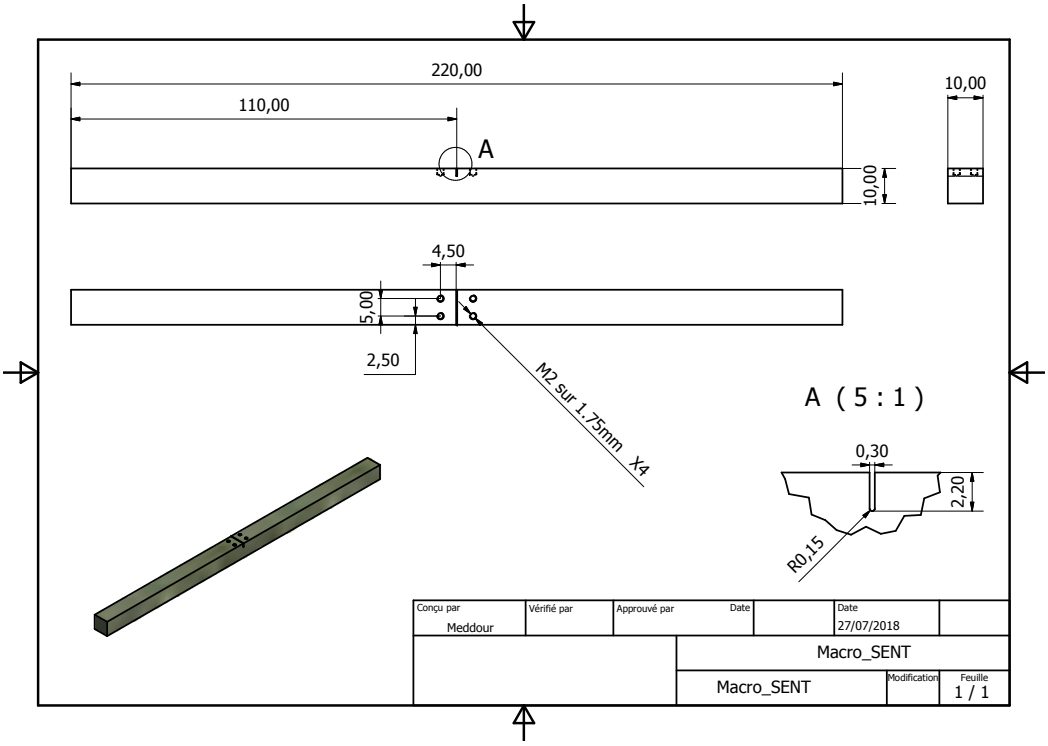


FIGURE F.2 – SENT standard

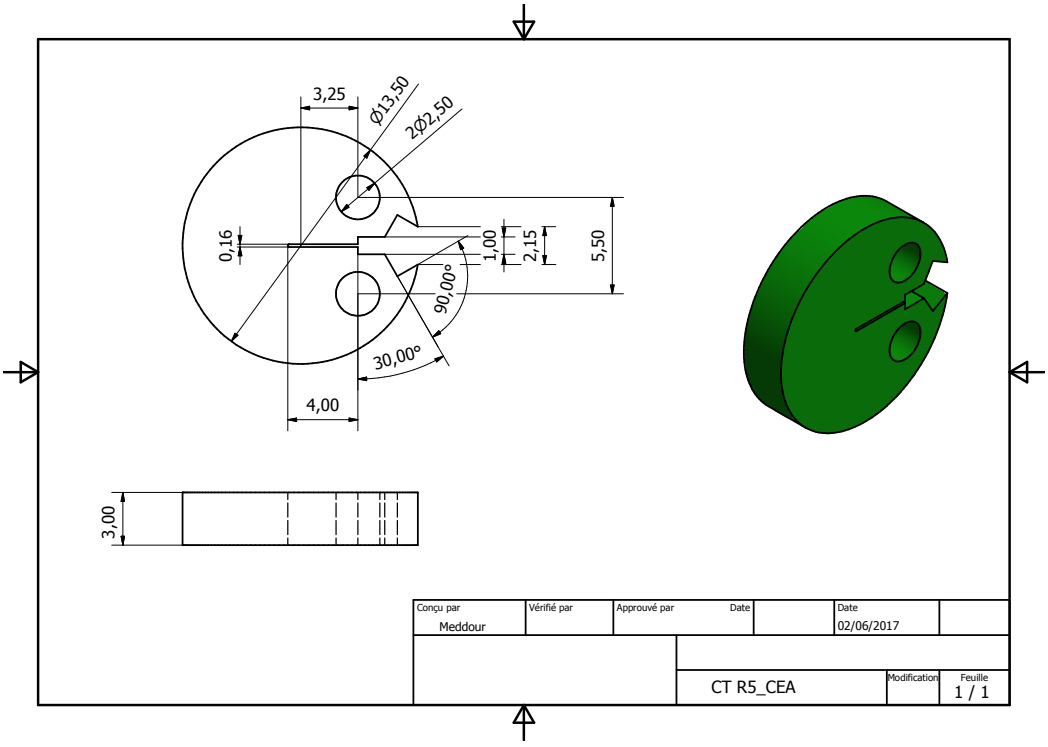


FIGURE F.3 – mDCT

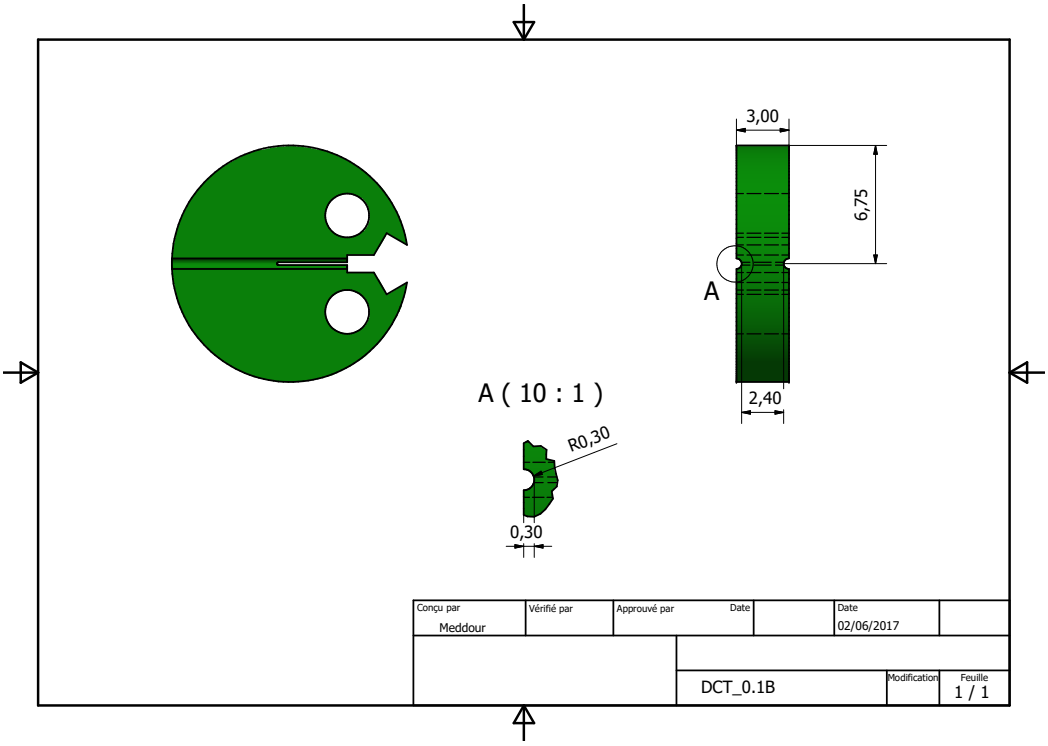


FIGURE F.4 – Entailles latérales des mDCT

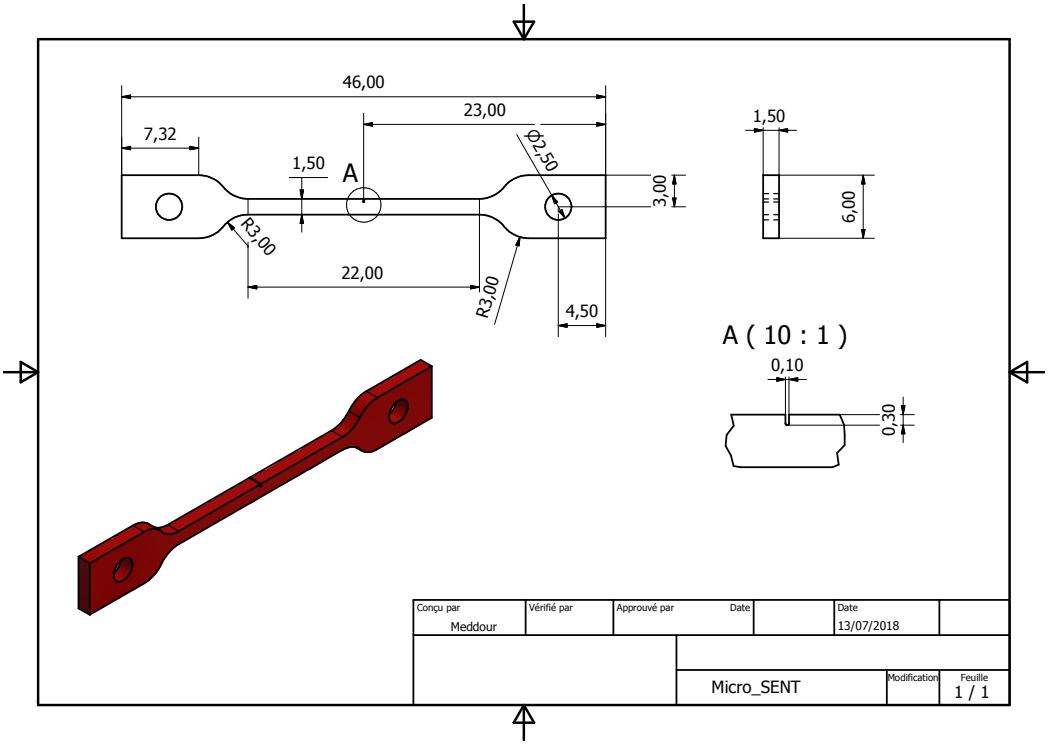


FIGURE F.5 – mSENT standard

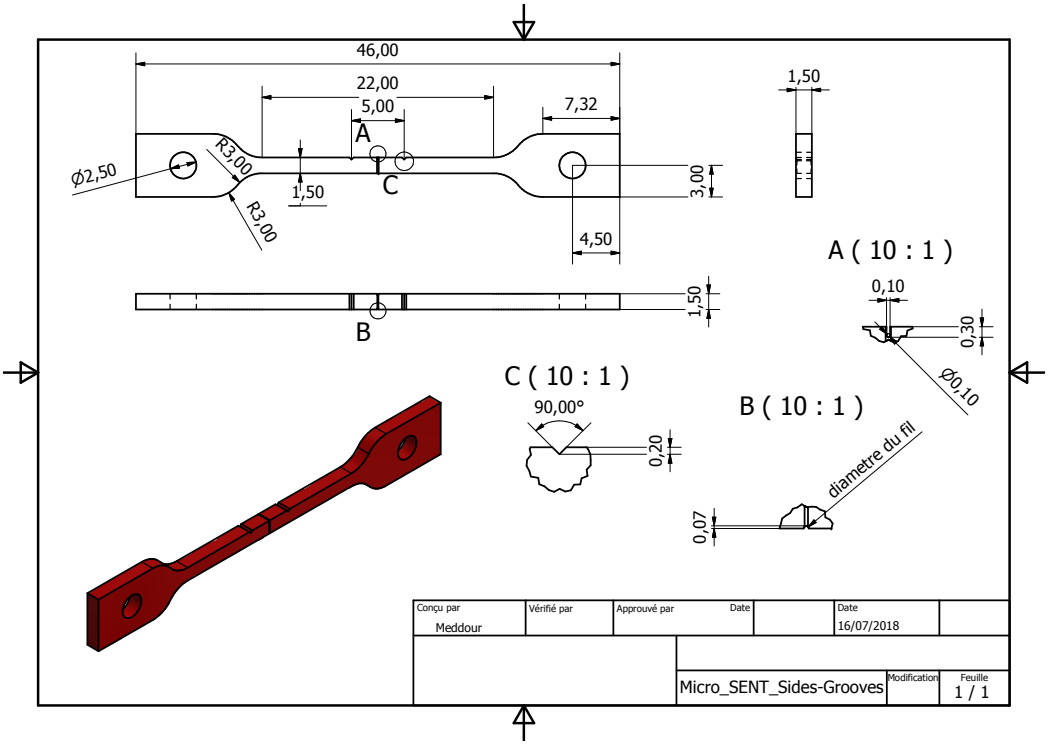
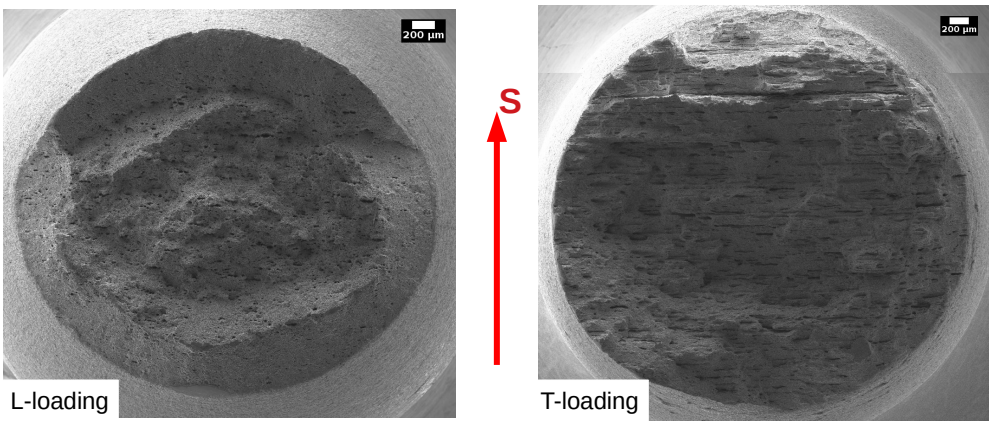


FIGURE F.6 – Entaille latérales des mSENT

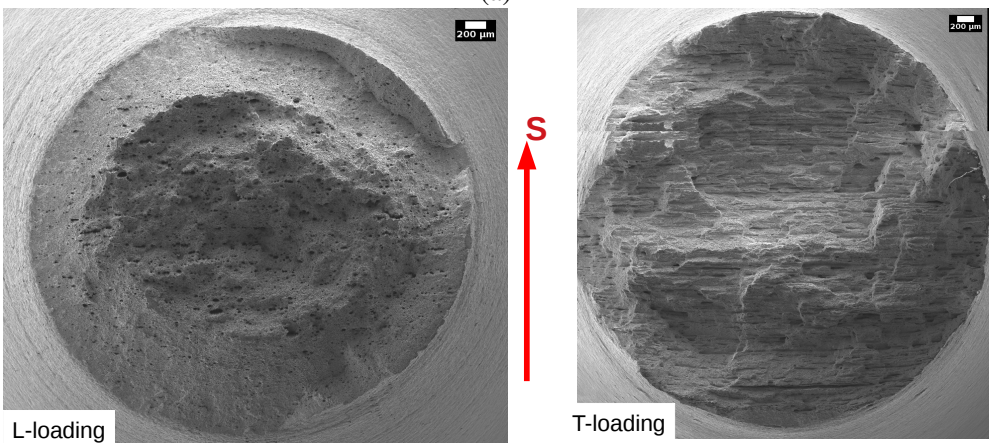
Annexe III

Annexe G

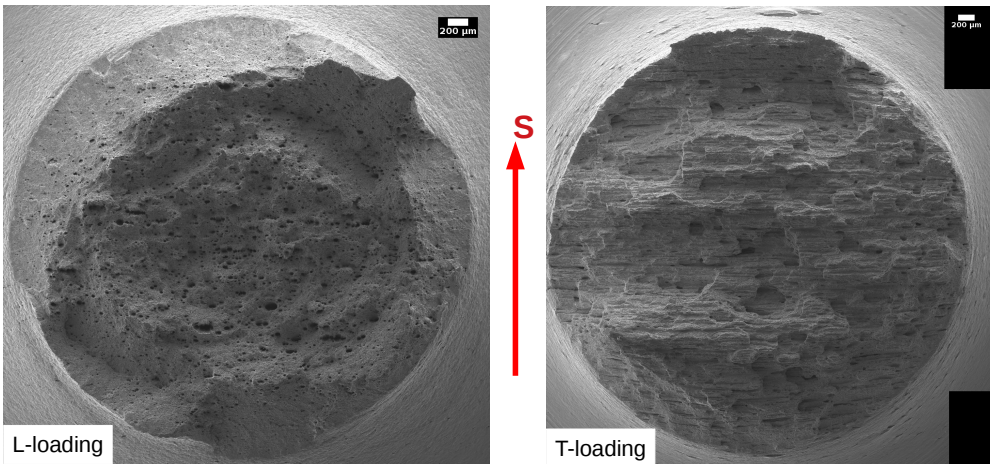
Fractographies des éprouvettes testées



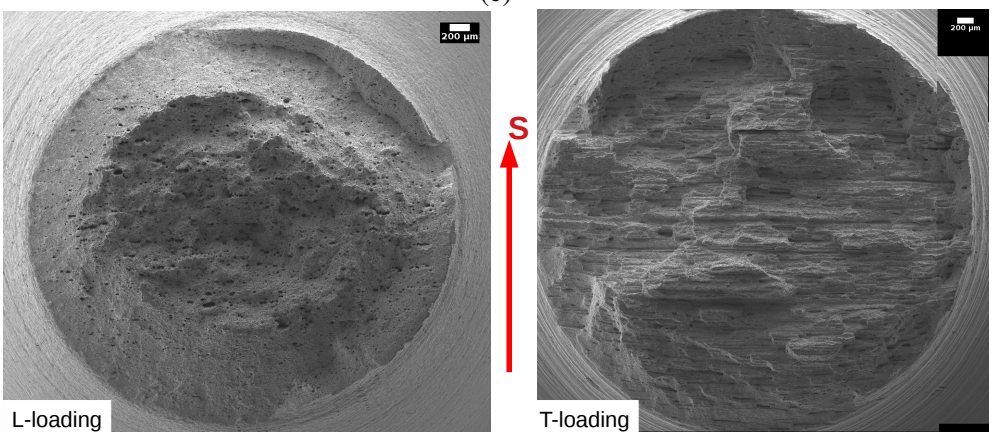
(a)



(b)



(c)



(d)

FIGURE G.1 – Comparaison de faciès de rupture pour des éprouvettes ST (a), NT2 (b), NT4 (c) et NT10 (d)

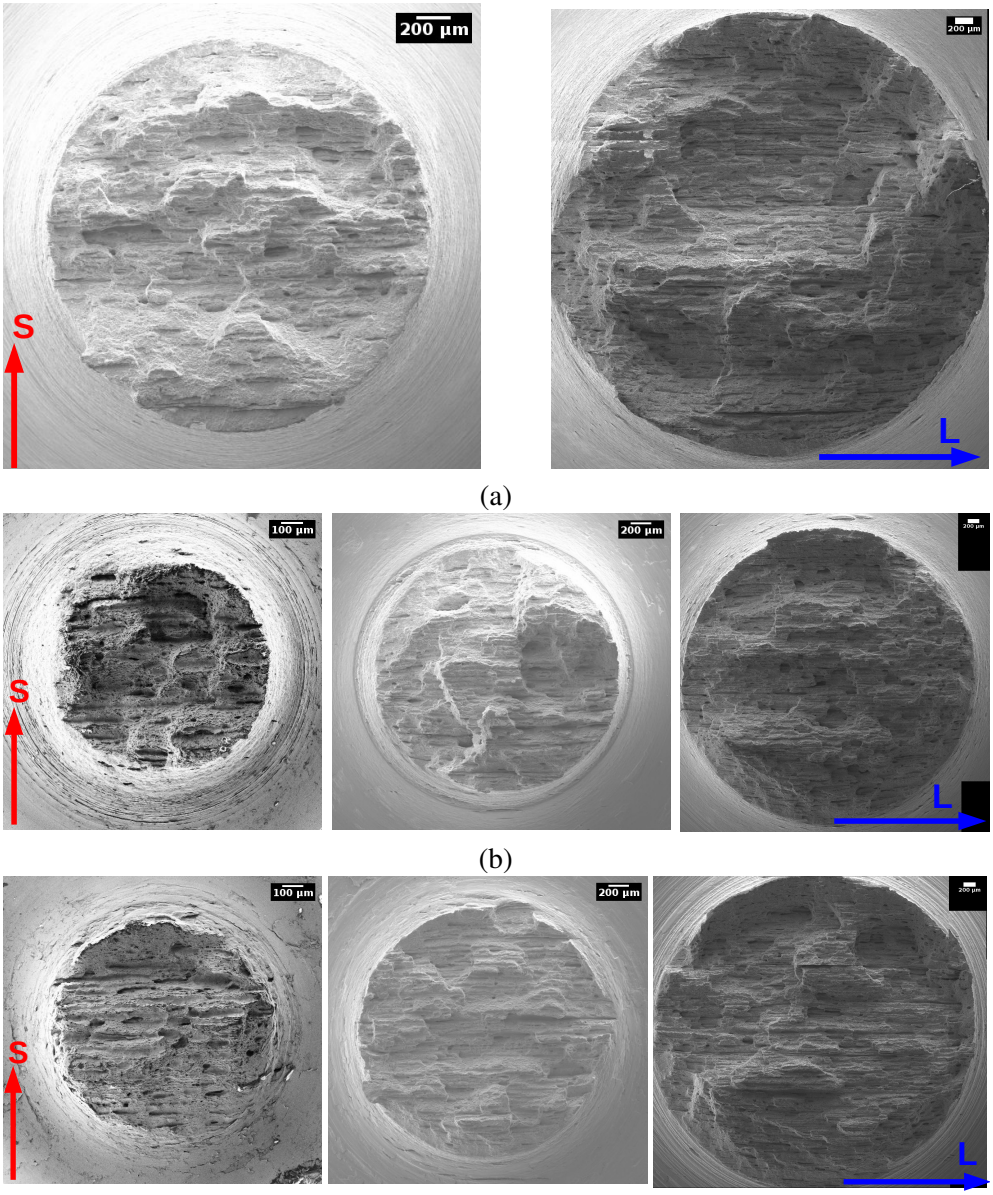


FIGURE G.2 – Comparaison de faciès de rupture pour des éprouvettes NT10-T (a), des éprouvettes NT4-T (b) et des éprouvettes NT2-T (c)

Annexe IV

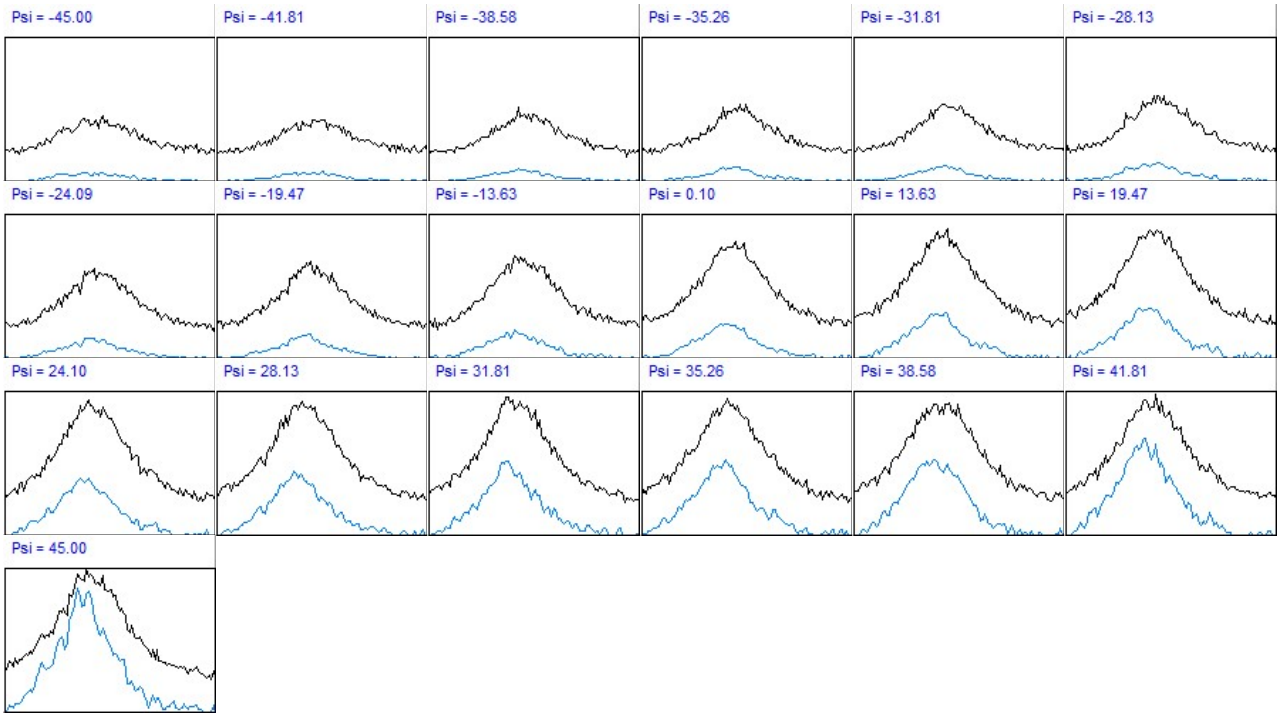
Annexe H

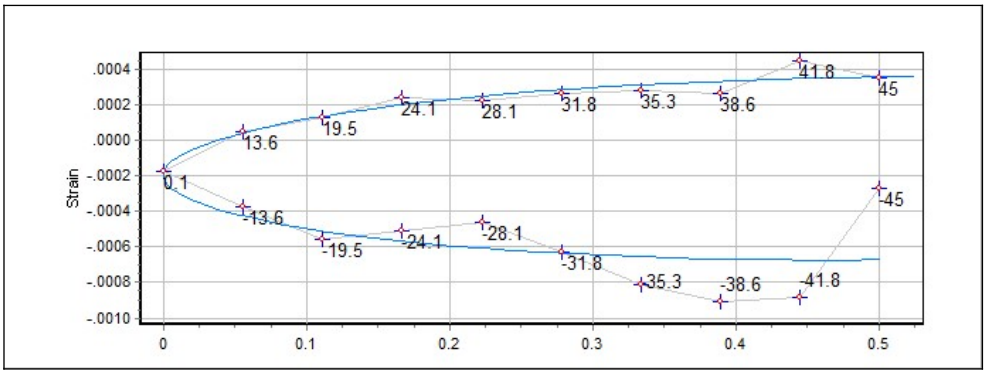
Étude des contraintes résiduelles d'usinage dans les mini–éprouvettes de traction

17/02/2021 16:43:26

Sample : **NT4-L**

Material	H K L	Wavelength	2Theta	Poisson	Young	S1	1/2 S2	Arx
Fe	3 1 0	0.1540549	116.372	0.320	181159	-1.766E-6	7.286E-6	1.000





Measured:
02/15/2021 15:43:2
Peak Evaluation Method:
Pearson VII

Stress Model:
Normal + Shear
Normal:
10.3_+ 29.8
Shear:
70.6_+ 5.5

Corrections: Absorption , Background (5) , Polarisation , Smooth , K alpha 2 (0.50)

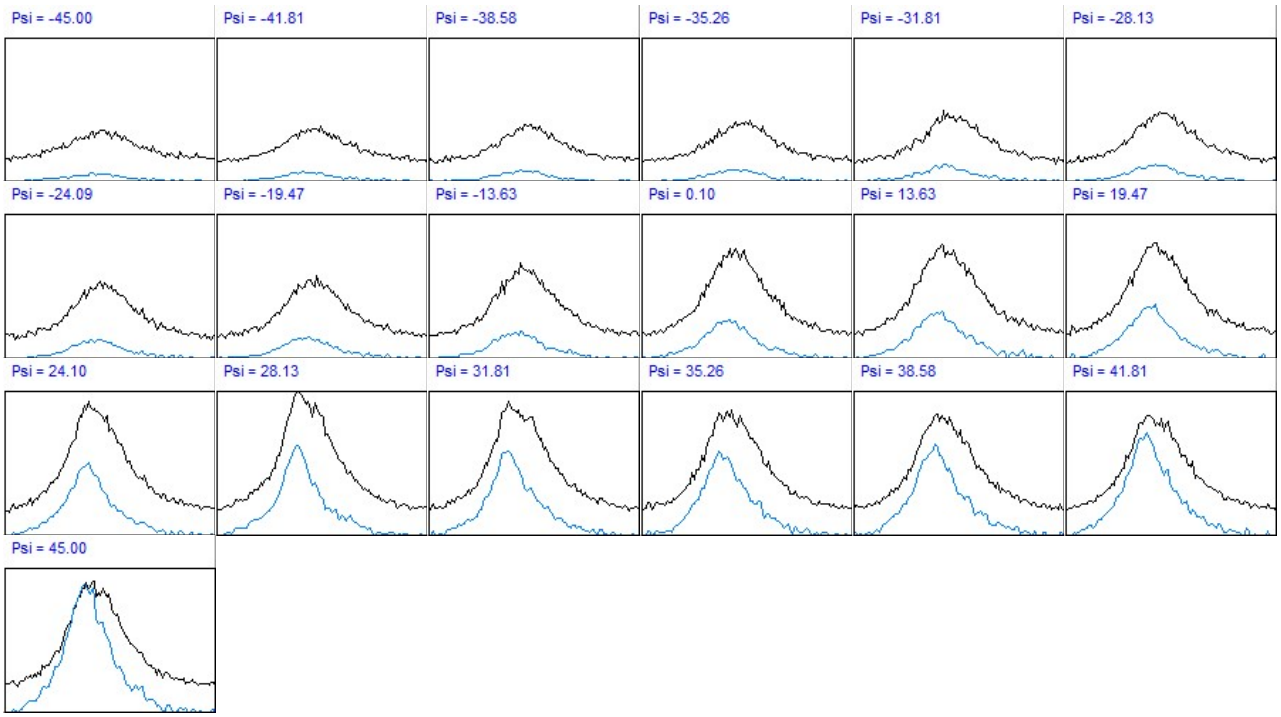
Phi: 0

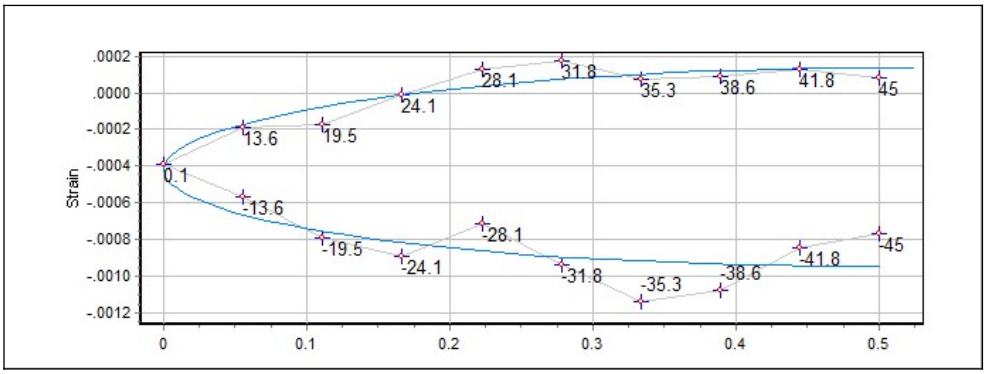
Psi values: -45.00, -41.81, -38.58, -35.26, -31.81, -28.13, -24.09, -19.47, -13.63, 0.10, 13.63, 19.47, 24.10, 28.13, 31.81, 35.26, 38.58, 41.81, 45.00

17/02/2021 16:44:09

Sample : **NT4-T**

Material	H K L	Wavelength	2Theta	Poisson	Young	S1	1/2 S2	Arx
Fe	3 1 0	0.1540549	116.372	0.320	181159	-1.766E-6	7.286E-6	1.000





Measured:
02/11/2021 16:48:1
Peak Evaluation Method:
Pearson VII

Stress Model:
Normal + Shear
Normal:
4.3 ± 22.1
Shear:
74.4 ± 4.1

Corrections: Absorption , Background (5) , Polarisation , Smooth , K alpha 2 (0.50)

Phi: 0

Psi values: -45.00, -41.81, -38.58, -35.26, -31.81, -28.13, -24.09, -19.47, -13.63, 0.10, 13.63, 19.47, 24.10, 28.13, 31.81, 35.26, 38.58, 41.81, 45.00

Bibliographie

[1] API SPECIFICATION 5L (SPEC 5L) : Specification for line pipe, 14th edn. Rapport technique, American Petroleum Institute, Washington DC, 1992.

[2] K. MOTARJEMI, M. KOASAK et V. VENTZKE : Mechanical and fracture characterisation of a bi-matérial steel plate. *J. of Pressure Vessels and Piping*, pages 181–191, 2002.

[3] I. SCHEIDER, W. BROCKS et A. CORNEC : Procedure for the determination of true stress-strain curves frol tensile tests with rectangular cross-section specimens. *J. Engineering Mater. Techologie*, pages 70–76, 2004.

[4] N. KASHAEV, M. HORSTMANN, V. VENTZKE, S. RIEKEHR et N. HUBER : Comparative study of mechanical properties using standard and micro-specimens of base materials Inconel 625, Inconel 718 and Ti-6Al-4V. *J. Mater. Res. Technol-JMRT*, pages 43–47, 2013.

[5] M. GORJI et D. MOHR : Micro-tension and micro-shear experiments to characterize stress-state dependent ductile fracture. *Acta Materials*, page 131, 2017.

[6] S. SUZUKI, S. SATO, M. SUZUKI, H. KINOSHITA, S. SATO, S. JITSUKAWA et H. TANIGAWA : Influence of Surface Roughness on Tensile Strength of Reduced-Activation Ferritic/Martensitic Steels Using Small Specimens. *ASTM Spécial Tech. Pub.*, pages 3–11, 2015.

[7] ESIS TC 5. : Proposed Standard M ethod for Instrumented Impact Testing of Sub-Size Charpy-V Notch Specimens of Steels. *European Structural Integrity Society ESIS*, 8, 1999.

[8] R. SCHILL, P. FORGET et C. SAINTE CATHERINE : Correlation between charpy-V and sub-size charpy tests results for an un-irradiated low alloy RPV ferritic steel. *Int journal of fracture*, 19:183–193, 2013.

[9] C. SAINTE-CATHERINE, C. POUSSARD, J. VODINH, R. SCHILL et N. HOURDEQUIN : Finite element simulations and empirical correlation for Charpy-V and subsize Charpy tests on an unirradiated low-alloy RPV ferritic steel. *In : Small specimen test techniques. American Society for Testing and Materials Special Technical Publications*, 1418:107–136, 2002.

[10] E. LUCON, C. MCCOWAN et R. SANTOYO : Overview of NIST Activities on Subsize and Miniaturized Charpy Specimens : Correlations With Full-Size Specimens and Verification Specimens for Small-Scale Pendulum Machines. *J. Press. Vessel Technol.-Trans ASME 138(3)*, 2016.

[11] E. LUCON, R. CHAOUADI, A. FABRY, J-L PUZZOLANTE et E. van WALLE : Characterising M aterial Properties by the Use of Full-Size and Sub-Size Charpy Tests : An Overview of Different Correlation Procedures. *ASTM STP*, 1380, 1999.

[12] W. R. CORWIN et A. M. HOUGHLAND : Effect of Specimen Size and Material Condition on the Charpy Impact Properties of 9Cr1MoVNb Steel. *ASTM STP 888*, 1:325–338, 1986.

[13] L.E. SCHUBERT, A. S. KUMAR, S. T. ROSINSKI et M.L. HAMILTON : Effect of Specimen Size on the Impact Properties of Neutron Irradiated A 533B Steel. *J. N ucl. Mat*, 155-157:662–667, 1988.

[14] W OLDFIELD : Curve fitting impact test data : a statistical procedure. *ASTM Stand. News ; (United States)*, 3 :11, 1975.

[15] M. A. SOKOLOV et D. J. ALEXANDER : An improved correlation procedure for subsize and full-size charpy impact specimen data. *www.osti.gov*, 1, 1997.

[16] M. SCIBETTA, E. LUCON et E. van WALLE : Optimum use of broken Charpy specimens from surveillance programs for the application of the master curve approach. *Int. J. Frac*, 116:231–244, 2002.

[17] N. MIURA et N. SONEDA : Evaluation of fracture toughness by master curve approach using miniature C(T) specimens. *J. Press. Vessel Thechnol. Trans. ASME 134*, 2012.

[18] K. WALLIN, P. NEVASMAA, A. LAUKKANEN et T. PLANMAN : Master Curve analysis of inhomogeneous ferritic steels. *Eng. Frac. Mech.*, 71:2329–2346, 2004.

[19] M. SCIBETTA, J. SCHUURMANS, E. LUCON et E. van WALLE : On the useexplain theof the crack tip opening angleductile crack growth behavior compact specimens parameter to of miniature compact specimens. *Eng. Frac. Mech.*, 75:3599–3610, 2008.

[20] A. WASYLYK et A. SHERRY : Size effects on fracture in uncontained plasticity conditions in 304(L) stainless steel. *In : Cheta, A. (Ed.) Proc. of the ASME pressure vessels and piping conference (PVP-2011)*, 7:337+, 2012.

[21] H. ONO, R KASADA et A. KIMURA : Specimen size effects on fracture toughnessof JLF-1 reduced-activation ferritic steel. *J. N ucl. Mat*, 329-333:1117–1121, 2004.

[22] E. LUCON, J. BENZING et Hrabe N. : *Small Punch Testing to estimate mechanical properties of additively manufactured TI-6Al-4V*. National Institute of Standards and Technology Technical Note 2096, 2020.

[23] V. BICEGO, E. LUCON et C. SAMPIETRI : The 'Small Punch' Technique for Evaluating Quasi Non-Destructively the Mechanical Properties of Steels, In Fracture from Defects ECF 12 : Proceedings of the Twelfth European Conference on Fracture. *EMAS Publishing, London*, 1:1273–1278, 1998.

[24] J.B. JU, J.I. JANG et D. KWON : Evaluation of fracture toughness by small-punch testing techniques using sharp notched specimens. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 80:221–228, 2003.

[25] E. LUCON : "Testing of Small-Sized Specimens. *Comprehensive Materials Processing*, 1:135–163, 2014.

[26] G. GUILLEMOT, A. VAN GORP, T. COOREVITS et A. IOST : Estimation of the constitutive law by dual small punch test and instrumented indentation. *Advanced Materials and Structures*, 188:193–198, 2015.

[27] E. ALSTADT, F. BERGNER, A. DAS et M. HOUSKA : Effect of anisotropic microstructure of ODS steels on small punch test results. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 100:191–199, 2019.

[28] J. S HA et E. FLEURY : Small punch tests on steels for steam power plant (i) : Ductile-brittle transition temperature. *KSME International Journal*, 12:818–826, 1998.

[29] T. MASUSHITA, M. k. SAUCEDO, Y. H. JOO et T. SHOJI : Dbtt estimation of ferritic low alloy steels in service plant by means of small punch test. *Trans. Tech. Publ. Zurich, Switzerland*, 51-52:259, 1991.

[30] M. SUZUKI, M. ETO, Y. NISHIYAMA, K. FUKAYA et Isozaki T. : Estimation or'toughness degradation by microhardness and small punch tests," small specimen test techniques applied to nuclear reactor vessel therma ; annealing anti plant life estimation. *American Society for Testing and Materials ASTM STP 1204*, pages 217–227, 1993.

[31] G. C. SIH, P. C. PARIS et F. ERDOGAN : Crack-Tip, Stress-Intensity Factors for Plane Extension and Plate Bending Problems. *Journal of Applied Mechanics*, 29(22):306–312, 1962.

[32] M. SOLOKOV et E. LUCON : *Small specimen test techniques : 6th volume*. ASTM International, 2015.

[33] E. CARDENAS, F. J. BELZUNCE, C. RODRIGUEZ, I. PENUELAS et C. BETEGON : Application of the small punch test to determine the fracture toughness of metallic material. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 35(5):441–450, 2012.

[34] T. L. ANDERSON : *Fracture Mechanics : Fundamentals and Applications*. CRC Press, 2005.

[35] A. A. WELLS : Unstable crack propagation in metals : Cleavage and fast fracture . *Proceedings of the crack propagation symposium*, 1:84, 1961.

[36] A. ZEGHLOUL : *Concepts fondamentaux de la mécanique de la rupture*. Arts et Métiers Paristech, 2017. pp. 143-146.

[37] A. A. RICE : path independent integral and the approximate analysis of strainconcentrations by notches and cracks. *ournal of Applied Mechanics*, 35:379–386, 1968.

[38] J. R. RICE : A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notched and cracks. *J. Applied Mech.*, 35:379, 1968.

[39] ASTM INTERNATIONAL : *ASTM E 1820 (Révision 2017*. afnor, 2017.

[40] S. CRAVERO et C. RUGGIERI : Estimation procedure of J-resistance curves for SE(T) fracture specimens using unloading compliance. *Eng. Fract. Mech.*, 74:2735–2757, 2007.

[41] C. NALAWADE, S. SAXENA et A. MOHANTY : Evaluating the effect of side grooving parameters on critical szw. *Engineering Fracture Mechanics*, 153:1–10, 2016.

[42] C. LE GUYADER : *Mécanique de la rupture et endommagement d'un alliage d'aluminium 2219 T87 pour application aérospatiale*. Thèse de doctorat, Mines ParisTech, 2014.

[43] D.-Y. PARK, W.R. TYSON et J.-P. GRAVEL : CANMET SENT test method, updates and applications. *Int. J. of Pressure Vessels and Piping*, 156:8–16, 2017.

[44] G. SHEN et Tyson W.R. : Evaluation of ctod from j—integral for se(t) specimens. *In Proceedings of the Pipeline Technology Conference, Ostend, Belgium*, 2009.

[45] G. CHATZOPOULOU, S. KARAMANOS et G. VALERIS : Finite element analysis of UOE manufacturing process and its effecton mechanical behavior of offshore pipes. *International Journal of Solids and Structures*, pages 13–27, 2016.

[46] Y. LUO, W. JIANG, Y. WAN, W. WOO et S.T. TU : Effect of helix angle on residual stress in the spiral welded oil pipelines : Experimental and finite element modeling. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, pages 233–245, 2018.

[47] C. SORET : *Strain-based design of pipelines inextreme environments*. Thèse de doctorat, Mines ParisTech, PSL Research University, 2017.

[48] Amir Ben RHOUMA : *Cours de Mise en forme à chaud*. École Nationale Supérieur d'ingénieur de Tunis ENSIT, 2014.

[49] S. ABDELKHALEK : *Un exemple de flambage sous contraintes internes :étude des défauts de planéité en laminage à froid destôles minces (étude numérique et comparaison avecl'expérience)*. Thèse de doctorat, Mines ParisTech, 2010.

[50] Amir Ben RHOUMA : *Cours de Mise en forme à froid*. École Nationale Supérieur d'ingénieur de Tunis ENSIT, 2014.

[51] Madeleine DURAND-CHARRE : *La microstructure des aciers et des fontes*. EDP Sciences, 2012.

[52] H. LOCH HASKELA, E. PAULETTIA, J. de PAULA MARTINSB et A. L. Moreira de CARVALHO : Microstructure and microtexture assessment of delamination phenomena in charpy impact tested specimens. *Materials Research*, 17:1238–1250, 2014.

[53] R.R. DOLBY, Hart P.R.M., N.R BAILEY et J. C. M. FARRAR : Material aspects controlling weld defects in offshore structures. *1973 Offshore Technology Conference Houston, Texas, 30th April-2nd May 1973*, pages 823–834, 1973.

[54] C. E. SIMS et F. B. DAHLE : *AFS Trans*, volume 46. American Foundry Society, 1938.

[55] J.C.M FARRAR : Inclusions and susceptibility to lamellar tearing of welded structural steels. *Welding Journal*, pages 321–331, 1979.

[56] Y. KIKUTA, T. ARAKI et A. HIROSE : Effect of non-metallic inclusions on hydrogen assisted cracking. *Transactions of the Japan welding society*, pages 60–65, 1988.

[57] J. SOJKA, P. BETEKOVA, L. CIZEK, Z. JONSTA, M. SOZASKA et A. HERNAS : hydrogen induced cracking and sulphide stress cracking of carbon-manganese steels. *In 11th International Scientific conference, AMME*. Elsevier, 2002.

[58] W. T. LANKFORD, S. C. SNYDER et J. A. BAUSHER : *New criteria for predicting the press performance of deep drawing sheets*, volume 42. Trans. ASM, 1950.

[59] K. MORI : *Simulation of Materials Processing : Theory, Methods and Applications*. CRC press, 2001.

[60] Y. MADI, Y. SHINOHARA et J. BESSON : Effect of prestrain on ductility and toughness in a high-strength line pipe steel. *Int. J. Frac.*, 224(1):15–29, 2020.

[61] Det Norske VERITAS : *DNV-OS-F101 : Submarines Pipelines Systems*. Technical report, 2000.

[62] ExxonMobil Upstream Research COMPANY : *Measurement of Crack-Tip Opening Displacement (CTOD) Fracture Resistance Curves Using Single-Edge Notched Tension (SENT) Specimens*. Technical report, 2010.

[63] Verstraeten M. A., R. M. DENYS, K. VANN MINNEBRUGGEN, S. HERTELÉ et W. DE WAELE : Determination of ctod resistance curves in side-grooved single-edge notched tensile specimens using full field deformation measurements. *Engineering Fracture Mechanics*, pages 12–22, 2013.

[64] Standardization of WELD TESTING METHODS–SE(T) FRACTURE TOUGHNESS MEASUREMENTS RV 01 : *BS 8571*. BMT Fleet Technology, 2012.

[65] X. SUO et A. COMBESCURE : On the application of G(θ) method and its comparison with Delorenzi's approach. *Nucl. Eng. Des.*, 135(2):207–224, 1992.

[66] V. CHIARUTTINI, J. GUILIE, F. FEYEL, M. BONNET et P. LE TALLEC : Approches par maillage conforme pour la mécanique non-linéaire dela rupture : méthode G-theta et modèle de zone cohésive. *10e Colloque National en Calcul des Structures CSMA*, 10:2–9, 2011.

[67] C. LE GUYADER : *Mécanique de la rupture et endommagement d'un alliage d'aluminium 2219 T87 pour application aérospatiale*. Thèse de doctorat, École nationale supérieure des mines de Paris, 2014.

[68] M. PELERIN, A. KING, L. LAIARINANDRASANA et H. PROUDHON : Development of a versatile mechanical testing device for in situ synchrotron tomography and diffraction experiments. *Integr. Mater. Manuf. Innov.*, 2019.

[69] ASTM INTERNATIONAL : *ASTM E 23a*. afnor, 2016.

[70] Technique de L'INGÉNIEUR : Tomographie aux rayons X synchrotron appliquée à la science des matériaux. *Technique de l'ingénieur*, 2016.

[71] P. WILS : *Tomographie par rayons X : correction des artefacts liés à la chaîne d'acquisition*. Thèse de doctorat, L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2011.

[72] D. LALOUM : *Tomographie par rayons X haute résolution : application à l'intégration 3D pour la microélectronique*. Thèse de doctorat, Ecole Doctorale de Physique de Grenoble, 2015.

[73] C. LANDRON : *Ductile damage characterisation in Dual-Phase steels using X-ray tomography*. Thèse de doctorat, L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2011.

[74] D.C. DRUCKER et W. PRAGER : *Soil mechanics and plastic analysis for limit design*, volume 10. Quarterly of Applied Mathematics, 1952. pp. 157-165.

[75] W.F. HOSFORD : Generalized isotropic yield criterion. *J. Applied Mech.*, 39(2):607–609, 1972.

[76] R. HILL : theory of the yielding and of plastic flow of anisotropic metals. *Proceedings of the royal society*, pages 281–397, 1948.

[77] F. BRON : *Déchirure ductile des tôles minces en alliage d'aluminium 2024 pour application aéronautique*. Thèse de doctorat, Mines Paristech, 2004.

[78] A. P. KARAFILLIS et M. C BOYCE : A general anisotropic yield criterion using bounds and a transformation weighting tensor. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, pages 1859–1886, 1993.

[79] F. BARLAT, D. J. LEGE et J. C. BREM : A six-component yield function for anisotropic materials. *International Journal of plasticity*, pages 693–712, 1991.

[80] F. RIVALIN, J. BESSON, A. PINEAU et M. DI FANT : Ductile tearing of pipeline-steel wide plates — II. : Modeling of in–plane crack propagation. *Eng. Fract. Mech.*, 68(3): 347–364, 2000.

[81] Y. SHINOHARA, Y. MADI et J. BESSON : A combined phenomenological model for the representation of anisotropic hardening behavior in high strength steel line pipes. *European Journal of Mechanics A/Solids*, 29:917–927, 2010.

[82] B. TANGUY, T.T. LUU, G. PERRIN, A. PINEAU et J. BESSON : Plastic and damage behavior of a high strength X100 pipeline steel : experiments and modelling. *Int. J. of Pressure Vessels and Piping*, 85(5):322–335, 2008.

[83] P. BURLOT : *Effet du confinement plastique sur la stabilité mécanique des défauts dans les gazoducs*. Thèse de doctorat, École nationale supérieure des mines de Paris, 2015.

RÉSUMÉ

Le dimensionnement des structures nécessite une compréhension des propriétés en propagation de fissure des matériaux employés. Pour ce faire, on utilise principalement des essais mécaniques normalisés sur des éprouvettes fissurées de type CT ou SENT. Pour être considérés valides selon les normes, ces essais doivent être réalisés sur des éprouvettes suffisamment grandes par rapport à la taille de la zone d'élaboration de la rupture. Ces dimensions sont de l'ordre de quelques centimètres mais elles sont d'autant plus grandes que le matériau est plus tenace. Cependant, l'utilisation des éprouvettes de petite taille (de dimensions de quelques millimètres) est incontournable dans plusieurs cas: (i) éprouvettes prélevées *in situ* afin de faire contrôler les structures en service ou lors de leur réception, (ii) lors de la mise au point de nouveaux matériaux en quantité limitée, (iii) lorsque la structure ne permet pas d'extraire des éprouvettes suivant les recommandations des normes (*e.g.* structure mince). Dans tous ces cas, il s'avère être difficile voire impossible de réaliser des essais «valides» selon les normes. Une approche qui permettrait de résoudre ce problème serait d'établir des procédures permettant l'accès aux propriétés macroscopiques à partir d'essais sur mini-éprouvettes.

L'objectif principal de la thèse est de développer des protocoles d'essais sur mini–éprouvettes. L'étude est réalisée sur un acier de gazoduc «vintage» de grade X52. On réalise tout d'abord une campagne d'essais sur des éprouvettes de taille usuelle. Des essais sur éprouvettes de traction axisymétriques lisses et entaillées prélevées dans la direction de laminage (L) et dans le sens transverse (T) sont réalisés. Ces essais sont asservis avec un extensomètre mécanique. Un système de caméras permet de suivre la réduction de la section minimale. Pour la caractérisation de la ténacité, on réalise des essais sur des éprouvettes de fissuration de type CT et SENT en appliquant la méthode de la complaisance pour évaluer l'avancée de fissure (norme ASTM E1820). Il s'avère toutefois être impossible de prélever ces éprouvettes pour les solliciter selon le sens T du fait de la courbure du pipe. À l'échelle des mini–éprouvettes, on reproduit la même démarche avec l'avantage de pouvoir prélever des éprouvettes de fissuration dans la direction T. Un montage spécifique est conçu pour la pré-fissuration et l'essai de ténacité lui-même. La taille réduite des éprouvettes ne permet pas de mesurer l'ouverture de la fissure à la position préconisée par la norme. Pour dépouiller les essais miniaturisés, il est alors nécessaire de modifier la procédure de la norme. Des calculs par éléments finis ont alors été employés pour calculer les différents facteurs géométriques permettant de déterminer les courbes $J—\Delta a$. En outre, certains essais ont été réalisés *in situ* à l'aide de la tomographie synchrotron à rayons X pour mesurer la déformation des échantillons, la progression des fissures et l'évolution de l'endommagement sur mini-éprouvettes de traction (ST et NT) et mini-éprouvettes SENT.

L'étude sur les éprouvettes standard montre une anisotropie plastique notamment de déformation dans les différentes directions de la structure. Il existe une forte anisotropie de rupture due à la présence d'inclusions de type MnS allongées selon la direction de laminage. On aboutit aux mêmes conclusions à l'échelle réduite. On note également un effet d'échelle : les mini–éprouvettes sont légèrement plus ductiles ; dans le sens L on note la disparition du faciès en cup–cone lorsque la taille diminue. Les données tomographiques donnent de précieuses informations sur l'évolution de la plasticité étendue avec une mesure directe de l'avancée de fissure. L'emploi des mini–éprouvettes de fissuration permet de montrer une forte anisotropie de rupture. Les éprouvettes chargées selon le sens L présentent une meilleure résistance à la fissuration. On montre également que l'emploi de mini–éprouvettes SENT reste difficile. Sur éprouvettes DCT, on obtient des résultats très reproductibles. On met également en évidence un effet de taille marqué : les courbes $J—\Delta a$ sur mini–éprouvettes sont systématiquement situées en dessous de celles des CT standard.

MOTS CLÉS

Éprouvette standard, éprouvette miniaturisée, caractérisation mécanique, ténacité, tomographie, plasticité, mécanique de la rupture, effet d'échelle, gazoduc, aciers X52

ABSTRACT

The design of structures requires an understanding of the crack propagation properties of the materials used. For this purpose, standardized mechanical tests on cracked specimens of the CT or SENT type are mainly utilized. To be considered as valid according to the standards, these tests must be carried out on sufficiently large specimens in relation to the size of the process zone. These dimensions are no more than few centimetres. However, these dimensions get larger as the material is tougher. Nevertheless, the use of small size specimens (with dimensions of a few millimeters) is unavoidable in quite several cases: (i) specimens taken in situ in order to check the functionning structure or when received, (ii) during the development of new materials in limited quantities, (iii) when the structure does not allow specimens to be extracted according to the recommendations of the standards (*e.g.* structure mince). In all these cases, it is difficult or even impossible to perform "valid" tests according to the standards. One approach that would solve this problem would be to establish procedures that allow access to macroscopic properties from tests on sub-size specimens.

The main objective of the thesis is to develop protocols on sub–size specimens. The study is carried out on a pipeline steel «vintage» of grade X52. First, a testing campaign on standard size specimens is performed. Tests on axisymmetric tensile and notched tensile specimens taken in the rolling direction (L) and in the transverse direction (T) are performed. These tests are controlled with an extensometer. A system of cameras allows us to monit the reduction of the minimum section. As for the characterization of the toughness, tests are carried out on CT and SENT type cracking specimens by applying the compliance method to evaluate the crack mouth opening displacement (ASTM E1820 standard). However, it is not possible to sample these specimens along T-direction due to the curvature of the pipe. At the sub-size specimen scale, we reproduce the same approach with the advantage of being able to sample CT and SENT specimens in the T direction. A specific setup is designed for the pre-cracking and the toughness test itself. The size of the specimens does not allow to measure the opening of the crack at the position recommended by the standard. To process the results of those tests, it is then necessary to modify the procedure of the standard. Finite element calculations were then used to calculate the different geometrical factors allowing to determine the determine the $J—\Delta a$ curves. In addition, some tests were performed *in situ* using synchrotron X-ray tomography to measure the deformation of the specimens,the progression of cracks and the evolution of the damage on mini-tensile specimens (ST and NT) and SENT mini-tests. The study on standard specimens shows a plastic anisotropy, especially strain anisotropy in the different directions of the structure. There is a strong anisotropy of rupture due to the presence of inclusions of MnS type elongated according to the rolling direction. The same conclusions are reached at the reduced scale. We also notice a scale effect : the sub–size specimens are slightly more ductile ; in the L direction we notice the disappearance of the cup-cone from the fracture surfaces as the size decreases. The tomographic data gives valuable information on the evolution of the extended plasticity with a direct measurement of the crack advance. The use of mini-cracking specimens allows us to show a strong anisotropy of failure. The specimens loaded along the L direction show a better resistance to cracking. It is also shown that the use of sub–size SENT specimens remains difficult. On DCT specimens, very reproducible results are obtained. We also show a conspicuous size effect : the $J—\Delta a$ curves on mini-test specimens are systematically located below those of the standard CT.

KEYWORDS

Standard size specimen, sub–size specimen, mechanical caracterisation, toughness, tomograhy, plasticity, fracture mechanics, scale effect, pipeline, X52 grade of steel